

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
PROCESSOS**

**OBTENÇÃO DO ÁLCOOL ETÍLICO HIDRATADO,
COM GRADUAÇÃO ALCOÓLICA PARA USO
AUTOMOTIVO: VALIDAÇÃO DE UM PROCESSO EM
BATELADA**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Raul José dos Santos Michel Junior

Santa Maria, RS, Brasil

2010

**OBTENÇÃO DO ÁLCOOL ETÍLICO HIDRATADO, COM
GRADUAÇÃO ALCOÓLICA PARA USO AUTOMOTIVO:
VALIDAÇÃO DE UM PROCESSO EM BATELADA**

por

Raul José dos Santos Michel Junior

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia de Processos, Área de Concentração: **Desenvolvimento de processos agroindustriais e ambientais, (Linha de Pesquisa: Controle Ambiental e Otimização Energética)** da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Engenharia de Processos**

Orientador: Prof. Dr. Ronaldo Hoffmann

Santa Maria
2010

**UFSM – UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
PROCESSOS**

A Comissão Examinadora, abaixo assinada,
aprova a Dissertação de Mestrado

**OBTENÇÃO DO ÁLCOOL ETÍLICO HIDRATADO, COM GRADUAÇÃO
ALCOÓLICA PARA USO AUTOMOTIVO: VALIDAÇÃO DE UM
PROCESSO DE BATELADA**

elaborado por

Raul José dos Santos Michel Junior

Como requisito parcial para obtenção do grau de
Mestre em Engenharia de Processos

COMISSÃO EXAMINADORA:

Dr. Ronaldo Hoffmann
(Presidente/Orientador)

Dr^a Lisiane De Marsilac Terra (UFSM)

Dr. João Guilherme Casagrande Junior
URI - Extensão São Luiz Gonzaga

Santa Maria, 19 de Março de 2010

AGRADECIMENTOS

Ao professor Dr. Ronaldo Hoffmann que, em inúmeras vezes, além de honrar o compromisso de orientador, oferecendo sua indispensável colaboração, sempre soube descer os degraus do saber, como bem sabem os grandes, e doou, além de sua sabedoria e apoio, uma amizade pura e fraterna.

A Professora Dr^a Lisiane De Marsilac Terra pelo inestimável apoio e esclarecimentos que foram fundamentais para organização e formulação de dados.

Aos Professores do Curso de Pós-Graduação, pelos ensinamentos.

Ao Sr José Luiz Limana, diretor da Empresa Limana Poliserviços pelo apoio e pela valiosa colaboração para o desenvolvimento do equipamento em estudo.

Aos funcionários das secretarias do Curso de Pós-Graduação e Departamento de Engenharia Química, pelo profissionalismo e atenção sempre presentes.

Aos colegas Pós-Graduandos, pelo incentivo, amizade e colaboração nas diversas fases deste trabalho.

A minha família pela compreensão, amor e carinho.

RESUMO

Dissertação de Mestrado
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos
Universidade Federal de Santa Maria

OBTENÇÃO DO ÁLCOOL ETÍLICO HIDRATADO, COM GRADUAÇÃO ALCOÓLICA PARA USO AUTOMOTIVO: VALIDAÇÃO DE UM PROCESSO EM BATELADA

Autor: Raul José dos Santos Michel Junior

Orientador: Prof. Dr. Ronaldo Hoffmann

Data e Local da Defesa: Santa Maria, 19 de Março de 2010

Um dos processos mais utilizados para separação do álcool e da água é a destilação. Tradicionalmente a produção de álcool etílico hidratado carburante é produzida pelas grandes destilarias, sendo elas autônomas ou anexas. Uma problemática verificada para produção de álcool etílico em pequenas propriedades está relacionada ao tipo de equipamento utilizado e a quebra do paradigma da produção de alimentos juntamente com a produção de energia no caso o combustível. Geralmente os equipamentos para produção em pequena escala tanto em processo de batelada ou em processos pelo sistema contínuo referem-se à baixa qualidade do álcool etílico obtido, visto que a maioria dos equipamentos não apresenta qualidade sendo considerados de baixo rendimento, fabricados de forma artesanal. Uma questão chave para este sistema é a não interferência do sistema produtivo para produção conjunta de alimentos perfeitamente integrada ao sistema. Assim, o presente estudo propõe-se a validar, estatisticamente, o equipamento projetado para obtenção de álcool combustível em regime descontínuo (batelada), para produção em pequena escala, avaliando-se que o álcool obtido está dentro das normas regulamentadoras da ANP quanto ao teor alcoólico. Para validação do sistema foi utilizado o software específico para simulação dos modelos utilizando-se também a Metodologia da Superfície de Resposta, verificando-se que é possível obter álcool etílico com graduação e quantidades para o produtor da agricultura familiar que trabalha de forma cooperativada.

Palavras-chave: Etanol; Microdestilarias; Validação do processo

ABSTRACT

Máster Dissertation
Post-Graduation Course in Processes Engineering
Federal University of Santa Maria

OBTAINING THE HYDRATED ETHYL ALCOHOL OF AN ALCOHOLIC GRADUATION FOR AUTOMOTIVE USE: VALIDATION OF A BATCH PROCESS

Author: Raul José dos Santos Michel Junior

Advisor: Prof. Dr. Ronaldo Hoffmann

Data and Place: March, 19th, 2010, Santa Maria

One of the most used for separation of alcohol and water is distillation. Traditionally the production of hydrated ethanol fuel is produced by large distilleries, which were freestanding or attached. A problem found for production of ethyl alcohol in small properties is related to the type of equipment used and the breaking of the paradigm of food production with energy production in case the fuel. Usually the equipment for small scale production process both in batch or continuous processes by the system relate to the low quality of ethyl alcohol, since most equipment does not provide quality were considered low income, made by hand. A key question for this system is no interference of the production system for joint production of food perfectly integrated into the system. Thus, this study proposes to validate statistically the equipment designed for obtaining alcohol fuel under discontinuous (batch) for small scale production, to evaluate the alcohol obtained is within the regulatory standards of ANP on the alcohol content. To validate the system software was used for specific simulation models also using the Response Surface Methodology, verifying that it is possible to obtain ethanol-grade and quantity for the producer of family farming cooperatives, so that works.

Keywords: Ethanol; microdistillery; Process validation

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fluxograma de processo produção de álcool hidratado.....	31
Figura 2 – Transporte de açúcares através da membrana celular da levedura.....	33
Figura 3 – Esquema do escoamento e direção do fluxo dos fluídos em pratos e nas colunas de destilação	37
Figura 4 – Detalhe de um borbulhador de uma coluna de destilação	38
Figura 5 – Esquema de uma coluna de destilação em sistema contínuo.....	41
Figura 6 – Curva de Equilíbrio Etanol-Água a P=760mmHg	44
Figura 7 – Modelo de destilador em batelada aquecido à serpentina	46
Figura 8 – Modelo de destilador em batelada aquecida com refeedor.....	47
Figura 9 – Modelo Geral de um Sistema de Transformação.....	50
Figura 10 – Representação do Planejamento Fatorial	54
Figura 11 – Moenda, decantador e esteira.....	60
Figura 12 – Esteira de Transporte de Bagaço.....	61
Figura 13 – Decantador.....	61
Figura 14 – Dorna de Diluição.....	62
Figura 15 – Dornas de Fermentação.....	63
Figura 16 – Coluna de Destilação	64
Figura 17 – Caldeira.....	65
Figura 18 – Desenho Esquemático do Condensador.....	67
Figura 19 – Desenho Esquemático da Coluna de Destilação	69
Figura 20 – Gráfico de Pareto para variável Dependente Graduação Alcoólica	74
Figura 21 – Tabulação dos dados no gráfico para Máxima graduação em função da temperatura da cuba.....	76
Figura 22 – Curvas de Nível para interação da temperatura do deflegmador em função da temperatura da cuba para máxima graduação	76
Figura 23 – Modelo para valores preditos x Observados para a Graduação Alcoólica	77
Figura 24 – Superfície de Resposta para Produção por Batelada em função da temperatura do Deflegmador e temperatura da cuba.....	78
Figura 25 – Curva de Contorno para Produção por Batelada em função da Temperatura do Deglegmador e temperatura da cuba.....	79
Figura 26 – Gráfico de Pareto para variável dependente produção por batelada ..	81
Figura 27 – Modelo para os valores predito e observado para a variável Dependente produção por batelada	82

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Escalas e modelos sóciopolíticos	24
Quadro 2 – Escalas e modelos tecnológicos.....	25
Quadro 3 – Especificação do AEHC e AEAC.....	28
Quadro 4 – Valores reais e respectivos valores codificados para as variáveis independentes	71
Quadro 5 – Montagem do modelo: variáveis originais.....	71

LISTA DE TABELA

Tabela 1 – Classificação das Destilarias por volume de Produção	25
Tabela 2 – Dados para Tabulação no <i>Soft Estatística</i>	72
Tabela 3 – Resultados da ANOVA (análise de Variância) para resposta da Graduação alcoólica.....	73
Tabela 4 – Coeficientes de Regressão para a Variável Dependente Graduação Alcoólica	75
Tabela 5 – Dados Tabulador em Função do Modelo	76
Tabela 6 – Tabela ANOVA para variável dependente Produção por Batelada .	77
Tabela 7 – Coeficiente de Regressão para variável dependente graduação alcoólica	80

LISTA DE SIGLAS

AEAC – Álcool Etílico Anidro Combustível
AEHC – Álcool Etílico Hidratado Combustível
ANOVA – *Analysis of variance*
°C – Graus Centígrados
DCC – Delineamento Composto Central
DCCR – Delineamento Central Composto Rotacional
DOE – Delineamento de experimentos
EMBRAPA – Empresa brasileira de pesquisa agropecuária
FUNPEPE – Fundação Educacional Penápolis
°GL – Grau Gay Lussac
ha – hectare
IAA – Instituto do Açúcar e do Álcool
INPM – Instituto Nacional de Pesos e Medidas
kgf- Quilograma força
kgf/cm²- Quilograma força por centímetro quadrado
l/dia – Litros por dia
MA – Ministério da Agricultura
MSR – Metodologia de Superfície de Resposta
MW – Mega watt
pH – potencial hidrogeniônico
ProÁlcool – Programa Nacional do Álcool
Rpm- rotações por minuto
SNA - Sociedade Nacional de Agricultura
TCD – Tonelada de cana por dia

USGA – Usina Serra Grande de Alagoas

USP – Universidade de São Paulo

v/v – volume / volume

VLE – Curva de Equilíbrio Vapor Líquido

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 OBJETIVOS.....	16
2.1 OBJETIVO GERAL.....	16
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	16
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	17
3.1 A HISTÓRIA DA PRODUÇÃO DE CANA-DE-AÇÚCAR NO BRASIL	17
3.2 CONSTRUÇÃO HISTÓRICA DA IDENTIDADE DOS DERIVADOS ARTESANAIS DA CANA-DE-AÇÚCAR.....	20
3.3 MICRODESTILARIAS E AGRICULTURA FAMILIAR	22
3.3.1 Modelos sóciopolíticos.....	24
3.4 HISTÓRICO DA DESTILAÇÃO	26
3.5 O PRODUTO ÁLCOOL.....	26
3.5.1 Classificação do álcool.....	28
3.6 ESTRUTURA DO PROCESSO PRODUTIVO	29
3.7 MATÉRIAS-PRIMAS PARA OBTENÇÃO DE ETANOL E CONSEQUÊN- CIAS SOBRE O PROCESSO	32
3.7.1 Produção de AEHC através de outra fontes amiláceas	34
3.8 O PROCESSO INDUSTRIAL PARA OBTENÇÃO DO ETANOL	35
3.9 EQUIPAMENTOS PARA DESTILAÇÃO EM MÚLTIESTÁGIOS	35
3.10 DESTILAÇÃO CONTÍNUA	38
3.11 BALANÇO DE MATERIAIS EM COLUNAS DE DESTILAÇÃO.....	41
3.12 ALGUNS ASPECTOS DA DESTILAÇÃO DE SOLUÇÕES HIDROALCO- ÓLICAS.....	42
3.13 DESTILAÇÃO DESCONTÍNUA (BATELADA).....	44
3.14 VANTAGENS E DESVANTAGENS DA DESTILAÇÃO EM BATELADA	48
4 PLANEJAMENTO E ANÁLISE DE EXPERIMENTOS	49
4.1 PLANEJAMENTO FATORIAL.....	51
4.2 DELINEAMENTO COMPOSTO CENTRAL.....	52
4.3 METODOLOGIA DE SUPERFÍCIE DE RESPOSTA	53
4.4 REGRESSÃO LINEAR	55
4.5 TESTE DAS HIPÓTESES.....	55

5 MATERIAL E MÉTODOS	57
5.1 EQUIPAMENTOS	57
5.2 INSTRUMENTAÇÃO E VIDRARIA.....	58
5.2.1 Ebuliômetro	58
5.2.2 Sacarímetro de Brix.....	58
5.2.3 Alcoômetro centesimal de Gay Lussac.....	58
5.2.4 Termômetro	59
5.2.5 Becker	59
5.2.6 Provetas	59
6 DESCRIÇÃO DA PRÁTICA DESENVOLVIDA.....	60
6.1 PARTES CONSTITUINTES DO EQUIPAMENTO	67
6.2 MODELAGEM ESTATÍSTICA PARA VALIDAÇÃO DO DESTILADOR EM PROCESSO DE BATELADA.....	70
6.2.1 Planejamento do Experimento	71
6.2.1.1 Análise das Variáveis.....	71
7 RESULTADOS E DISCUSSÃO	72
7.1 ANÁLISE DA VARIÁVEL DEPENDENTE GRADUAÇÃO ALCOÓLICA ...	73
7.2 ANÁLISE DO DIAGRAMA DE PARETO PARA VARIÁVEL DEPENDENTE GRADUAÇÃO ALCOÓLICA.....	73
7.3 ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DE RESPOSTA PARA VARIÁVEL DEPENDENTE GRADUAÇÃO ALCOÓLICA.....	75
7.4 ANÁLISE DA VARIÁVEL DEPENDENTE PRODUÇÃO POR BATELADA	77
7.5 ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DE RESPOSTA PARA A VARIÁVEL DEPENDENTE PRODUÇÃO POR BATELADA	78
7.6 ANÁLISE DA CURA VE CONTORNO PARA PRODUÇÃO POR BATELADA	79
7.7 ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DE RESPOSTA PARA A VARIÁVEL DEPENDENTE PRODUÇÃO POR BATELADA	79
7.8 RESULTADO DA OPERAÇÃO DA COLUNA.....	82
8 CONCLUSÕES	85
9 SUGESTÕES E CONSIDERAÇÕES FINAIS	87
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	88
ANEXOS	96

1 INTRODUÇÃO

A Humanidade evolui a partir do uso de fontes de energia que consegue usar, cabe então esperar que ela mesma, devido ao declínio dos recursos energéticos e da perda da biodiversidade, dos problemas da poluição e da crise social, consiga mudar o rumo e se adaptar a um novo leque de fontes alternativas de energia, no qual caberá a biomassa um papel fundamental (CORTEZ, 2008).

Da biomassa podem-se obter vários tipos de combustíveis (sólidos, líquidos e gasosos) de caráter renovável, entre os quais o álcool etílico, que é um dos mais nobres, pois não é tóxico, é de fácil transporte e pode substituir, em parte, o consumo de gasolina. O fato de existirem várias rotas tecnológicas a opção pelos biocombustíveis tornam-se muito interessantes.

O Brasil foi sempre deficitário em petróleo e hoje apresenta um saldo positivo, porém temporariamente. O país ainda é suscetível às variações de oferta e preço do petróleo no mercado internacional e a situação pode se complicar, pois as previsões apontam o esgotamento das reservas de petróleo em menos de três décadas e um aumento de preço do barril de petróleo aos níveis que atingiu durante as crises de 1972 e 1983.

A história do emprego do etanol no Brasil data do início do século XX, quando as primeiras tentativas para uso de álcool em veículos foram realizadas pela Sociedade Nacional de Agricultura (SNA). A ocorrência do desabastecimento de combustível devido a Primeira Guerra Mundial em território europeu, trouxe motivação para a realização a partir de 1920, de várias experiências por usinas nordestinas através de utilização de misturas de combustíveis com álcool, prática que se tornou comum no nordeste (MENEZES, 1980).

É necessária a elaboração de planos de auto-suficiência energética para o país, considerando neles tanto o curto, o médio e longo prazo. Porém, para serem realmente viáveis no longo prazo, deveriam considerar os aspectos sociais e ecológicos (CORTEZ, 2008).

Assim, o estudo ora apresentado, intitulado “Obtenção do álcool etílico hidratado AEHC, com graduação alcoólica para uso automotivo, em processo de batelada”, surgiu da possibilidade de formular parâmetros de operacionalidade e produtividade para equipamentos operados em pequena escala (batelada) e da

formulação de novos conceitos referentes aos termos utilizados para definir os parâmetros operacionais da coluna de destilação em processo de batelada.

O tema escolhido para o presente investigatório é em sua essência de cunho contemporâneo e de importância vital para a melhoria da qualidade de vida na esfera terrestre, merecendo e necessitando um olhar mais detalhado, posto que sua abrangência estende-se aos aspectos econômicos, político, social, ambiental e cultural. Esse tema pode também contribuir significativamente para que se obtenha maior eficácia de política pública que venha a contribuir para que o pequeno produtor possa usufruir do equipamento microdestilaria para a produção de álcool etílico hidratado combustível dentro do contexto agroenergético da agricultura familiar.

Tendo em vista a grande variedade de equipamentos produzidos, principalmente os advindos das chamadas indústrias de fundo de quintal cuja maioria não tem os devidos fundamentos teóricos e técnicos; os vários processos envolvidos: baixa graduação obtida por estes equipamentos, produção consorciada de alimentos, produção energética e especialmente a produção de álcool combustível; a referida pesquisa apresenta a validação do estudo de uma coluna de destilação três canecas, para a produção de álcool hidratado combustível em processo de batelada.

Isso significa que esta proposta busca validar o funcionamento de um equipamento para destilação em processo batelada, utilizando a rota sacarina, formulando parâmetros de operacionalidade e produtividade, testando a funcionalidade dentro dos requisitos mínimos de vinho a ser destilado entre 7 a 10°GL; além de testar a capacidade do mesmo em produzir álcool com graduação alcoólica entre 92 e 95°GL e determinar a melhor faixa de produção horária em função da carga do destilador. Equipamento este que já está sendo produzido pela empresa Limana Poliserviços, do município de Jaguari, estado do Rio Grande do Sul, projetado pelo autor desta dissertação.

Sendo um equipamento de propriedade industrial, é importante registrar que suas características construtivas não podem ser apresentadas na sua totalidade, mesmo porque o foco central deste investigatório é validar o funcionamento do mesmo destacando as temperaturas com melhor desempenho para a produção e graduação alcoólica do álcool etílico hidratado combustível em processo de batelada.

Assim, é fundamental o presente estudo para validação do equipamento microdestilaria e para a ampliação dos conhecimentos dos sujeitos envolvidos com a produção de etanol, seja para os fabricantes do equipamento ou para quem os adquire, proporcionando avanço tecnológico nesse sentido e conseqüentemente trazendo benefícios do ponto de vista ambiental e econômico, especialmente às famílias que se dedicam à agricultura familiar.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho é validar, pelo método estatístico, o equipamento projetado para obtenção de álcool combustível em regime descontínuo (batelada), para produção em pequena escala.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Formular parâmetros de operacionalidade e produtividade para que este tipo de equipamentos em batelada, produzido pela empresa Limana Poliserviços, possa ser operado para produção de etanol;
- Testar a funcionalidade do equipamento dentro do requisito mínimo do teor alcoólico do vinho a ser destilado; tendo graduação após a fermentação entre 7 e 10°GL.
- Atestar a capacidade de o equipamento produzir álcool com graduação alcoólica (GL°) entre 92 e 95 °GL;
- Determinar quais temperaturas ótimas devem trabalhar o deflegmador e a cuba, para obtenção de álcool etílico hidratado combustível com graduação e produção.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O capítulo que segue é composto pela revisão bibliográfica realizada através de buscas em acervos eletrônicos, teses, dissertações, artigos publicados, revistas e livros. As informações partem da história da produção de cana-de-açúcar no Brasil, origem da cana-de-açúcar, a expansão de seu cultivo, utilização e preparo e processamento para fabricação do álcool.

3.1 A HISTÓRIA DA PRODUÇÃO DE CANA-DE-AÇÚCAR NO BRASIL

A cana-de-açúcar (*Saccharum officinarum*) foi trazida para o Brasil pelos portugueses no início do século XVI, sendo introduzida em duas regiões distintas: no Nordeste, onde no estado de Pernambuco teve melhores resultados no seu cultivo, e no Sudeste brasileiro, na região de São Paulo. A cana-de-açúcar, segundo Calle (2005), representou o segundo ciclo econômico durante a colonização, após o declínio do ciclo do pau-brasil.

Segundo o autor supracitado, o cultivo da cana no Brasil sofreu seu primeiro impacto negativo após a introdução dessa cultura no Caribe, na América Central, pelos holandeses, franceses, espanhóis e também pelos ingleses. Os resultados mais expressivos foram obtidos no Caribe, principalmente em Cuba, favorecendo o colapso do cultivo da cana no Brasil. Entretanto, esse impacto não foi suficiente para eliminar seu cultivo no país. A base para a agricultura e a industrialização da cana-de-açúcar foi bem estabelecida, tornando-se uma atividade importante, especialmente na região da Mata, área que se estende por cerca de cento e cinquenta quilômetros de extensão na costa nordestina.

O segundo impacto negativo na produção da cana ocorreu quando os franceses desenvolveram a tecnologia para produção de açúcar da beterraba. Essa nova opção reduziu significativamente a dependência dos países europeus do açúcar de cana importado e foram necessárias várias décadas para que se atingisse um equilíbrio entre a produção de açúcar de cana e a produção de açúcar da beterraba.

Em 1902, quando a indústria açucareira passava por uma de suas depressões, fora divulgado um documento sobre as Aplicações Industriais do Álcool,

baseada nas experiências européias, durante uma conferência da indústria açucareira que se realizava na Bahia.

No início da década de 1920, viriam ocorrer às primeiras experiências utilizando álcool como combustível, oferecendo a esse produto, e indiretamente à cana, um mercado mais amplo e talvez mais estável. Nessa época, conforme foi mencionado, o açúcar perdia mercado externo, havia um desenvolvimento industrial considerável e buscavam-se, politicamente, soluções internas para a economia.

No final dessa década, várias misturas de álcool foram colocadas no mercado como combustível, citando-se inicialmente a USGA (75% etanol e 25% éter) e posteriormente a Rosada, Motogás, Nacionalina, Azulina e Motorina Lacerda (1978 apud ANCIÕES, et. al 1978, p. 61). Em 1931, o governo oficializava o emprego do álcool, através do Decreto nº 19.717, tornando obrigatória sua adição à gasolina Importada, numa proporção inicial de 5%.

Lacerda (1978 apud ANCIÕES, et. al 1978, p. 61) destaca que a intenção governamental com tal Decreto foi a de regularizar a situação do setor açucareiro que passava, então, por séria crise, que originou, inclusive, a criação do Instituto do Açúcar e do Álcool.

Esse instituto, ao ser criado, resultou na reunião em um só órgão da Comissão de Defesa da Produção do Açúcar - (Dec. Lei 20.761, de 07.12.1931) e da Comissão de Estudos sobre o Álcool-Motor (Portaria M.A. 04.08.1932), segundo os arquivos da Unesp.

Em Carl (1936 apud ANCIÕES, et. al 1978, p. 61), o problema do álcool era então considerado à parte do problema do açúcar. Entendia o Governo que a crise açucareira “poderia se repetir ou criaria um estado social instável nos campos agrícolas onde seria obrigada a restrição dos plantios”. Segundo o mesmo autor motivou-se daí, então, a opção pela transformação do excesso de matéria-prima em álcool anidro. Deste modo, o plantio da cana pode continuar crescendo.

Para Paixão (1994), o setor sucroalcooleiro figura entre as mais tradicionais e antigas indústrias não extrativas de manipulação e processamento da biomassa no Brasil. A cana-de-açúcar é, desde o período colonial, a cultura mais amplamente desenvolvida e o açúcar foi um produto de exportação básico para economia brasileira durante alguns séculos. Do século XVI ao século XVIII, esta atividade tinha absoluta preponderância sobre todas as outras atividades econômicas desenvolvidas no país.

Segundo Leite (1997), o emprego sistemático do álcool proveniente da cana-de-açúcar como combustível ocorreu já antes da segunda guerra mundial e até 1975 produzia-se álcool anidro para ser adicionado à gasolina. Embora neste período a participação do álcool como energético fosse insignificante, ganhava-se a experiência necessária para elevar seu papel no quadro energético nacional.

A produção brasileira foi crescente desde a criação do Instituto do Açúcar e do Álcool. Estimulado e disciplinado pelo IAA, o país foi tomando posição de destaque, notadamente na produção do açúcar. Os altos preços internacionais, nos anos de 1974 e 1975, contribuíram muito na comercialização internacional com liberação de cotas para usinas produtoras. Na safra de 1975/1976, o país atingiu a produção de 98 milhões de sacas de 60 quilos, com uma previsão inicial de 129 milhões de sacas. O principal motivo da redução de 23,1% foram as geadas e secas ocorridas na época. Nesse período, foi observada uma forte redução na produção de açúcar, na região canavieira centro-sul que começou a tomar posição de destaque e liderança na indústria açucareira brasileira. Na safra 1976/1977, a estimativa de produção de açúcar, no Brasil, foi de 130 milhões de sacas de 60 quilos, ou seja, 7.800.000 toneladas.

Com o advento da crise internacional do petróleo deflagrada em 1974, buscaram-se alternativas de fontes de energia, escolhendo-se o etanol, por ser considerado substituto adequado para a gasolina; por existirem no país indústrias com potencial para a produção de álcool em grande escala; pela facilidade de ampliação da área de cultivo da cana-de-açúcar, o principal substrato para a fermentação, e também, por ser fonte renovável de energia menos poluente que outros combustíveis.

Para estabelecer as bases e o desenvolvimento da produção de etanol em escala comercial, criou-se, com o apoio do governo, o Programa Nacional do Álcool (Proálcool), que se desenvolveu rapidamente, levando ao crescimento do setor sucroalcooleiro Vieira (1994 apud BATISTA, 2003).

A produção de etanol combustível pode se realizar de vários modos. Lamentavelmente a escolha ou “opção” tecnológica ocorre em função puramente dos interesses econômicos e políticos unicamente, ficando de fora os objetivos sociais e ambientais, não se levando em conta também as externalidades envolvidas no conjunto. Na época de implantação do Pró-Álcool a opção por usinas grandes

(120000 litros/dia ou seus múltiplos), não era apenas uma entre diversas possibilidades existentes (BUENO, 1981).

Práticas agrícolas monocultoras em grandes extensões de terra têm sido apontadas por movimentos sociais e ambientalistas como geradoras de desigualdades no campo, bem como um entrave à reprodução social de populações tradicionais.

A ausência de um ordenamento jurídico eficaz da estrutura fundiária brasileira, capaz de regular e limitar os usos das propriedades, associado à disponibilidade de mão-de-obra barata, tem contribuído para a expansão das monoculturas. Impactos sobre a agricultura familiar e mudanças no padrão de produção agrícola têm sido verificadas em regiões do estado de São Paulo que se especializaram na produção de cana-de-açúcar (CORTEZ, 2008).

Segundo Ortega (2004), o Pró-Álcool expandiu rapidamente o cultivo da cana em São Paulo, Minas Gerais, Paraná e Mato Grosso do Sul e ao fazer isso destruiu muitos sistemas rurais de policultura que produziam alimentos para o mercado interno. Os pequenos agricultores rurais foram deslocados mudando-se para as periferias das cidades junto com os trabalhadores rurais que trabalhavam nestas propriedades. Um êxodo rural importante e uma perda de infra-estrutura produtiva e reservas de mata nativa. Ainda segundo o professor Ortega as grandes usinas causam vários impactos ambientais.

O maior problema para o homem do campo, especialmente aquele inserido no conceito da agricultura familiar, é conseguir resolver a equação que causa uma das maiores preocupações, qual seja trabalhar dentro da chamada autosustentabilidade por meio da produção agrícola visivelmente depauperada e não causar impactos ambientais que cumulativamente vão se estabelecendo no nosso planeta.

3.2 CONSTRUÇÃO HISTÓRICA DA IDENTIDADE DOS DERIVADOS ARTESANAIS DA CANA-DE-AÇÚCAR

A estabilidade econômica do Brasil Colonial foi assegurada pela produção do açúcar, primeira indústria nacional, cuja tecnologia, até meados do século XVII, foi dominada por Portugal e suas colônias. De acordo com Jambeiro (1973), a principal

atividade dos engenhos era a fabricação do açúcar, destinado à exportação; como atividade secundária e para uso doméstico, produzia-se melado, a rapadura e a cachaça.

No final do século XIX, a cultura canavieira vivenciou uma fase de decadência, com as técnicas produtivas apresentando-se ultrapassadas perante os principais concorrentes do mercado externo: o açúcar de cana na América Central e o açúcar de beterraba na Europa. Em 1875, o governo interveio e autorizou a construção dos engenhos centrais, o que promoveu a industrialização do setor açucareiro e o aparecimento da usina (QUEDA, 1972).

O setor açucareiro não assimilou homogeneamente essas transformações e muitos engenhos não tiveram a oportunidade de acompanhar as inovações. Para Cairo (1924), os engenhos modernos requisitaram avultados capitais para sua instalação e seu custeio. Dos que não tiveram condições de acompanhar as inovações técnicas, alguns não conseguiram manter-se no setor; outros deixaram de produzir açúcar, dando continuidade à produção de cachaça, rapadura e melado, com o uso de práticas ultrapassadas. Dos engenhos que se modernizaram, transformando-se em usinas, alguns deram continuidade apenas à produção de cachaça.

As transformações do setor açucareiro tiveram repercussões sobre toda a estrutura da cadeia produtiva de derivados da cana-de-açúcar. A partir do momento em que se iniciou a implantação dos engenhos centrais e das usinas, o processamento da cachaça, rapadura e do melado se desvinculou da produção do açúcar, não acompanhou a dinâmica da inovação do setor açucareiro e permaneceu estruturado em torno das práticas tradicionais (COUTINHO, 2001).

Jambeiro (1973) ratifica que o IAA foi criado visando à proteção do complexo açucareiro nacional, que se encontrava desorganizado, em meio a uma crise de superprodução mundial do açúcar. Embora a legislação e as ações do IAA estivessem prioritariamente voltadas para o setor de produção do açúcar e do álcool, a intervenção estadual atingiu também os setores de produção da cachaça e rapadura, cujas atividades foram inibidoras pela legislação, de caráter regulador, proibitivo, punitivo e tributário.

A crise de produção artesanal de derivados de cana se estendeu nas décadas de 1970 e 1980, com vários pequenos produtores encerrando suas atividades. Foram muitas as dificuldades impostas ao setor do segmento artesanal, que ficou

deprimido pelo preconceito, pela falta de apoio governamental, pela alta carga tributária, e principalmente pela inadequação dos produtos às exigências do consumo moderno.

Produzir cachaça, rapadura, açúcar mascavo ou melado não era um bom negócio, e muitos produtores se mantinham no setor por não ter outras oportunidades profissionais e por tradição familiar. Os efeitos dessa crise são observados ainda hoje em muitas regiões produtoras, onde o setor se encontra descapitalizado e sem acesso ao crédito. Várias empresas estão com equipamentos sucateados e a comercialização dos produtos limita-se ao mercado local.

A partir da segunda metade da década de 1980, a produção artesanal da cachaça começou a tomar novo impulso, apoiando-se na tradição e na tecnologia para construir novos referenciais de qualidade. A nova ordem estabeleceu um processo de modernização, com repercussões positivas na qualidade, imagem e no mercado da bebida (COUTINHO, 2001).

O êxito da produção artesanal de cachaça favoreceu a reprodução de suas estratégias em outros segmentos de produção artesanal de cana-de-açúcar. Os setores de produção de rapadura, açúcar mascavo e melado também iniciaram um processo de modernização, investindo em tecnologia e trabalhando a apresentação do produto.

3.3 MICRODESTILARIAS E AGRICULTURA FAMILIAR

Um dos grandes desafios para o agricultor familiar é a geração da própria energia, mais especificamente a produção de combustível “limpo” consorciada com a produção de alimentos. Assim sendo, a cultura da cana de açúcar apresenta-se como uma das várias alternativas disponíveis ao homem do campo.

Com o passar dos anos desenvolveu-se uma diversidade de rotas tecnológicas para obtenção do etanol; tais como a rota amilácea, rota ligno-celulósica e a rota sacarina. Dessas a rota sacarina pode ser considerada a mais conveniente para o agricultor familiar visto que os processos envolvidos tornam-se mais fáceis de serem dominados.

A produção de cana de açúcar para produção de etanol, açúcar mascavo, rapadura, melado e a utilização dos subprodutos, apresenta outro contexto para

agricultura familiar a qual começa a resolver um dos problemas que afetam milhares de pequenos produtores rurais, qual seja gerar energia em forma de combustível associando a produção de alimentos.

Segundo Guimarães 2001, toda uma concepção nova de produção de álcool por meio de pequenos e médios produtores rurais representa importante inovação, tanto do ponto de vista tecnológico como dos resultados sociais proporcionados pela criação de grande número de postos de trabalho no campo.

Para Corsini (1981), as possibilidades de independência energética para as pequenas populações que trabalham de forma consorciada têm, nas mini-usinas, imensas possibilidades para a produção de até 20.000 litros por dia de etanol hidratado e que utilizam como matéria-prima a cana-de-açúcar e o sorgo sacarino, e representam desta forma a única alternativa viável para que seja implantado no país um programa de álcool com finalidades energéticas, de grande alcance nacional, a custos relativamente reduzidos e que proporcionaria um desenvolvimento em todos os níveis.

Ainda de forma consorciada pode-se viabilizar a produção de açúcar e melado e ainda trabalhar a utilização dos subprodutos que poderiam tranquilamente ser aproveitados e utilizados para alimentação animal como é o caso das pontas da cana que poderiam ser dadas para o gado; bem como o bagaço hidrolisado, além da sua utilização para geração de calor em caldeiras.

Outro problema a ser considerado é o vinhoto; contudo, já se sabe que esse subproduto poderia ser utilizado como fertilizante na fertirrigação, além de poder ser dado diretamente para o gado bovino e suíno.

As microdestilarias evitariam o surgimento de grandes plantações de cana-de-açúcar que, como é possível verificar através dos noticiários a propósito dos impactos sobre a concentração de terras; além de que esses pequenos empreendimentos eliminariam grande parte dos custos de transporte do álcool até os centros consumidores.

Em entrevista concedida, Gildo Bratz 2008, secretário da Cooperativa de Produtores de Cana de Porto Xavier (Coopercana), explicita que a possibilidade de produzir biocombustíveis representa uma oportunidade para a agricultura familiar ajudar a fortalecer políticas de soberania energética e alimentar na própria localidade onde estão inseridos, favorecendo a independência energética e contribuindo para aporte financeiro de tais famílias.

O planejamento de instalações pequenas integradas em rede de cooperativas poderia gerar um programa de auto-suficiência energética rentável ao produtor e ao país, com capacitação da mão-de-obra rural, auto-suficiência de alimentos e energia, melhor aproveitamento dos recursos disponíveis, uso intensivo de técnicas (agrícolas, pecuárias e florestais) mais racionais, diminuição notável da poluição no meio rural, etc. Neste caso, a tecnologia seria aplicada com viabilidade técnica, função social, rentabilidade econômica e sustentação ecológica (SACHS, 1988).

3.3.1 Modelos sóciopolíticos

O planejamento de uma destilaria de álcool pode determinar o futuro da região, pode-se pensar em uma relação de produção vinculada ao sistema social, conforme demonstrado nos Quadros 1 e 2.

As escalas de 4000 até 40.000 hectares permitem produzir álcool concentrado (99%) e eletricidade de forma eficiente com vapor a alta pressão. As escalas de 4 até 400 hectares apresentam atualmente limitações na produção de etanol absoluto permitindo apenas produzir álcool hidratado de 94% sem co-geração de eletricidade.

Assim, ter-se-ia somente a auto-suficiência de combustível líquido.

Modelo de organização social	Área da lavoura (há) e ton. de cana por dia (TCD)	Litros/dia de etanol e MegaWatt/ano de eletricidade
Modelo altamente concentrador	40.000 ha 5000 TC	5 000 000 l/dia ~730 000 MW/ano
Modelo com ajustes sócio-ambientais	4000 ha 500 TC	500 000 l/dia 73 000 MW/ano
Assentamentos rurais grandes	400 ha 50 TC	50 000 l/dia -
Assentamentos rurais médios	40 ha. 5 TC	5000 l/dia -
Assentamentos rurais pequenos	4 ha 0,5 TC	500 l/ dia -

Quadro 1- Escalas e modelos sóciopolíticos.
Fonte: Ortega, 2007.

Modalidade de organização	Lavoura	Outras características
Modelo altamente concentrador	Monocultura extensiva e agro-química	Terreno plano, mecanização
Modelo com ajustes sócio-ambientais	Monocultura orgânica e produção pecuária	Terreno plano, mecanização
Assentamentos rurais pequenos, médios e grandes (organizações comunitárias)	Policultura ecológica	Possibilidade de ter terreno ondulado, sem mecanização

Quadro 2 - Escalas e modelos tecnológicos.

Fonte: Ortega, 2007.

Neste sentido Hoffmann (1985) destaca que no aspecto de produção do álcool etílico existe uma consagrada diferenciação quanto à escala das unidades produtoras ou destilarias, como é representada na Tabela 1, sendo esta distinção mais ou menos arbitrária, sendo difícil dela retirar-se indicações de nível tecnológico empregado, rendimento, economicidade, etc. No entanto, tem sido bastante útil para estabelecimento de discussões sobre estes e outros aspectos como: geração de empregos, investimentos, problemas ecológicos e outros.

Tabela 1 - Classificação das Destilarias por volume de Produção.

Escala /Denominação	Capacidade de Produção (l/dia)
Macro	> 60.000
MIni	>5.000 e < 60.000
Micro	<5.000

Fonte: Hoffmann, 1985.

Para o mesmo autor, as microdestilarias têm fundamentada sua viabilidade em pontos como:

- simplicidade de operação;
- possibilidade de obtenção de matéria prima a custos menores;
- aproveitamento da infra-estrutura existente em propriedades agrícolas;

- aproveitamento de resíduos e integração de fontes energéticas alternativas;
- desenvolvimento de regiões fora do circuito açúcar e álcool com produção de um combustível estratégico;
- reativação de pequenas propriedades agrícolas, absorção da mão-de-obra e terras ociosas e a fixação do homem no campo.

3.4 HISTÓRICO DA DESTILAÇÃO

Os primeiros testemunhos escritos tratando da destilação são de origem grega. Hipócrates (465 a.C.) descreveu uma experiência de destilação em seu "Tratado dos fluídos". O médico Dioscóride (primeiro século d.C.) fala em seu trabalho "Matéria Médica" dos aparelhos de destilação, empregando o termo "ambica". Esta obra foi traduzida para várias línguas e inspirou a terapêutica até o fim do século XII. Mais tarde, entre os séculos II e o IV, outros sábios gregos Galien, Synesius e Zozime, anunciaram a obtenção de essências de flores e de plantas pela destilação. Destes, sobretudo o último, descreveu pela primeira vez o esquema de um alambique de três corpos (RASOVSKY, 1979).

O processo de destilação encontrou tempos de prosperidade na época em que a cultura árabe exerceu sua dominação. A alquitara, um ancestral do alambique encontrou utilização em certas regiões da Europa (constituída de apareceu no século IX). O médico persa Rhases descreveu em sua enciclopédia a destilação, utilizando-se de um aparelho denominado pelicano.

Outros sábios árabes Djabar, Avicenne, Averroes e Albucasis, descreveram, por sua vez, os procedimentos da destilação. Foi provavelmente a cultura árabe, dominando a Península Ibérica, que difundiu os conhecimentos da destilação nas várias regiões da Europa.

3.5 O PRODUTO ÁLCOOL

O álcool etílico é um dos mais antigos produtos de síntese orgânica utilizado pelo homem, como também um dos mais importantes é amplamente utilizado na indústria como solvente: na preparação de tintas de tintas, vernizes, perfumes e

essências; a servir de meio onde se produzem reações químicas; e em recristalizações (MORRISON, 1990).

As propriedades químicas de um álcool, ROH, são determinadas pelo grupo funcional – OH, o grupo químico hidroxilo (MORRISON, 1990).

Diversos são os tipos e qualidades do álcool como, por exemplo: álcool etílico, álcool metílico, álcool isobutílico, álcool propílico, Etc. Porém genericamente recebe o nome de álcool a espécie química denominada de álcool etílico ou etanol.

O álcool é composto formado por carbono, oxigênio e hidrogênio, com fórmula bruta C_2H_5OH derivado dos hidrocarbonetos pela substituição de um átomo de hidrogênio por uma hidroxila (MORRISON, 1990).

O Brasil vem se destacando, há algum tempo, como o maior produtor mundial de álcool. Para a safra 2008/09 a produção estimada está prevista em torno de 16,501 bilhões de litros (CARVALHO, 2008), seguida pela produção americana, com um total de mais de 11 bilhões de litros, juntos os dois países são responsáveis por quase 70 % da produção mundial, que no ano de 2003 atingiu a marca de mais de 32 bilhões de litros. A produção de álcool etílico anidro combustível (AEAC) responde por pouco mais da metade da produção brasileira, com o álcool hidratado corresponde à fração restante. A maior parte do álcool hidratado é também usada como combustível, denominado álcool etílico hidratado combustível (AEHC), mas uma parcela menor deste tipo de produto é produzida com maiores requisitos de qualidade tendo muitas aplicações na indústria química e também na indústria de alimentos, na forma de álcool neutro e extrafino, além de uma parcela em expansão utilizada para exportação. A grande concentração da produção nacional localiza-se na região Centro-Sul, chegando a aproximadamente a 85%, principalmente na Região Sudeste, sendo o restante localizado no Norte-Nordeste, especialmente na Região Nordeste.

Todos os produtos que se baseiam no álcool etílico, tais como AEAC, AEHC, álcoois especiais para aplicações nas indústrias de bebidas, farmacêuticas e afins, e a própria aguardente de cana, são obtidos a partir da concentração do vinho, denominação industrial do mosto açucarado da cana de açúcar após o processo fermentativo. A fermentação do mosto gera uma solução hidro-alcoólica, contendo teores de etanol normalmente situados em uma faixa compreendida entre 7,0 a 10°GL, além de uma grande variedade de outros componentes presentes em

quantidades muito pequenas, originados seja como componentes secundários do processo de fermentação sejam como resíduos do substrato do processo.

Os dois principais tipos de produtos alcoólicos industriais são os de uso combustível, isoladamente (AEHC) ou na forma de aditivo da gasolina (AEAC). Ambos têm padrões de qualidade bem estabelecidos, que podem ser observados no Quadro 3.

Característica	Unidade	Alcool anidro (AEAC)	Alcool hidratado (AEHC)
Aspecto	-	(2)	(2)
Cor	-	(3)	(4)
Acidez total, máx.	mg/L	30	
Condutividade elétrica, máx.	uS/m	500	
Massa específica a 20°C	kg/m ³	791,5 máx.	807,6 a 811,0
Teor alcoólico	^a INPM	99,3 mín.	92,6 a 93,8
Potencial hidrogeniônico (pH)	-	-	6,0 a 8,0
Resíduo por evaporação, máx. (6)	mg/100 mL	-	5
Teor de hidrocarbonetos, máx. (6)	%vol.	3,0	
Ion cloreto, máx. (6)	mg/kg	-	1,0
Teor de etanol, mín. (8)	%vol.	99,6	95,1
Ion sulfato, máx. (9)	mg/kg	-	4
Ferro, máx. (9)	mg/kg	-	5
Sódio, máx. (9)	mg/kg	-	2
Cobre, máx. (9) (10)	mg/kg	0,07	-

(1) Poderão ser utilizados como métodos alternativos para avaliação das características nos casos de importação do álcool, com exceção do método ASTM D4052, que poderá ser sempre utilizado como método alternativo para a determinação da massa específica.

(2) Límpido e isento de impurezas.

(3) Incolor antes da adição de corante, segundo especificação constante da Tabela II deste Regulamento Técnico, que deverá ser adicionado no teor de 15 mg/L proporcionando ao produto a cor laranja.

(4) Incolor.

(5) Aplicam-se na Importação, Distribuição e Revenda os seguintes limites para massa específica e teor alcoólico do AEHC: 805,0 a 811,0 e 92,6 a 94,7 respectivamente.

(6) Limite requerido na Importação, Distribuição e Revenda, não sendo exigida esta análise para emissão do Certificado da Qualidade pelos Produtores.

(7) Procedimento C e modificação constante na ASTM D4806.

(8) Requerido quando o álcool não for produzido por via fermentativa a partir da cana-de-açúcar ou em caso de dúvida quando da possibilidade de contaminação por outros tipos de álcool.

(9) O produtor deverá transcrever no Certificado da Qualidade o resultado obtido na última determinação quinzenal, conforme previsto no § 1º do Art.5º da presente Resolução.

(10) Deverá ser determinado no AEAC que tiver sido transportado ou produzido em local que possua equipamentos ou linhas de cobre, ou ligas que contenham este metal.

Quadro 3 - Especificação do AEHC e AEAC

Fonte: Resolução da ANP Nº 36/2005, 2005.

3.5.1 Classificação do álcool

O álcool pode ser classificado de acordo com o seu grau, ou seja, o teor em álcool 100% na mistura álcool-água, podendo ser álcool bruto, álcool retificado e álcool desidratado (RASOVISKY, 1979).

Álcool bruto: é aquele produzido a partir da extração do álcool contido no mosto fermentado junto com as suas impurezas voláteis. O álcool bruto, fraco ou flegma possui graduação alcoólica de 50°GL – 94°GL (Gay-Lussac).

Álcool retificado: é o álcool em que foi eliminado o chamado álcool fraco ou flegma assim como todas as impurezas e concentrado até 96°GL (Gay-Lussac);

Álcool desidratado: é o álcool em que a parcela de água contida no álcool retificado, que não se consegue separar pelo fracionamento, é eliminada produzindo assim um álcool desidratado ou absoluto apropriado para mistura com carburantes, tendo graduação mínima de 99,95°GL (Gay-Lussac).

3.6 ESTRUTURAÇÃO DO PROCESSO PRODUTIVO

No Brasil, o etanol é produzido principalmente da cana-de-açúcar, também desta gramínea podem ser extraídos diversos subprodutos. A produção de álcool etílico pode ser viabilizada em microdestilarias, tendo em vista a produção em pequena escala. Na seqüência descrevem-se as fases para produção de etanol em pequena escala.

Recebimento da cana-de-açúcar: a cana é transportada até a microdestilaria utilizando-se carreta de boi, micro trator ou outra forma.

Moagem: é a operação de extração do caldo existente nos colmos da cana-de-açúcar. Em termos aproximados, essa matéria-prima possui 85% a 92% de caldo e 8% a 15% de fibras, dependendo da variedade, clima, solo e outros fatores. Na cana madura, o caldo contém 75% a 82% de água e aproximadamente 18% a 25% de açúcares, sendo 16% a 23% de sacarose e um pouco menos de 2% de glicose e frutose. Nas fábricas artesanais, utilizam-se geralmente moendas de apenas três rolos para prensagem da cana (PAYNE, 1989).

Existem alguns equipamentos adaptados que permitem que a moagem seja realizada diretamente na lavoura, transportando-se somente o caldo para fermentação.

Ponta da Cana, bagaço e bagacilho: Normalmente utilizam-se as pontas de cana para alimentação animal especialmente os bovinos o bagaço pode ser hidrolisado tornando-se mais palatável ao gado.

Após a moagem o caldo da cana passa pelo decantador, este equipamento possui cinco estágios para que a garapa fique isenta do maior número de impurezas, que poderiam comprometer a fermentação.

Preparo do Mosto: após a garapa passar pelo decantador o caldo é recolhido em uma dorna, chamada dorna de diluição, onde o caldo é preparado. Segundo Josimo (2008), devem-se medir os sólidos totais (°Brix) do caldo com a ajuda de um densímetro sacarímetro. O objetivo desta medição é ajustar o caldo para que a fermentação ocorra sem contaminação e não prejudique a levedura que será adicionada.

Fermentação: o caldo de cana ajustado para proporcionar melhor fermentação e enviado as dornas de fermentação. A fermentação é realizada pela adição de fermento específico, normalmente utiliza-se a levedura *Saccharomyces cerevisiae*, o controle de temperatura neste estágio torna-se importante visto que a mesma não deve ultrapassar 35°C, pois prejudicaria a transformação da sacarose presente no caldo da cana em etanol.

Vinho: quando o mosto atingir (zero) °Brix é porque houve toda transformação em etanol do açúcar presente no mosto, deixa-se em repouso em torno de 4 horas para que todo o fermento seja decantado na dorna, formando então o chamado pé de cuba. A partir deste momento este vinho está apto a ser transferido para outra dorna denominada dorna volante, estando o vinho pronto para destilação.

Destilação: com o vinho estando na dorna volante, o mesmo pode ser transferido para o destilador onde que por intermédio de aquecimento a fogo direto, ou indiretamente por vapor, ocorrerá a separação do álcool presente na Mistura.

Vinhoto: é o resíduo que sobra da destilação, frequentemente este produto é devolvido para lavoura para fertirrigação ou também poderá ser utilizado como complemento para alimentação de porcos e bovinos. Na Figura 1 é possível visualizar o fluxograma da produção de álcool etílico.

Os biodigestores consistem basicamente numa câmara de fermentação, onde é processada a biodigestão da matéria orgânica, numa campânula que armazena o gás produzido ou, simplesmente, numa saída para esse gás, numa entrada do substrato a ser fermentado e numa saída para o efluente produzido pelo processo. É uma tecnologia simples, cuja principal preocupação é a manutenção das propriedades fermentativas da biomassa bacteriana. São muitos os modelos de

biodigestores, alguns com importantes detalhes construtivos, que dependem do tipo de aplicação a que são destinados e, também, do nível tecnológico disponível. Eles visam satisfazer determinadas demandas específicas para cada caso, como, por exemplo, o saneamento, o atendimento de uma demanda energética e a utilização do material biodegradado como fertilizante. O biodigestor deve ser concebido com o objetivo de proporcionar essas vantagens citadas, embora seja reconhecidamente difícil atender as três de forma integrada e otimizada (LETTINGA, 1991).

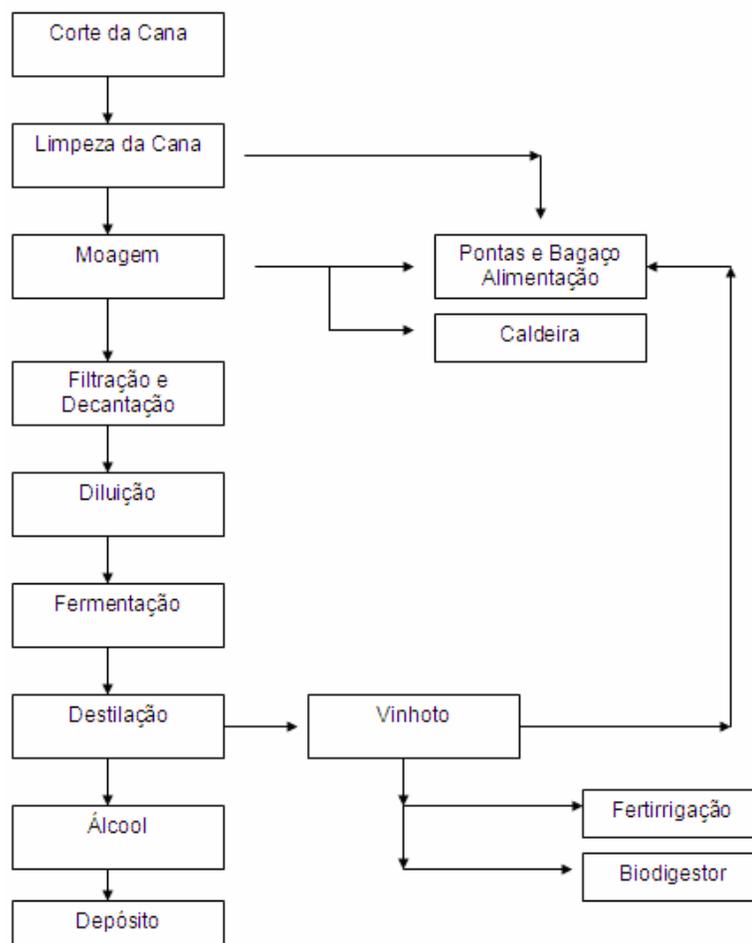


Figura 1 - Fluxograma de Processo produção do álcool hidratado
Fonte: Adaptado de Carioca, 1984

3.7 MATÉRIAS-PRIMAS PARA OBTENÇÃO DE ETANOL E CONSEQUÊNCIAS SOBRE O PROCESSO

Um dos fatores que torna a produção de etanol por fermentação a forma mais econômica de sua obtenção é o grande número de matérias primas naturais existentes no Brasil. Desta forma sua privilegiada distribuição geográfica, que encerra diversos climas e tipos de solos, permite a produção em quase todo o território e durante todo o ano. Qualquer matéria que contenha açúcar ou outro carboidrato constitui-se em matéria-prima potencial para a obtenção de etanol (LIMA et al. 2001).

Existem várias maneiras de classificar as matérias-primas para a produção de etanol, mas qualquer dos critérios que se adote deixa algo a desejar. Pode-se classificá-las em matérias açucaradas, agrupando a cana, a beterraba açucareira, sorgo sacarino, milho sacarino, melaços, mel de abelhas e frutas; em matérias amiláceas e feculentas, agrupando grãos amiláceos, raízes e tubérculos feculentos como mandioca, batata doce, babaçu; e em matérias celulósicas, incluindo as palhas, as madeiras, os resíduos agrícolas e os resíduos sulfiticos de fábricas de papel (STUPIELLO, 1980).

Segundo Stupiello (1980) ainda que todo produto que contenha carboidratos transformáveis em álcool - sacarose, glicose, frutose, amido, celulose, etc. – possa ser considerada matéria-prima para fermentação alcoólica, é imprescindível considerações sobre os seguintes pontos:

- custo aquisitivo da matéria-prima;
- facilidade de transformação;
- rendimento em álcool; disponibilidade e;
- possibilidade de expansão;

Dentre as matérias açucaradas costuma-se distinguir as diretamente fermentescíveis e as não diretamente fermentescíveis. As primeiras são as que contêm monossacarídeos e se limitam aos sucos de frutas. Sua importância reside na produção de álcool em bebidas como o vinho e a cidra. Já as não diretamente fermentáveis são as que contêm dissacarídeos, que fermentam após uma hidrólise, a qual se dá o nome de inversão, e que se realiza naturalmente por ação da invertase, enzima produzida pelo agente de fermentação. O dissacarídeo sacarose é

o representante mais importante dos componentes da cana de açúcar e dos melaços (LIMA et al., 2001).

A disponibilidade e forma dos açúcares são importantes já no processo de transporte para o interior da célula fermentativa de *Saccharomyces*. Alguns açúcares já podem ser indisponíveis para a fermentação a partir desta etapa, como é o caso da lactose, que não é fermentescível por *Saccharomyces* devido à restrição no sistema de transporte, hidrólise e metabolismo da galactose. (HOUGH, 1995 apud SANTANA, 2007, p. 11)

O sistema de transporte de açúcares (mono e dissacarídeos) através da membrana celular pode ser entendido na Figura 2 a seguir:

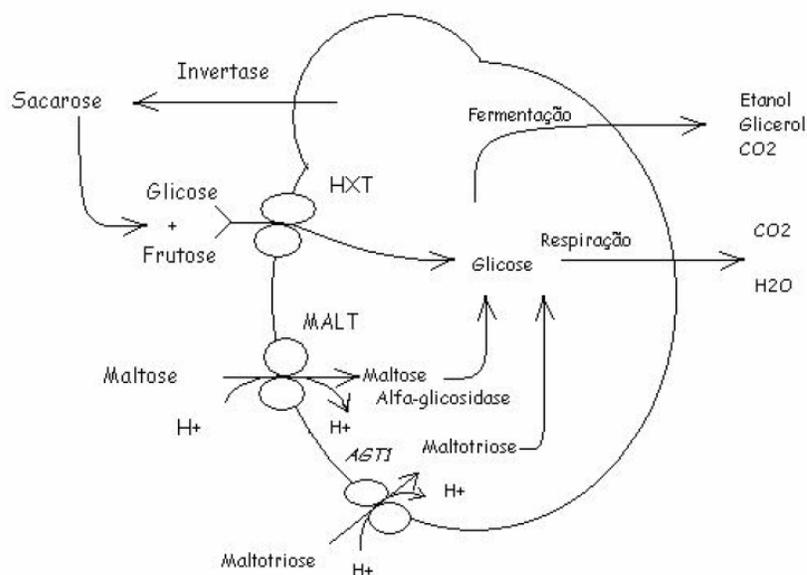


Figura 2 - Transporte de açúcares através da membrana celular da levedura
Fonte: Zastrow e Stambuk, 2000.

O transporte dos açúcares através da membrana é dependente de transportadores específicos para cada tipo de açúcar. Estes transportadores são a permeases, que são proteínas transportadoras codificadas por genes específicos (ZASTROW e STAMBUK, 2000).

Processos alternativos, como a utilização de madeira e dos resíduos desta para se formar carboidratos solúveis, foram praticados na Alemanha, durante a segunda guerra mundial. Neste processo, havia inicialmente a produção de

açúcares por hidrólise ácida, que eram posteriormente, fermentados pela levedura. O produto final era empregado como alimento ou suplemento alimentício (MENEZES, 1982).

A massa de materiais celulósicos disponível é considerável, mas ainda não oferece ao país condições econômicas para a produção de etanol. O processo de hidrólise, necessário para sacarificar a celulose é complexo, e o teor de açúcares fermentescíveis a ser obtido é inferior ao encontrado nas matérias-primas sacarinas (LIMA et al., 2001). Entretanto, esta via tem sido bastante pesquisada atualmente no Brasil e no exterior.

3.7.1 Produção de AEHC através de outras fontes amiláceas

Nos países em que não há produção de cana-de-açúcar, outras matérias-primas são utilizadas na produção de álcool etílico e de bebidas alcoólicas. As mais utilizadas são as frutas e os cereais.

Outras matérias-prima começam a serem utilizadas, mesmo aquelas não diretamente fermentescíveis como os cereais. Atualmente os cereais são amplamente utilizados na produção de algumas bebidas alcoólicas, como a cerveja, o uísque, saquê, dentre os quais podemos citar: o milho, a cevada, o trigo, o centeio, entre outros como descreve (COLE, V.; NOBLE, A. C. (1995 apud Braga, 2006, p. 19).

O milho é bastante utilizado em virtude de seu alto teor de amido, e é produzido em grande escala nos Estados Unidos, representando a matéria-prima básica para a produção de uísque e outras bebidas. O álcool de milho é um produto de alta qualidade, próprio para a produção de bebidas finas, setor em que seu emprego pode ser largamente ampliado. Neste caso a utilização da rota amilácea se faz presente para que o amido presente no milho possa ser processado. Quando colhido apresenta uma composição média de: 10,93% de umidade, 9,88% de proteína, 4,17% de matéria graxa, 71,95% de carboidratos, 1,71% de fibras e 1,36% de matéria mineral, além de vitaminas e outros elementos nutritivos (TEIXEIRA, 1966 apud BRAGA, 2006, p. 19).

Os cereais apresentam a vantagem de poderem ser armazenados, e quando armazenados de forma correta não há melhoria na qualidade do grão, mas a

manutenção da mesma (CARIOCA, 1984); assim, as características e qualidade do grão são mantidas, possibilitando a produção de bebidas utilizando a mesma matéria-prima durante todo o ano e não apenas durante os meses de safra, como ocorre com a cana-de-açúcar, variando a qualidade em função do estágio de maturação, da variedade, das condições edafoclimáticas, entre outras.

3.8 O PROCESSO INDUSTRIAL PARA OBTENÇÃO DO ETANOL

O etanol pode ser obtido por duas maneiras gerais, seja por síntese química ou por via biológica ou fermentativa.

A via destilatória é outra forma de se obter etanol a partir de fermentações de resíduos semi-sólidos vinícolas, porém não tem significado econômico no Brasil, a não ser em algumas regiões vinícolas, para o controle de preço de determinadas tipos de vinhos de mesa.

Nos países em que há grandes reservas de petróleo e indústria petroquímica avançada, a obtenção do álcool é realizada através da via sintética a partir de hidrocarbonetos não saturados, como o eteno e o etino, e de gases de petróleo e de hulha.

A via fermentativa é a maneira mais importante para a produção de álcool etílico no Brasil. Mesmo que se venha a ter disponibilidade de derivados de petróleo que permitam a produção de álcool de síntese, a via fermentativa ainda será de grande importância para a produção de álcool potável, sob a forma de aguardentes (LIMA et al., 2001).

No país, podem-se considerar dois tipos de destilarias de álcool as anexas e as autônomas. As primeiras são parte integrante de uma usina de açúcar, podendo utilizar o caldo ou méis e as segundas são independentes, com matéria prima própria (CAMPOS, 1980).

3.9 EQUIPAMENTOS PARA DESTILAÇÃO EM MULTIESTÁGIOS

Para ser eficaz como agente separador, cada estágio deve promover uma rápida mistura das fases que a ele são alimentadas, de forma a maximizar a cinética de migração dos componentes de uma fase para a outra. Em adição, o estágio

também deve promover uma rápida separação das fases resultantes de forma tão eficiente quanto possível, e transporta-las para os estágios adjacentes, de modo a continuar a operação de separação.

O dispositivo a ser utilizado para a mistura e separação destas fases, por razões econômicas, deve ser, sempre que possível, o mais simples possível e depende das propriedades físicas das próprias fases. No caso da destilação, em que uma das fases é um vapor e a outra um líquido, a grande diferença entre as densidades faz com que o efeito da gravidade seja um importante fator. Como o líquido é muito mais pesado do que o vapor, a tendência do primeiro é escoar no sentido para baixo, enquanto o vapor é empurrado no sentido oposto, ou seja, para cima devido à diferença de pressão mantida por uma caldeira ou refulvedor. Sendo assim, a questão da direção do escoamento líquido-vapor induz à especificação de um separador do tipo coluna vertical, por esta não apresentar a necessidade de utilização de bombas para impulsionar as fases no seu interior.

Outra observação importante é a de que a grande diferença entre as densidades do líquido e do vapor também faz com que a separação dessas fases seja relativamente fácil. As duas fases podem ser misturadas pelo borbulhamento ascendente do vapor no líquido presente nas bandejas ou pratos adaptados no corpo da coluna. As bolhas de vapor se separam do líquido formando uma fase gasosa contínua logo que atingem a superfície do líquido. Cada prato representa um estágio, e os estágios são construídos em uma coluna vertical, de modo que o líquido possa fluir descendente por gravidade, de prato para prato, enquanto o vapor escoar para cima devido à diferença de pressão mantida pelo refulvedor.

De modo geral, o líquido escoar descendente no interior da coluna e, ao atingir a base desta é vaporizado pela ação de uma caldeira, que produz a diferença de pressão necessária para que o vapor formado consiga ascender pela coluna. O vapor produzido na caldeira ascende através da coluna e, ao entrar em contato com o líquido descendente nos pratos, produz uma troca de calor e massa; onde o líquido é parcialmente vaporizado enquanto o vapor é parcialmente condensado, passando o componente mais volátil para fase vapor enquanto o componente menos volátil é progressivamente acumulado na fase líquida. O vapor que atinge o topo da coluna é condensado e o líquido formado pode então descer pela coluna produzindo o efeito de transferência de calor e massa desejados.

Assim, conforme se movimenta para cima no interior da coluna o vapor vai se tornando cada vez mais rico no componente mais volátil, enquanto o líquido vai se tornando cada vez mais concentrado no componente menos volátil conforme se aproxima da base da coluna. Uma parte do efluente da caldeira ou do líquido que se alimenta é retirada da coluna como produto de fundo e uma porção do líquido do condensado no condensador é retirada como produto de topo da coluna.

A Figura 3 apresenta uma vista esquemática do escoamento líquido-vapor no interior de uma coluna de destilação com multiestágios. O escoamento do gás está indicado pelas setas finas enquanto o do líquido é destacado pelas setas cheias. Os borbulhadores dispersam o gás no líquido e são projetados para minimizar o vazamento de líquido pelos canais de escoamento do gás. O fluxo líquido vapor é cruzado, proporcionando um bom contato entre as fases.

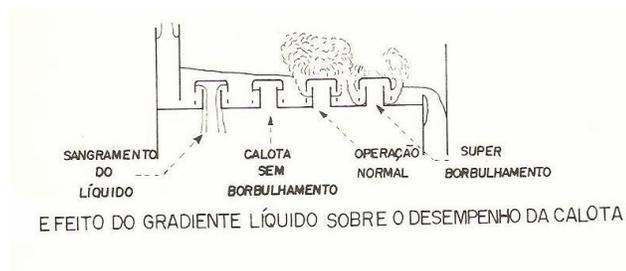
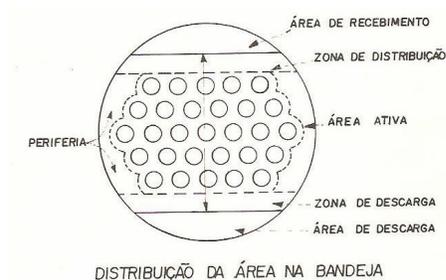


Figura 3 - Esquema do escoamento e direção do fluxo dos fluídos em pratos e nas colunas de destilação
Fonte: Carioca, 1984.

Ao longo dos anos, foram concebidos diversos tipos de pratos, mas os mais utilizados são pratos com borbulhadores e os pratos perfurados, uma vez que permite um melhor controle do gotejamento de líquido do prato superior para o inferior, um efeito indesejável que diminui a eficiência da coluna. O borbulhador é projetado para dispersar a fase em bolhas pequenas no interior do líquido e também,

como já foi citado, para impedir que o líquido proporcione o gotejamento sobre o prato inferior devido a destilação com baixas velocidades de vapor (colunas que geralmente operam com pequenas cargas). Existem borbulhadores de diversas formas e tamanhos, projetados para usos muito específicos. A Figura 4 apresenta um borbulhador típico desmontado. O duto, que aparece na parte inferior da figura chama-se chaminé e é soldada na chapa que compõe o prato e o gás flui através dele, ao lado é possível visualizar o downcomer ou ladrão, orifício por onde escoar o líquido menos volátil.

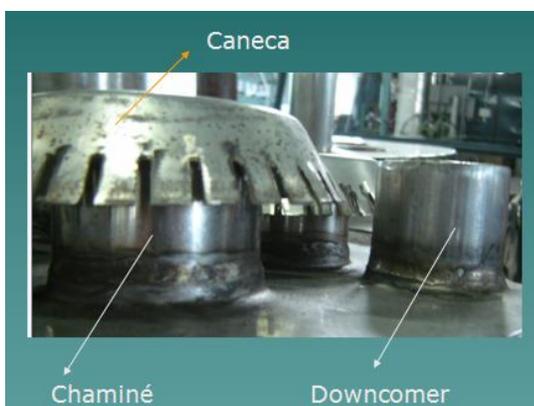


Figura 4 - Detalhe de um borbulhador de uma coluna de destilação
Fonte: O Autor

3.10 DESTILAÇÃO CONTÍNUA

O objeto de estudo deste trabalho são as colunas em processo de destilação em batelada, mas existem equipamentos para processamento em processo contínuo, dos quais será feita breve descrição deste processo, como segue.

A destilação no sistema contínuo realiza-se em colunas de destilação fazendo-se a alimentação contínua do aparelho com vinho, retirando-se continuamente a vinhaça na base e o destilado no topo.

A separação dos componentes secundários, que se constituem de todas as substâncias que não é etanol, faz-se pelo topo do aparelho, pela base ou lateralmente em alturas determinadas segundo a natureza das impurezas.

As colunas de destilação constituem-se de gomos cilíndricos superpostos, contendo seções transversais as quais se dá o nome de bandejas ou pratos.

Os gomos e as bandejas superpostos caracterizam-se como que uma série de aparelhos de destilação simples.

O aquecimento das colunas faz-se na base, por meio de vapor d'água, por injeção, por serpentina ou por trocadores de calor, também chamados de refervedores.

Desta forma o aquecimento das bandejas faz-se pelo calor dos vapores que ascendem na coluna. Os vapores emitidos por uma mistura de etanol-água são mais ricos do que o líquido gerador. Esses vapores condensando-se no prato imediatamente superior enriquecem o líquido aí existente e aquecem-no à ebulição, gerando vapores mais ricos, e assim por diante. A temperatura na coluna decresce da base para o topo, ao mesmo tempo em que o teor alcoólico aumenta da base para o topo do aparelho.

Os vapores que saem na parte superior da coluna dirigem-se para o condensador, onde passam para a fase líquida. Desse líquido, retorna-se uma parte á cabeça da coluna e envia-se o restante a um refrigerador e, daí, para fora do circuito. A retro graduação, ou refluxo auxilia a manutenção de vapores ricos na cabeça da coluna.

A alimentação da coluna de destilação é realizada pelo topo, sendo que os vapores que ali estão presentes não são muito concentrados e a coluna chama-se de baixo grau. Se a alimentação for realizada pela altura média do aparelho, divide-se a coluna em dois troncos: um de esgotamento, abaixo da alimentação e outro de concentração, acima da alimentação. A coluna chama-se de alto grau, os vapores são mais ricos em etanol, e geralmente mais puros.

Numa coluna de destilação, a graduação alcoólica maior ou menor obtém-se em função do número de pratos superpostos. Um número maior eleva mais a graduação alcoólica dos vapores.

Numa coluna de baixo grau, emitem-se vapores de graduação alcoólica relativamente baixa e, normalmente, recolhem-se depois de condensados, sob a forma de mistura com as impurezas voláteis de cabeça. As impurezas de cauda eliminam-se parcialmente na vinhaça, pela base.

Nas colunas de alto grau, normalmente se retiram os produtos de cabeça do condensador deflegmador e o destilado, ou flegma, parcialmente purificado, retira-se lateralmente, do tronco de concentração. As impurezas de cauda eliminam-se parcialmente nas vinhaças.

Da destilação dos vinhos, obtém-se o flegma, que é um líquido alcoólico mais rico do que o líquido que o originou, mas em estado impuro. A retificação é a operação pela qual se separa o álcool das impurezas que o acompanham no flegma. Frequentemente confunde-se retificação com concentração porque, durante a retificação, normalmente trabalha-se com flegma de concentração relativamente baixa que, durante a operação, aumenta a graduação alcoólica até o máximo, ao mesmo tempo em que se purifica.

As impurezas voláteis constituem-se daquelas substâncias que, embora em pequena proporção percentual, causam grande efeito, comunicando características tais que o álcool não se presta à fabricação de licores, perfumes e outros usos industriais.

As substâncias impurificantes têm ponto de ebulição mais alto ou mais baixo que o do etanol e, segundo essa característica, separam-se como produtos de cabeça ou de cauda.

O ponto de ebulição não é, entretanto, condição suficiente para a separação por destilação fracionada porque se formam, nos aparelhos de destilação, misturas azeotrópicas com a água e o etanol e entre as próprias impurezas, de forma que produtos de ponto de ebulição mais alto podem vir a se constituir em produtos de cabeça.

Segundo alguns autores, a separação das impurezas depende da solubilidade no álcool concentrado e quente, produzindo-se maior quantidade de impurezas no destilado quando a impureza é pouco solúvel. A solubilidade será maior quanto menor for a concentração de etanol.

Considera-se uma impureza de cabeça ou de cauda, relacionando o coeficiente de solubilidade da substância à percentagem de álcool puro no líquido ou nos vapores.

Assim sendo, quando a impureza existir em proporção superior a um em relação ao álcool absoluto (100% de etanol), na mistura, será de cabeça; se inferior à unidade, será de cauda e, quando for ora superior e ora inferior, será ora de cabeça e ora de cauda. Não se consegue fazer purificação completa do álcool pela retificação. Pela Figura 5 é possível verificar as partes do sistema.

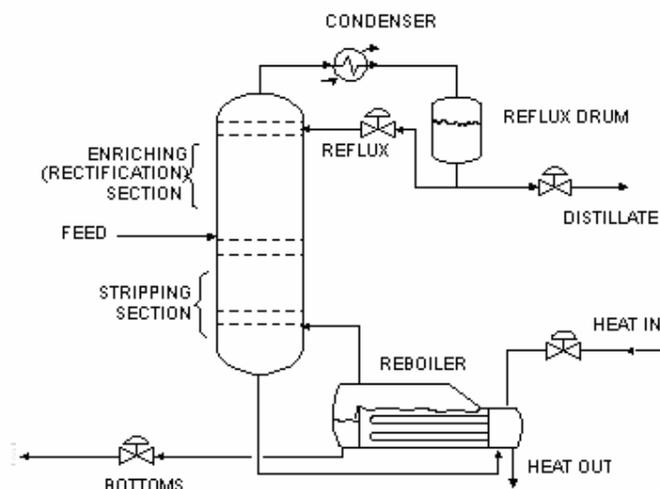


Figura 5 - Esquema de uma coluna de destilação em sistema contínuo
 Fonte: Than, 1997.

3.11 BALANÇO DE MATERIAIS EM COLUNAS DE DESTILAÇÃO

O balanço de massas e de energia é um método utilizado para avaliação ou especificação do desempenho de colunas de destilação. Para obtenção de dados mais precisos e rigorosos referente à entalpia da mistura e sua composição, dados de temperatura e de pressão, são necessários modelos matemáticos e termodinâmicos aprimorados. Normalmente para estudos menos apurados e com relativa acurácia algumas simplificações são consideradas, para Damasceno (2008), dentre elas podem ser citadas as seguintes:

- I) normalmente as misturas em análise são consideradas como binárias, ou seja, em sua composição há especialmente água e etanol, desconsiderando-se os demais constituintes;
- II) não são levadas em considerações as perdas térmicas existentes no conjunto da coluna;
- III) o calor molar de vaporização das misturas etanol-água independe da composição, mantendo-se com pressão constante;
- IV) as correntes nos pratos estão em equilíbrio líquido-vapor, fazendo com que os vapores que chegam aos pratos superiores sempre tenham contato íntimo e alcancem o equilíbrio termodinâmico.

Analisando-se a terceira hipótese, pode-se inferir que, num ponto qualquer da coluna (chamado de prato teórico ou simplesmente prato), a quantidade de calor

cedida pelo vapor para vaporizar o líquido é idêntica à que necessita ser removida deste para que seja condensada igual quantidade. Tal fenômeno é chamado de vaporização equimolar. Pode-se concluir que, nessas condições, a coluna de destilação opera com taxas molares constantes de líquido e de vapor, tornando desnecessário, em princípio, o conhecimento da entalpia da mistura em função da composição, temperatura e pressão. Assim, é possível avaliar o desempenho de colunas de destilação levando-se em conta apenas balanços materiais nos pratos e no sistema como um todo. Essa metodologia é conhecida pelo nome de “Método de McCabe-Thiele (TREYBAL, 1980).

Para os equacionamentos seguintes serão apresentados os símbolos:

- As frações de etanol no líquido e no vapor serão representadas, respectivamente pelas letras “x” e “Y”.

- As vazões molares de líquido e do vapor serão representadas, respectivamente, pelas letras “L” e “V”.

- Os “pratos teóricos” receberão numeração crescente do topo para a base da coluna. Sendo assim, o prato mais alto é representado pelo número 1 e o mais baixo pela letra n.

- As vazões de líquido e de vapor receberão como índice o número do prato teórico do qual saíram, ou seja, Y_n é a composição do vapor que deixa o prato 1, x_{n-1} é a composição do líquido que deixa o prato n-1, e assim sucessivamente.

3.12 ALGUNS ASPECTOS DA DESTILAÇÃO DE SOLUÇÕES HIDROALCOÓLICAS

Os álcoois de cadeia carbônica curta, como etanol e principalmente metanol, são mais voláteis que a água, basicamente como consequência de apresentarem valores elevados de pressão de vapor nas condições de operação dos equipamentos de destilação. O mesmo acontecendo com aldeídos, como o acetaldeído. Tais compostos tendem a se concentrar na fase vapor dos equipamentos. Além destes, outros componentes de cadeia carbônica mais longa, como butanol, isobutanol, álcoois amílico e isoamílico, apresentam valores de pressão de vapor menores que os valores correspondentes para a água; no entanto, em soluções aquosas diluídas tais componentes tendem a apresentar boa

volatilidade, como resultado de seus coeficientes de atividade bem maiores do que a unidade. Sendo assim, a volatilidade de cada um dos componentes de uma mistura pode ser calculada pelas equações de equilíbrio de fases líquido-vapor fornecidas abaixo:

$$y_i \cdot P = \gamma_i \cdot x_i \cdot P_i^{vp}$$

$$\alpha_{i/j} = (y_i/x_i) / (y_j/x_j) = (\gamma_i \cdot (P_i)^{vp}) / (\gamma_j \cdot (P_j)^{vp})$$

Nesta fórmula, y_i e x_i representam as concentrações do componente i nas fases líquida e vapor, respectivamente, os dois índices são expressos em fração molar; P indica a pressão de operação do equipamento, P_i^{vp} a pressão de vapor do componente i na temperatura T do sistema, γ_i representa o coeficiente de atividade do composto i na mistura, e $\alpha_{i/j}$ a volatilidade relativa do composto i em relação a outro componente da mistura, denominado de composto j .

No caso da destilação do vinho, o principal objetivo é concentrar etanol até os valores exigidos pela legislação. Para o caso em estudo, a volatilidade relativa relevante é aquela calculada para o composto etanol em relação à água, $\alpha_{\text{etanol/água}}$, a qual sofre variações muito grandes em função de mudanças do teor de etanol na fase líquida, mudanças que normalmente ocorrem no interior dos equipamentos de destilação empregados. O diagrama da Figura 6, que representa a curva de equilíbrio etanol-água, permite analisar as mudanças da volatilidade relativa com as mudanças de concentração da fase líquida.

Nesta curva, os valores de volatilidade relativa $\alpha_{\text{etanol/água}}$ variam de números muito elevados, em torno de 11, os quais ocorrem para soluções diluídas de álcool em água, até valores próximos à unidade, à medida que a mistura se aproxima da concentração azeotrópica (0,895 em fração molar de etanol). Deve-se notar que na região diluída a curva de equilíbrio se distancia bastante da diagonal ($y = x$), indicando que nestas condições etanol é bem mais volátil que a água, sendo relativamente fácil separá-los por destilação.

O aumento do teor alcoólico das misturas diminui gradativamente a volatilidade relativa do etanol, com seu valor chegando próximo a 1,1 para soluções com teores alcoólicos em torno e 0,84 em fração molar (93,1% em massa), o que o

torna muito difícil a concentração adicional da mistura por destilação convencional. Na concentração azeotrópica da mistura a volatilidade relativa $\alpha_{\text{etanol}/\text{água}}$ iguala-se a 1 e o teor de etanol é exatamente igual nas fases líquida e vapor, tornando inviável a separação adicional da mistura por destilação convencional.

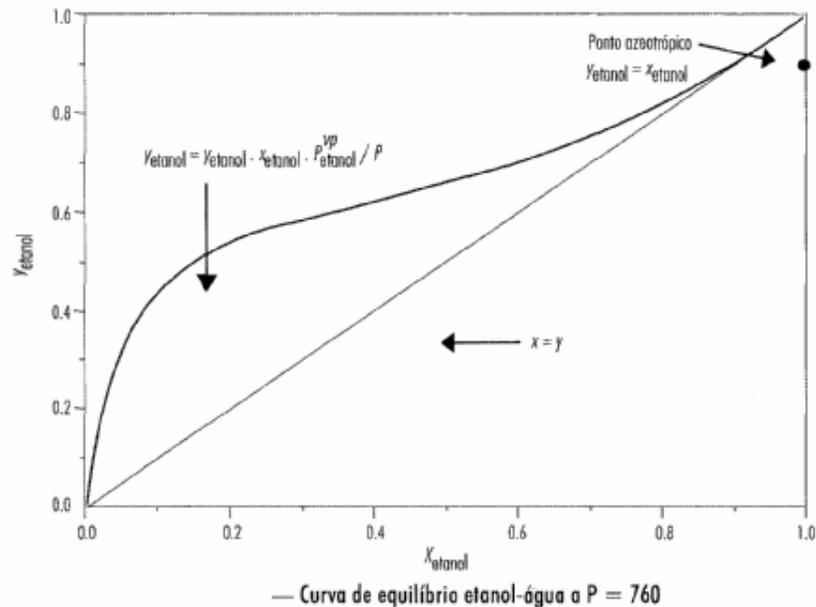


Figura 6 - Curva de Equilíbrio Etanol-Água a P= 760mmHg
 Fonte: CORTEZ, LORA, GÓMEZ, 2008.

A separação por destilação pode ser realizada de diversos modos, uns mais simples, outros mais complexos, dependendo do tipo de mistura que se deseja separar e do grau de separação adequado. Desse modo, a destilação pode classificar-se em função do número de componentes envolvidos: binária e multicomponente, e pode realizar-se num único estágio (destilação de equilíbrio) ou em múltiplos estágios (diferencial, em colunas de recheio, ou incremental, em colunas de prato). É, ainda, realizada a altíssimos vácuos (destilação molecular), vácuos moderados (destilação á vácuo), a pressão ambiente, a pressões moderadas, e a pressões altas e altíssimas.

3.13 DESTILAÇÃO DESCONTÍNUA (BATELADA)

Embora as colunas de destilação em processo de batelada sejam governadas pelos mesmos princípios de equilíbrio líquido-vapor, hidráulico dos pratos e dinâmica

das colunas contínuas, a destilação em processo de batelada apresenta um comportamento intrinsecamente transiente, uma vez que não existe alimentação contínua da mesma. Devido a este comportamento transitório, a operação deste sistema apresenta algumas variáveis e, conseqüentemente, diversas maneiras para condição de operação.

A operação de uma coluna de destilação em processo de batelada pode ser dividida basicamente em duas etapas bem distintas. A primeira (partida ou “*start-up*”) consiste na carga da mistura no depósito, ou cuba, e no aquecimento da mesma em refluxo total até que um estado estacionário seja atingido, no qual os perfis de temperatura e composição estejam estabelecidos (PEDROSA, 2008).

A separação dos componentes pela destilação descontínua parte do princípio da evaporação de uma carga do mosto fermentado, vinho, até o seu total esgotamento, cessando com isso o processo que tem que ser repetido de novo, desde o início.

Os vapores que se desprendem do vinho, contido na parte baixa do alambique, chamada caldeira ou curcubita, não são os mesmos durante todo o processo, começando primeiro a evaporar os mais voláteis, chamados álcoois de cabeça ou aldeídos, seguidos pelos de álcool etílico, produto desejado e também chamado de coração, terminando com os produtos pesados, como álcoois de mau gosto, cauda, e óleo fúsel.

Uma vez terminado esse ciclo, o resíduo líquido que contém as substâncias não voláteis, chamado de vinhoto, restilo, vinhaça etc, é descarregado do alambique, ficando ele pronto para receber nova carga e repetir o processo (RASOVSKY, 1979).

As colunas de destilação, na sua quase totalidade, são construídas em gomos, aparafusadas por meio de flanges. Cada gomo leva no meio da sua altura uma só bandeja fixa. Na ligação dos gomos entre si, encontra-se entre os flanges uma bandeja chamada solta, que no caso da desmontagem da coluna para limpeza, pode-se facilmente proceder a retirada. Esta execução permite o acesso livre a ambos os lados das bandejas, sendo que a altura da parte interna do gomo mede aproximadamente 300 mm, o acesso dos trabalhadores para proceder à limpeza necessária somente será possível com a desmontagem do equipamento (RASOVSKY, 1979).

Lima (2001) descreve a destilação descontínua ou intermitente da seguinte forma: faz-se uma carga no aparelho, esgota-se o vinho de seu componente álcool por aquecimento, evaporação, condensação e refrigeração, descarregando-se o resíduo ou vinhaça, fazendo-se nova carga, e assim por diante.

Para Kern (1982), a Figura 7 apresenta o dispositivo típico para destilação em batelada; no primeiro caso o aquecimento é realizado com serpentina interna.

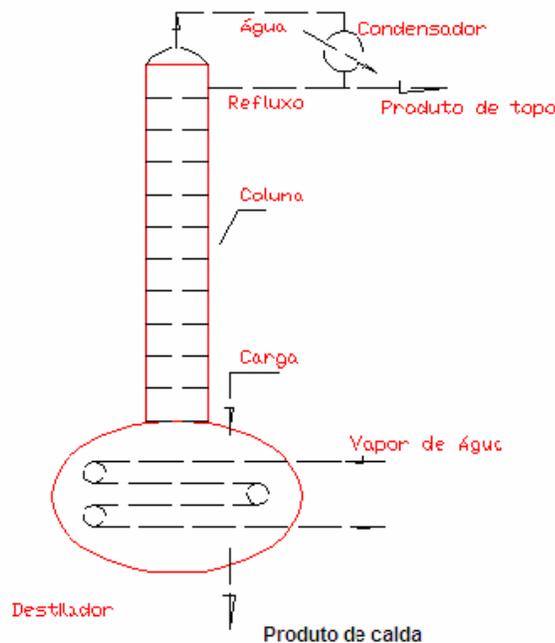


Figura 7 - Modelo de destilador em batelada aquecido à serpentina
Fonte: Adaptado de Kern, 1982.

Também em Kern (1982), outro dispositivo de destilação é apresentado com o refeedor externo, como mostrado na Figura 8, com circulação natural ou forçada. Segundo o mesmo autor o alambique pode ser aquecido com a chama, neste caso chamado aquecimento a fogo direto.

A destilação em batelada é normalmente usada quando existe uma insuficiente carga armazenada para garantir uma operação contínua, e os conjuntos são freqüente e relativamente pequenos. Observando as informações do autor, na destilação em batelada, a composição e a temperatura do líquido residual do alambique variam constantemente, e normalmente o mesmo resultado se aplica ao condensado, exceto quando o alambique foi carregado com ou quando forma uma mistura com ponto de ebulição constante.

Na destilação em batelada é possível, ainda, obter-se um produto de topo inicial com fração mais pura que a obtida com o mesmo refluxo numa operação contínua. Isto é particularmente interessante quando o produto de topo for vendido com maior valor econômico para um maior grau de pureza; segundo Kern (1982), mantendo-se a contínua variação da razão de refluxo é possível obter um produto do topo com composição quase uniforme, muito embora sua quantidade decresça constantemente. Este último caso é demasiado oneroso para ser usado de modo geral.

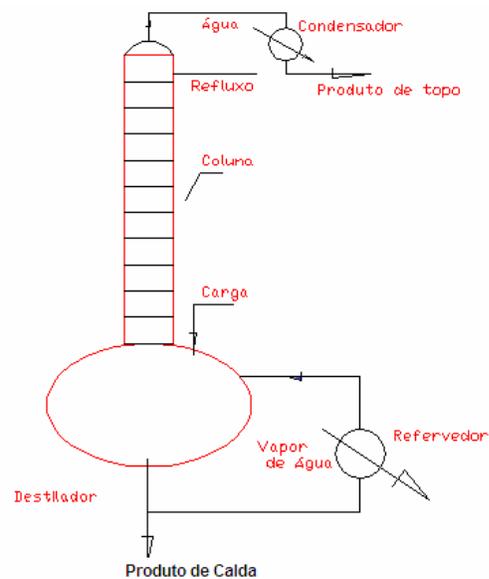


Figura 8 - Modelo de destilador em batelada aquecida com refulvedor
Fonte: Adaptado de Kern, 1982.

Outras observações mais apuradas referem-se à temperatura em que deve ser obtida uma curva de ponto de ebulição, se a mistura não for ideal, e se ela não seguir a lei de Raoult e a lei de Henry, leis estas que se encontram em anexos (C e D).

Para Kern (1982), se uma batelada representar uma acumulação intermitente de diversas horas de escoamento da carga armazenada, a velocidade da destilação deve ser tal que o alambique deve ser esvaziado rapidamente a fim de receber nova carga. Se, no entanto, a destilação ocorrer de maneira irregular, a velocidade da destilação pode ser determinada de modo econômico, por meio de uma relação ótima entre as cargas fixas e as cargas de operação.

O autor ainda esclarece que na destilação em batelada, o custo do trabalho é relativamente grande e favorece uma destilação rápida. O custo do equipamento, por outro lado, favorece velocidades mais lentas para destilação.

3.14 VANTAGENS E DESVANTAGENS DA DESTILAÇÃO EM BATELADA

Destilação em batelada possui a vantagem de possibilitar que misturas multicomponentes sejam separadas em seus constituintes mais puros em uma única coluna (STICHLMAIR; FAIR, 1998 apud LOPES, 2008). Devido à sua flexibilidade e baixo custo operacional, a destilação em batelada é importante nas indústrias farmacêutica e de química fina, principalmente se a capacidade de operação requerida é pequena. Para estes autores este processo possui algumas desvantagens, como demandas elevadas de energia e maior tempo de processo, maior tempo de carga e descarga do equipamento, carga limitada ao tamanho do equipamento. Para substâncias termo-sensíveis, o elevado tempo de residência pode levar à sua degradação (WARTER; DEMICOLI; STICHLMAR, 2004, apud LOPES, 2008).

Para os mesmos autores, na comparação da destilação em processo de batelada em relação aos processos contínuos, a em batelada oferece opções atrativas de flexibilidade e economia pela redução de equipamentos, porque o mesmo equipamento pode ser utilizado para diferentes produtos dependendo da demanda de mercado. Pela mesma linha de pensamento é desejável dispor-se de uma instalação única para múltiplos propósitos, para ser utilizada com produtos diferentes.

4 PLANEJAMENTO E ANÁLISE DE EXPERIMENTOS

Os estudos realizados por Gil (2009) demonstram que todas as pesquisas ou trabalhos científicos podem ser classificados de acordo com os objetivos propostos, para encontrar a resposta ou a solução de um problema. Em geral, esse autor descreve três grupos de estudo, exploratórios, descritivos e explicativos (experimentais). Dentre esses estudos, o explicativo é o processo formal que melhor define o método científico utilizado no presente trabalho.

Os estudos explicativos são utilizados para identificar os fatores que contribuem ou influenciam a ocorrência de um fenômeno, ou também para determinar através da razão, o fundamento das coisas (GIL, 2009). Nesses estudos, vários métodos são utilizados como meio científico de validar ou rejeitar as hipóteses formuladas. Na área de ciências sociais são utilizados os métodos observacional e quase-experimental. Enquanto, que nas áreas de ciências naturais é utilizado o método experimental.

Dentro do estudo explicativo o projeto é classificado como uma pesquisa experimental, que consiste “em determinar um objeto de estudo, selecionar as variáveis que seriam capazes de influenciá-lo, definir as formas de controle e de observação dos efeitos que a variável produz no objeto” (GIL, 2009).

A técnica de coleta das informações utilizada é denominada de Projetos fatoriais com duas ou mais variáveis independentes (REY, 1993).

Neste caso, os experimentos são realizados, para determinar os efeitos principais e as eventuais interações entre as variáveis ou fatores de controle, no meio natural ou no campo de experimentação.

Além dos aspectos relacionados aos processos de destilação, o entendimento sobre as técnicas de planejamento e análise de experimentos dos mesmos torna-se importante.

O planejamento de experimentos deve-se a Ronald Fisher, que durante alguns anos foi responsável pela estatística e análise de dados na Estação Agrícola Experimental em Londres, Inglaterra. Fisher foi quem desenvolveu e usou pela primeira vez a técnica de ANOVA (*Analysis of variance*) como ferramenta primária para a análise estatística do projeto experimental. Outros autores que contribuíram de maneira significativa para a evolução das técnicas sobre o projeto de

experimentos são Yates, Box, Bose, Kemphome e Cochran (MONTEGOMERY, 1991).

O experimento projetado ou planejado é um teste, ou uma série de testes, nos quais se induzem mudanças deliberadas ou estímulos nas variáveis de entrada (*inputs*) do processo ou sistema, de tal forma que seja possível observar e identificar os efeitos nas respostas ou nas variáveis de saída (*outputs*). O processo ou sistema de transformação é representado pela combinação de máquinas, métodos, pessoas e outros recursos que transformam uma entrada em produtos acabados ou semi-acabados, com características ou parâmetros específicos, conforme apresentado na Figura 9.

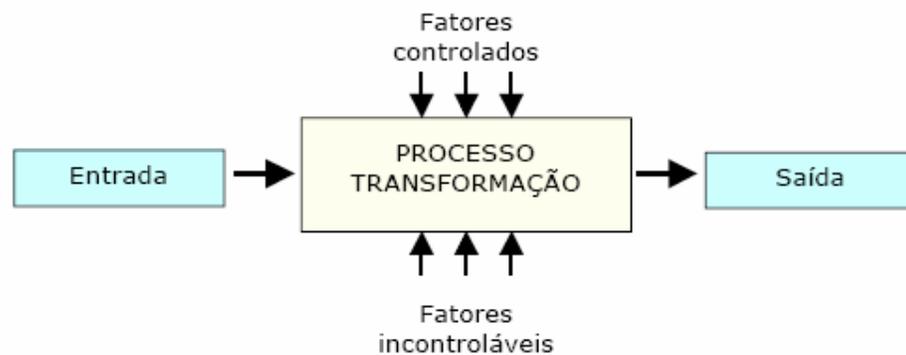


Figura 9 - Modelo Geral de um Sistema de Transformação
Fonte: MONTEGOMERY (1991)

Segundo Montgomery (1991), as técnicas de planejamento e análise de experimentos são utilizadas basicamente para melhorar as características de qualidade dos produtos ou processos de fabricação, reduzir o número de testes e otimiza o uso de recursos da empresa (material, tempo dos funcionários, disponibilidade de equipamentos etc).

Button (2001) descreve que esse objetivo geral pode ser dividido em outros objetivos secundários:

- Identificar as variáveis (fatores de controle) do processo que mais influem nos parâmetros de resposta de interesse;
- Atribuir valores às variáveis influentes do processo de modo que a viabilidade da resposta de interesse seja mínima ou que o valor do resultado (parâmetro de qualidade) seja próximo do valor nominal;

- Atribuir valores às variáveis influentes do processo de modo que o efeito das variáveis não controláveis seja reduzido.

A definição das variáveis para os planejamentos torna-se necessário, neste sentido Jung (2004) define que as variáveis independentes correspondem àquilo em função do qual se deseja conseguir realizar previsões e/ou obter resultados. Para o mesmo autor variável dependente é aquela cujo comportamento se quer verificar em função das variáveis independentes introduzidas ou previstas

4.1 PLANEJAMENTO FATORIAL

O planejamento fatorial tem sido muito aplicado em pesquisas básicas e tecnológicas e é classificado como um método do tipo simultâneo, onde as variáveis de interesse que realmente apresentam influências significativas na resposta são avaliadas ao mesmo tempo.

O desenvolvimento de processos físicos e químicos é em geral, dependente de um grande número de variáveis. O planejamento dos experimentos deve ser realizado para determinar, e também quantificar, a influência das variáveis sobre as respostas desejadas sendo indispensável para que se obtenham resultados confiáveis, como também reduzir perdas dos processos e, conseqüentemente, custos, de forma a possibilitar ainda a realização de análises estatísticas (RODRIGUES, 2005).

Para realizar um estudo deste tipo, deve-se escolher as variáveis a serem estudadas e efetuar-se experimentos em diferentes valores (níveis) destes fatores.

De um modo geral, o planejamento fatorial pode ser representado por b^{α} , onde α é o número de fatores e b é o número de níveis escolhidos. Em um estudo que tenha 3 fatores e 2 níveis (2^3), o número total de experimentos é 8 (BARROS NETO, 2001).

Nos planejamentos experimentais onde as variáveis são exploradas em 2 níveis, é comum codificá-las usando os sinais (+) e (-). A atribuição desses sinais aos níveis superiores ou inferiores é feita de forma arbitrária e não interfere na realização dos experimentos ou interpretação dos resultados, além de permitir esquematizar o planejamento na forma de matriz de planejamento. Os efeitos obtidos em cada um dos experimentos avaliados são, posteriormente, utilizados para

gerar informações a respeito das tendências de cada fator estudado. Os efeitos são definidos como a mudança ocorrida na resposta quando se move do nível baixo (-) para o nível mais alto (+) (BARROS NETO, 2001).

A escolha do planejamento adequado é uma função direta do número de variáveis independentes envolvidos no estudo, da disponibilidade de matéria-prima, da viabilidade do número de ensaios que podem ser realizados e do custo do processo em estudo. No entanto, há um número mínimo de ensaios que devem ser realizados conforme o número de fatores que se deseja estudar, para que a discussão dos resultados e a interpretação estatística não fiquem comprometidas. (RODRIGUES, 2005).

4.2 DELINEAMENTO COMPOSTO CENTRAL

Delineamento de experimentos (DOE) são testes conduzidos de forma planejada, sendo os fatores alterados de modo a avaliar seu impacto sobre a variável resposta. Com o objetivo da redução do número de pontos experimentais, foi criada a técnica que utiliza os delineamentos compostos. Segundo Paiva (2006 Apud Box e Wilson em 1951,p 77) eles foram desenvolvidos para estudo de funções polinomiais de resposta na indústria, sendo o erro experimental pequeno, e as condições do experimento são mais facilmente controláveis (RAMOS, 2008).

Dentre os delineamentos padrões, o Delineamento Composto Central (DCC) é considerado um delineamento ótimo, o qual requer poucos ensaios para sua realização. Ele possui características interessantes para a busca do ponto que dê a melhor resposta, que consiste em: um número menor de tratamentos em relação aos fatoriais completos e pode ser realizado sequencialmente, de forma a caminhar no sentido da otimização do sistema, isto é, através da execução de uma parte do experimento (aplicando experimentos fatoriais 2^k ou fração-experimento de primeira ordem) através da técnica do caminhamento ascendente ótimo (*steepest ascent*).

Isso consiste em chegar à região que contém o ótimo e, então, comparar a parte do delineamento, que consiste dos pontos axiais, com o objetivo de avaliar a parte curvilínea existente, de forma a chegar à solução ótima, que maximiza os resultados do sistema. Esta última característica é uma das mais interessantes do

delineamento, pois a maioria das aplicações da Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) é de natureza seqüencial (RODRIGUES E IEMMA, 2005).

Box & Wilson (1951), afirmam que o Delineamento Composto Central Rotacional aliado à Superfície de Resposta é o método de análise de resultados que proporciona um número maior de informações é o modelo mais adequado é equação polinomial generalizada.

$$\gamma_i = \beta_0 + \beta_1 \chi_1 + \beta_2 \chi_2 + \beta_3 \chi_3 + \beta_4 \chi_4 + \beta_{12} \chi_1^2 + \beta_{22} \chi_2^2 + \beta_{33} \chi_3^2 + \beta_{44} \chi_4^2 + \beta_{12} \chi_1 \chi_2 + \beta_{13} \chi_1 \chi_3 + \beta_{14} \chi_1 \chi_4 + \beta_{23} \chi_2 \chi_3 + \beta_{24} \chi_2 \chi_4 + \beta_{34} \chi_3 \chi_4 + \epsilon_i$$

em que x_1 , x_2 , x_3 e x_4 são variáveis referentes aos fatores; o β_0 (ponto de interseção), os β_1 , β_2 , β_3 e β_4 (referem-se aos efeitos lineares), os β_{11} , β_{22} , β_{33} , β_{44} (referem-se aos efeitos quadráticos) e os β_{12} , β_{13} , β_{14} , β_{23} , β_{24} , β_{34} (referem-se aos efeitos de interação dupla) são os coeficientes de regressão obtidos pelo método de mínimos quadrados; e ϵ_i ($i = 1, 2, \dots$) é o erro experimental correspondente a γ .

4.3 METODOLOGIA DE SUPERFÍCIE DE RESPOSTA

Metodologia de superfície de resposta é essencialmente um conjunto de técnicas estatísticas usadas em pesquisas, com a finalidade de determinar as melhores condições e dar maior conhecimento sobre a natureza de certos fenômenos.

A MSR vem sendo estudada por estatísticos desde 1970, sendo utilizado na etapa de otimização propriamente dita. Sua aplicação permite selecionar a combinação de níveis ótimos na obtenção da melhor resposta para uma dada situação. Então, usando a metodologia, é possível aproximar um modelo empírico a uma relação (inicialmente desconhecida ou conhecida) entre os fatores e as respostas do processo (SILVA et al., 2005).

Neste método são realizados planejamentos fatoriais para cujos resultados são ajustados modelos matemáticos. Estas etapas, conhecidas como etapa de deslocamento e modelamento, podem ser repetidas quantas vezes forem necessárias, até que se atinja uma região ótima (máximo ou mínimo), da superfície estudada. A modelagem normalmente é feita ajustando-se modelos lineares ou

quadráticas a resultados experimentais obtidos a partir de planejamentos experimentais.

O modelamento ocorre em busca do caminho de máxima inclinação de um determinado modelo, sendo o caminho onde a resposta varia de forma mais pronunciada (BARROS NETO, 2007).

O relacionamento entre as respostas e os níveis de fatores busca atingir um dos objetivos: estabelecer uma descrição de como uma resposta é afetada por um número de fatores em alguma região de interesse; estudar e explorar a relação entre várias respostas; localizar e explorar a vizinhança de resposta (CUSTÓDIO et al., 2000).

Em Silva (2008) verificamos que na ferramenta de Superfície de Resposta, temos a metodologia de *experimentos centrais compostos*, por meio do qual podemos criar experimentos centrais com ou sem blocos.

Na representação do Planejamento Fatorial na figura 10, o quadrado com círculos sólidos representa o fatorial 2^2 , o círculo aberto no centro da figura representa o ponto central e o losango com quadros sólidos representa o fatorial em estrela.

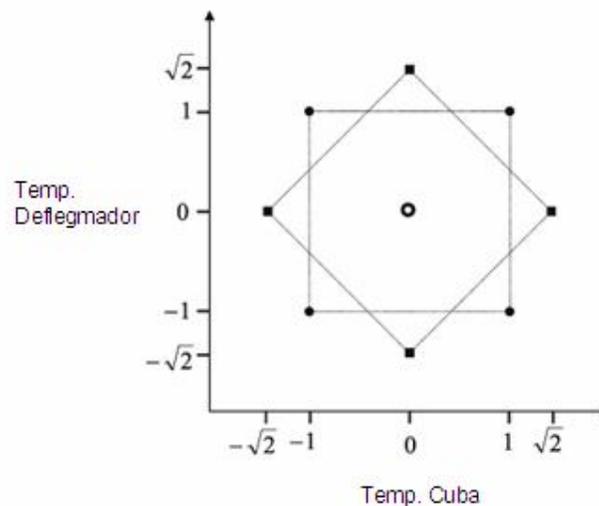


Figura 10 Representação do Planejamento Fatorial
Fonte : Filho , 2001

4.4 REGRESSÃO LINEAR

O modelo de regressão linear é um dos métodos estatísticos mais usados para investigar a relação entre uma variável independente e uma variável dependente.

Os estudos realizados demonstraram que o exame dos resíduos é fundamental para que possamos avaliar a qualidade do ajuste dos modelos. Os resíduos devem ser pequenos. Se um determinado modelo deixa resíduos consideráveis, torna-se um modelo ruim.

Nos modelos ideais, todas as previsões coincidiriam exatamente com as respostas observadas, e não haveria resíduo nenhum, pela figura abaixo observa-se que há uma certa distância vertical entre o ponto e a reta; essa distância é chamada erro, ou resíduo, da reta em relação ao ponto. Um valor maior do erro significa um pior ajuste da reta aos pontos. Cada ponto comporta o seu próprio erro.

4.5 TESTE DAS HIPÓTESES

Muitas vezes o pesquisador tem alguma idéia, ou conjetura, sobre o comportamento de uma variável, ou de uma possível associação entre variáveis, nesta situação o planejamento da pesquisa deve ser de tal forma que permita, com os dados amostrais, testar a veracidade de suas idéias sobre a população em estudo. Adotamos que a população seja o mundo real e as idéias sejam hipóteses de pesquisa, que poderão ser testadas por técnicas estatísticas denominadas *testes de hipóteses* ou *testes de significância* (BARBETTA et al. 2007).

O procedimento que é utilizado para rejeitar a hipótese nula é se $F_0 > F_k(n_c - 1, \alpha)$ desta forma, comparando-se a estatística F_0 com a estatística F crítica para o nível de significância 5%, pode-se afirmar que a variável linear e quadrática para temperatura da cuba e deflegmador apresentam efeitos significativos para variável dependente produção por batelada. A rejeição da hipótese nula também é confirmada porque o valor p é menor que o nível de significância (valor $p < \alpha$), portanto, o teste é significativo.

Em Moretin, (2000), A inferência Estatística fornece um processo de análise denominado *Teste de Hipóteses*, que permite se decidir por um valor do parâmetro ou por sua modificação com grau de risco conhecido.

A hipótese nula ou hipótese de trabalho (H_0) é a hipótese aceita como verdadeira até prova estatística em contrário, É o ponto de partida para a análise dos dados. Em geral, ela é formulada em termos de igualdade entre parâmetros, ou entre um parâmetro e uma constante. Ela geralmente representa o contrário do que queremos provar (BARBETTA et al. 2007).

Ao mesmo tempo a análise de variância demonstra que o efeito de interação dos fatores é significativo para o modelo. Toda vez que o p valor for menor do que o nível de significância estabelecido rejeita-se a hipótese que não existe interferência da temperatura na produção e graduação alcoólica. Para formulação da nossa hipótese estatística com o intuito de rejeitá-la ou invalidá-la e para o caso específico dos testes da validação da coluna de destilação por batelada a hipótese nula é que as temperaturas não influenciam nas variáveis de produção por batelada e graduação alcoólica do etanol.

5 MATERIAL E MÉTODOS

Durante os testes realizados neste investigatório, os dados foram tabulados em planilhas elaboradas especificamente para esta finalidade. O objetivo da tabulação dos dados é a condução da avaliação do funcionamento do equipamento e montagem dos dados para elaboração do planejamento experimental. Os dados que foram selecionados para serem inseridos na planilha foram as temperaturas do deflegmador, temperatura da cuba de depósito, as planilhas com as variáveis estão no anexo (E).

5.1 EQUIPAMENTOS

Segue abaixo a relação dos equipamentos utilizados para desenvolvimento do trabalho.

- 1 caldeira mista horizontal capacidade de produção de produção de vapor de 600 kgf/h;
- 1 terno de moenda tamanho 9 x 12 , com motor 7,5 CV, para moagem de 1000 kg de cana-de-açúcar por hora, com produção média de 600 litros de garapa por hora, tendo acoplado em sua estrutura a uma esteira para transporte de bagaço;
- 1 decantador com 5 estágios em aço inoxidável 304 grau sanitário nas dimensões de 2,00 x 0,40 x 0,30m ;
- 1 dorna de Recepção de garapa com a seguinte dimensão : diâmetro 1,20 x 0,70 de altura com pés de apoio e motobomba acoplada para transferência do caldo para sala de fermentação;
- 2 dornas de fermentação em aço inoxidável 304 grau sanitário com as seguintes dimensões: diâmetro 1,20 x 1,40 de altura com pés de apoio;
- 1 dorna de recepção do vinho fermentado com as seguintes dimensões: diâmetro 1,20 x 1,40 de altura;
- 1 motobomba de transferência do vinho para dorna de recepção, potência ½ hp , com rotor e carcaça de plástico;
- 1 coluna de destilação em processo de batelada 3 pratos, cuba de depósito para vinho com capacidade de 1700 litros, com coluna de pratos

sobreposta na cuba de depósito, deflegmador e condensador e todos os dispositivos de controle de temperatura e pressão integrados ao equipamento;

- 1 tanque em polipropileno para recepção do álcool etílico hidratado combustível com capacidade de 200 litros.

5.2 INSTRUMENTAÇÃO E VIDRARIA

Segue a relação da instrumentação e vidraria utilizada para análise e desenvolvimentos dos testes experimentais.

5.2.1 Ebuliômetro

Utilizou-se um ebuliômetro, que consiste num instrumento com que se avalia a massa molecular de uma substância, por meio da ebuliometria, é composto de uma caldeira, onde fica a amostra a ser analisado, um condensador que é acoplado à caldeira, onde são condensados vapores provenientes do líquido colocado na caldeira, e uma lamparina que fornece aquecimento a caldeira do ebuliômetro. A metodologia utilizada para operação e calibragem está descrita no Anexo (F).

5.2.2 Sacarímetro de Brix

Para a leitura do Grau Brix utilizou-se, um sacarímetro de Brix, instrumento destinado a medir o teor de açúcar em solução. A escala dos sacarímetros de Brix variam de 0 até 90 graus com divisão de 0,1, 0,2, 0,5 e 1 grau. No anexo (G) consta a tabela para a Correção do Grau Brix em função das temperaturas, no momento da leitura.

5.2.3 Alcoômetro centesimal de Gay Lussac

Um alcoômetro foi utilizado na referida pesquisa, o qual consiste num dispositivo para determinação do grau alcoólico. Constituído por um corpo cilíndrico, de vidro oco, com um pequeno apêndice inferior cheio de chumbo ou mercúrio que serve de lastro para manter o alcoômetro sempre na posição vertical durante a

flutuação. Na parte superior há uma haste, também de vidro, na qual se vê a escala que indica o grau alcoólico da mistura hidroalcoólica, segundo o ponto a que nela chega a afloração. Este alcoômetro serve para determinação do grau volumétrico do álcool, ou seja, a porcentagem em volume do álcool da mistura (°GL).

5.2.4 Termômetro

É um instrumento que mede quantitativamente a temperatura de um sistema. A maneira mais fácil de fazer isso é achar uma substância que possua uma propriedade que se modifica de modo regular com a temperatura. A forma direta mais 'regular' é a forma linear:

5.2.5 Becker

Foram utilizados dois Beckers de 1000 ml; instrumentos de uso geral em laboratório. Serve para fazer reações entre soluções, dissolver substâncias sólidas, efetuar reações de precipitação e aquecer líquidos. Pode ser aquecido sobre a tela de amianto.

5.2.6 Provetas

Foram utilizadas duas provetas graduadas de 250 ml; as quais serviram para medir a produção de álcool na unidade de tempo; bem como, para fazer a leitura da graduação do álcool, sendo utilizada como depósito do alcoômetro.

6 DESCRIÇÃO DA PRÁTICA DESENVOLVIDA

Todos os procedimentos de experimentais para desenvolvimento do projeto foram realizados junto ao Centro Tecnológico do Chapadão, localizado no distrito do chapadão, município de Jaguari, Rio Grande do Sul, local onde se encontram a disposição equipamentos instalados para apoio aos processos.

Os testes foram conduzidos da seguinte forma: A cana proveniente da lavoura do Sr. José Limana, variedade RB 18, foi moída em moenda de um terno e sem embebição apresentada boa extração instalada neste local conforme demonstrado na a Figura 11.



Figura 11 - Moenda, decantador e esteira
Fonte: O Autor

Todo o bagaço é conduzido por esteira e depositado ao lado da caldeira para que seja utilizado como combustível, conforme a figura 12.



Figura 12 - Esteira de Transporte de Bagaço
Fonte: O Autor

O caldo resultante da extração passa pelo decantador, equipamento que proporciona uma limpeza e separação de terras e bagacilho. Outras sujidades também são separadas no decantador, foto 13.



Figura 13 - Decantador
Fonte: O Autor

O caldo que sai do decantador é, então, enviado a dorna de diluição, onde serão corrigido o pH, temperatura e ajuste do brix do caldo, procedimento este que proporciona melhores condições de fermentação. Desta forma, uma vez decantado, precisa ser misturado com água (potável isenta de cloro), reduzindo para aproximadamente 11° Brix°, sendo que a água não deve ser adicionada diretamente

à dorna onde se encontra o fermento. O tanque para ajuste deste caldo inicial é mostrado na seguinte imagem Figura 14.



Figura 14 - Dorna de Diluição
Fonte: O Autor

Após estes procedimentos o caldo corrigido que passa a chamar-se mosto e enviado por bomba centrífuga por meio de tubulação que liga a dorna de diluição e as dornas de fermentação presentes na sala de fermentação localizadas no prédio adaptada para esta finalidade. A sala de fermentação é o local adequado para as condições, visto que nesta etapa necessita-se de higiene para uma boa condução deste processo. Na sala de fermentação estão dispostas duas dornas de aço inox com volume de 1000 litros cada uma, conforme é mostrado na Figura 15 na sequência.



Figura 15 - Dornas de Fermentação
Fonte: O Autor

Todo o volume de vinho presente na dorna de recepção, proveniente do processo fermentativo, é transferido para cuba do destilador por meio de uma bomba centrífuga interligada por tubulação.

Realizada esta operação de transferência do vinho a cuba do destilador é fechada para evitar que os vapores alcoólicos que serão gerados pelo aquecimento sejam perdidos. Na figura 16, pode-se observar o destilador utilizado para os testes.



Figura 16 - Coluna de Destilação
Fonte: O Autor

A carga presente na cuba do destilador pode variar entre 1200 e 1900 litros, sendo esta dimensionada em função do volume interno das bandejas, sendo que o perfeito funcionamento do equipamento ocorre quando as mesmas estão devidamente carregadas com solução hidroalcoólica.

Para batelada teste foi utilizado o volume de 1670 litros. A graduação alcoólica do vinho situa-se na faixa entre 7 a 10 %v/v de etanol. Para batelada teste o vinho apresentou 7% v/v, testado com ebuliômetro.

Após os procedimentos iniciais abre-se a válvula globo para entrada de vapor proveniente da caldeira, sendo que a pressão interna da serpentina dentro da cuba de destilação, situa-se na faixa de 0,1 a 0,8 kgf/cm², podendo ser aferida pelo manômetro instalado na entrada do equipamento.

Para o teste da coluna de destilação por processo batelada foi utilizado como fonte geradora de aquecimento uma caldeira mista horizontal, conforme figura 17 com capacidade de produção de 600Kgf de vapor por hora a uma pressão de trabalho de 8Kgf/cm².



Figura 17 – Caldeira
Fonte: O Autor

Quando utilizado o aquecimento por vapor, este circula pelo interior de uma serpentina colocada dentro do depósito (cuba), promovendo o aquecimento do líquido até a temperatura do ponto de bolha, quando, então, o líquido da mistura inicia a evaporação

Junto a cuba de destilação situa-se um manômetro, com o objetivo de avaliar a pressão interna de vapor exercida sobre as paredes do depósito. No decorrer do tempo, observa-se a que as frações de líquidos irão se acumulando nos pratos quando o processo atingirá o estado estacionário, ou seja, quando a composição líquida nos estágios de equilíbrio não terá alteração com a variação do tempo. Estes acúmulos de líquidos são conhecidos por “*holdup*”.

Para o caso em análise, foi possível realizar a abertura do registro de saída de etanol, localizado no painel de controle e verificar que o líquido fluiu para dentro da proveta convenientemente disposta no painel de controle, sendo que dentro da mesma está o alcoômetro, instrumento utilizado para realizar a leitura da graduação alcoólica.

Após este período, o processo evolui para finalização até que a composição do etanol passa a ser de baixa qualidade.

No momento em que a graduação alcoólica baixa para níveis inferiores a 20°GL é feito o encerramento do processo (“*off-cut*”), visto não ser mais

economicamente viável a continuação da destilação. A graduação alcoólica é lida com alcoômetros na escala Gay Lussac e corrigida à temperatura de operação. A especificação do álcool é regulamentado pela resolução 36/2005 conforme resolução anexa (H).

Considerando que no processo de batelada existe a necessidade de serem computados os tempos de carregamento e descarregamento da cuba, constatou-se a necessidade aparente de 30 minutos para que sejam executadas estas substituições, totalizando então três horas o tempo total da batelada.

Com referência ao gradiente de temperatura do condensador é necessário dimensioná-lo de modo que os gases provenientes da coluna de pratos sejam totalmente condensados, deixando-se livres somente os vapores incondensáveis. Essa fuga de gases será possibilitada como a colocação da garrafa de degasagem satisfatoriamente localizada no condensador. Esse é um artifício que melhora a qualidade do álcool, a Figura 18 mostra a disposição destas peças. As leituras das temperaturas são realizadas com termômetros de resistência tipo Pt 100.

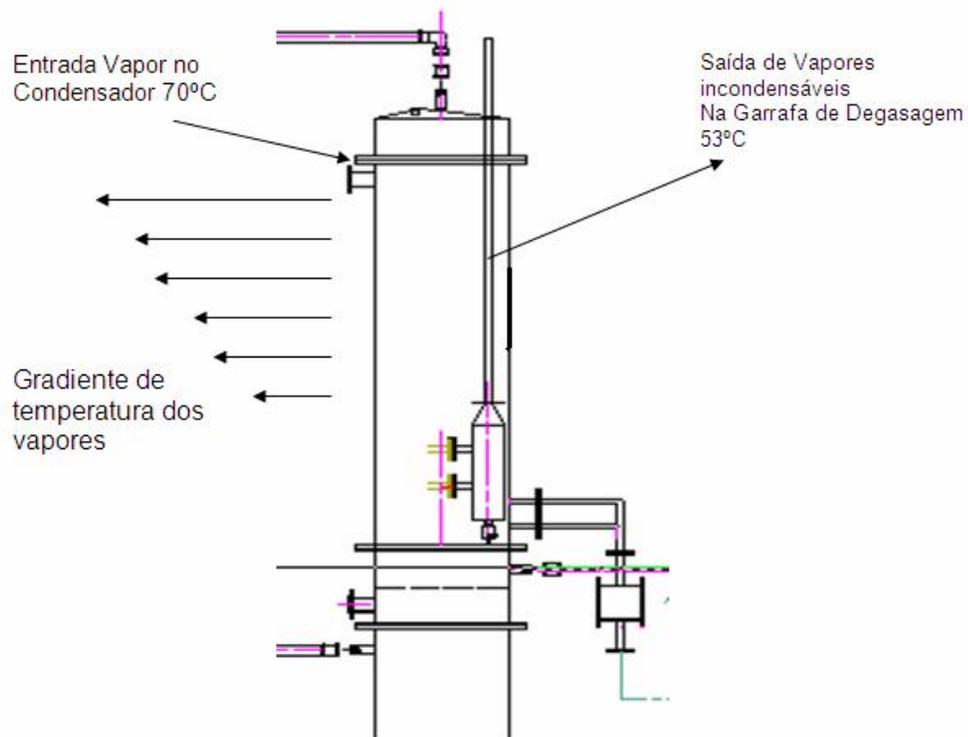


Figura 18 - Desenho Esquemático do Condensador
Fonte: O Autor

Hoje a empresa tem instalado vários conjuntos de destilação, sendo que todos apresentam as mesmas características de funcionamento. Os conjuntos instalados estão nas seguintes localidades: Rosário do Sul, Cruz Alta, Hulha Negra, Rolador, São Miguel das Missões, Santa Maria no Rio Grande do Sul; e Porangaba no Instituto visão e em Penápolis na Funepe, no estado de São Paulo.

6.1 PARTES CONSTITUINTES DO EQUIPAMENTO

O equipamento é fundamentalmente constituído pelas seguintes partes distintas:

- Depósito (Cuba) de Armazenagem de vinho, localizado na base do equipamento, onde a mistura líquida é armazenada. Também conhecida por “reboiler ou refervedor;
- Câmara de segurança: tronco intermediário entre a cuba e a coluna de pratos; nesta peça estão localizados os dispositivos de segurança e dispositivos quebra espuma;

- A coluna de pratos, que possibilitará a transferência de massa e energia entre as fases líquida e vapor e, conseqüentemente, o enriquecimento de ambas as fases em determinados componentes;
- Um deflegmador, posicionado logo após a coluna de pratos, utilizado para controlar o fluxo de vapor alcoólico que chega a câmara de translação;
- Câmara de translação, utilizada para mudar o fluxo de vapor alcoólico que chega ao condensador;
- Condensador-acumulador possibilita a saída de álcool para coluna de refluxo e dos vapores incondensáveis para garrafa de degasagem;
- Garrafa de degasagem, utilizada para eliminação dos vapores incondensáveis melhorando a qualidade do álcool;
- Coluna de refluxo, utilizada para receber o álcool condensado e possibilitar que parte do álcool retorne a coluna de pratos para melhoramento da graduação e parte seja deslocada para o resfriador;
- Painel de controle, utilizado para controlar os fluxos de água de arrefecimento, temperatura do deflegmador, condensador, além de receber o álcool com graduação adequada através da proveta.

Todos os componentes descritos acima podem ser visualizados na Figura 19.

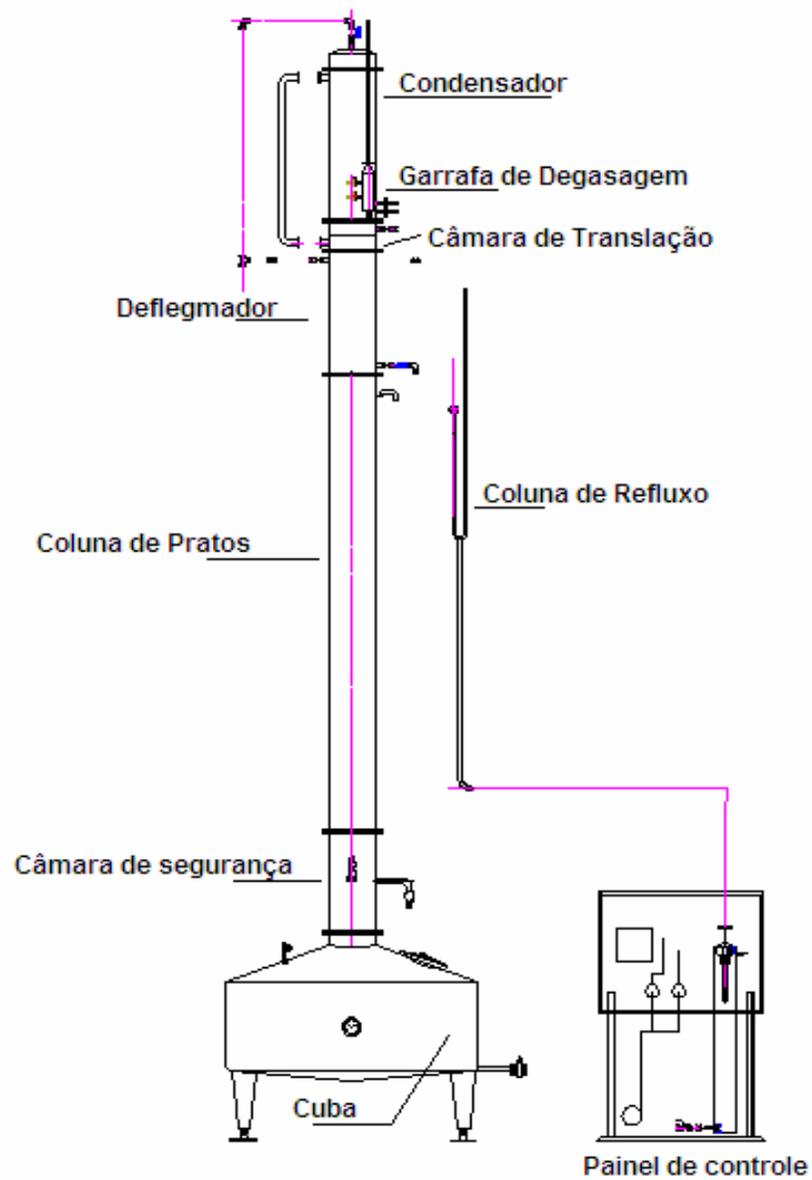


Figura 19: Desenho Esquemático da Coluna de Destilação
Fonte: O Autor

6.2 MODELAGEM ESTATÍSTICA PARA VALIDAÇÃO DO DESTILADOR EM PROCESSO DE BATELADA

Tendo o presente trabalho como objetivo principal avaliar a obtenção de álcool etílico hidratado com graduação alcoólica para uso automotivo, em processo de batelada, foi utilizado o Delineamento estatístico Composto Central Rotacional, com base na metodologia de superfície de resposta (MSR), a fim de avaliar a influência das variáveis: temperatura da cuba e temperatura do deflegmador.

A simulação estatística será usada para avaliar quais as melhores faixas de temperatura da cuba de depósito de caldo fermentado (vinho) e temperatura do deflegmador serão utilizadas.

Foram definidas como variáveis independentes para o Planejamento Fatorial a temperatura da cuba onde é colocado o vinho a ser aquecido sendo que o volume do produto a ser destilado, deve ser o suficiente para que o equipamento entre em operação, sendo que a solução hidroalcoólica deverá carregar as bandejas; outro parâmetro definido como variável independente é a temperatura do deflegmador; aparelho este localizado logo após a coluna de bandejas, a temperatura deste aparelho é regulada pelo fluxo de água que circula no mesmo.

As temperaturas de trabalho da cuba e do deflegmador são fundamentais porque promovem o fluxo de vapor no interior da coluna. Parte deste vapor será condensado e reconduzido ao interior da coluna por meio da coluna de refluxo.

O que foi observado no decorrer dos experimentos é que a temperatura do condensador deveria permanecer numa determinada faixa visto que fosse maior haveria a fuga de álcool pela garrafa de degasagem, desta forma foi fixada para esta variável 40 °C.

Foram estabelecidos como variáveis dependentes, a graduação alcoólica, produção por batelada, já para o tempo de abertura do registro para retirada de álcool devido aos experimentos prévios, foi estabelecida em 20 minutos após atingir 98°C a temperatura da cuba. A carga usada na cuba nos vários testes com o destilador foi de 1670 litros

6.2.1 Planejamento do Experimento

6.2.1.1 Análise das Variáveis

No planejamento, foram analisadas duas variáveis independentes que influenciaram na graduação alcoólica e produção por batelada; as faixas iniciais estudadas neste planejamento fatorial foram definidas tendo como base valores experimentais e que foram obtidos como os melhores resultados nos experimentos iniciais cujas tabelas estão disponíveis no anexo (A).

No Quadro 4 estão tabulados os dados otimizados, cabe ressaltar que alguns arredondamentos foram estabelecidos visto que apresentavam valores fracionados ficando muito difícil a condução durante a experimentação junto ao equipamento.

Variável	Codificada	-1,41	-1	0	1	1,41
Temp.cuba	X1	96	97	98	99	100
Temp.defleg.	X2	50	57	60	67	70

Quadro 4 - Valores reais e respectivos valores codificados para as variáveis independentes.

Fonte: O Autor

- Variáveis dependentes: Graduação alcoólica
Produção por Batelada

- Variáveis Independentes:
Temperatura na cuba
Temperatura no deflegmador

Ensaio	X1 (cuba)	X2 (defleg)	X1 (cuba)	X2 (defleg)
1	97	57	-1	-1
2	99	57	1	-1
3	97	67	-1	+1
4	99	67	+1	+1
5	96	60	-1,41	0
6	100	60	1,41	0
7	98	50	0	-1,41
8	98	70	0	1,41
9	98	60	0	0
10	98	60	0	0
11	98	60	0	0

Quadro 5 - Montagem do modelo: variáveis originais

Fonte: O Autor

Para avaliar a influência das variáveis independentes, temperatura da cuba, temperatura do deflegmador sobre as variáveis dependentes, rendimento e graduação alcoólica, foi elaborado um planejamento fatorial de 2 níveis (-1 e +1) mais configuração estrela, aqui chamado de modelo de 2ª ordem, totalizando 11 experimentos a campo testados no equipamento instalado no distrito do Chapadão em Jaguari-RS, conforme matriz de planejamento fatorial mostrado na no Quadro 5.

Todos os dados da experimentação estão disponíveis nos anexos onde foram montados uma tabela específica para as experimentações.

7 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para o estudo de modelagem da eficiência de operação das temperaturas da cuba de depósito e deflegmador foram instalados termômetros na coluna de destilação. A partir dos dados obtidos com os experimentos, alimentou-se o Software para obtenção de um modelo ideal dentro do intervalo de estudo (-1,41 a 1,41), valores codificados de planejamento estatístico experimental. Pela tabela 2 é possível visualizar a tabulação inicial dos dados.

Tabela 2 – Dados para Tabulação no Software

	Variável 1 (temp. cuba)	Variável 2 (temp.defleg)	Variável 3 (graduação alcoólica)	Variável 4 (produção por batelada)
1	-1	-1	58	53
2	1	-1	94	75
3	-1	1	60	85
4	1	1	95	100
5	-1,41	0	60	60
6	1,41	0	92	90
7	0	-1,41	70	60
8	0	1,41	94	106
9	0	0	92	94
10	0	0	94	90
11	0	0	90	96

Fonte: O Autor

7.1 ANÁLISE DA VARIÁVEL DEPENDENTE GRADUAÇÃO ALCOÓLICA

Na Tabela 3, é apresentada a análise da variância (ANOVA) para este experimento.

Ainda, no quadro de ANOVA, o teste F, em nível de significância de 5%, apresenta a existência de uma curvatura do plano da superfície de resposta, portanto, há evidência que a função não é linear. A análise de variância demonstra que é significativo para a variável 1, temperatura da cuba, não sendo significativos a variável linear e quadrática para temperatura do deflegmador. Também não é significativa a interação da variável 1 pela variável 2 O coeficiente de correlação para a Graduação alcoólica teve um valor igual 0,91 (91%).

Tabela 3 - Resultados da ANOVA (análise de Variância) para resposta da Graduação alcoólica
Anova; Var: Var 3 ; R² = 0,91411; Resíduo = 43,84295

Efeitos	Soma Quadrática	Grau de Liberdade	Média Quadrática	Valor F	Valor p
Var 1 (L) temp.Cuba	1609,511	1	1690,511	38,55833	,001582
Var 1 (Q) temp. Cuba	414,162	1	414,162	9,44649	,027673
Var 2 (L) temp.defleg.	170,154	1	170,154	3,88100	,105921
Var 2 (Q) temp.Defleg.	174,453	1	174,453	3,97903	,102625
1L x 2L	,250	1	,250	,00570	,942735
Erro	219,215	5	43,843		
Total	2552,182	10			

Fonte: O Autor

7.2 ANÁLISE DO DIAGRAMA DE PARETO PARA VARIÁVEL DEPENDENTE GRADUAÇÃO ALCOÓLICA

O diagrama de Pareto foi usado para ilustrar os efeitos das variáveis estudadas (temperatura da cuba e temperatura do deflegmador) e suas interações e seus resultados na graduação alcoólica. Ele compreende um gráfico de barras horizontais que está associado aos efeitos de cada variável individualmente e suas

interações, na qual o efeito é tão significativo quanto mais a direita da linha vermelha ele estiver, no nível de significância de 95% de confiança, confirmando os resultados obtidos na Figura 20, na mesma figura as barras fornecem os resultados dos efeitos das variáveis e estão dispostas de modo decrescente.

O cálculo dos efeitos lineares e quadráticos indica o quanto deve ser grande o efeito para ter significado estatisticamente. Pela Figura 20 é possível verificar que somente a variável 1 linear e quadrática tiveram valores significativos. Para variável 2, os efeitos linear e quadrático não foram significativos, também não foi significativo a interação da variável 1 pela variável 2.

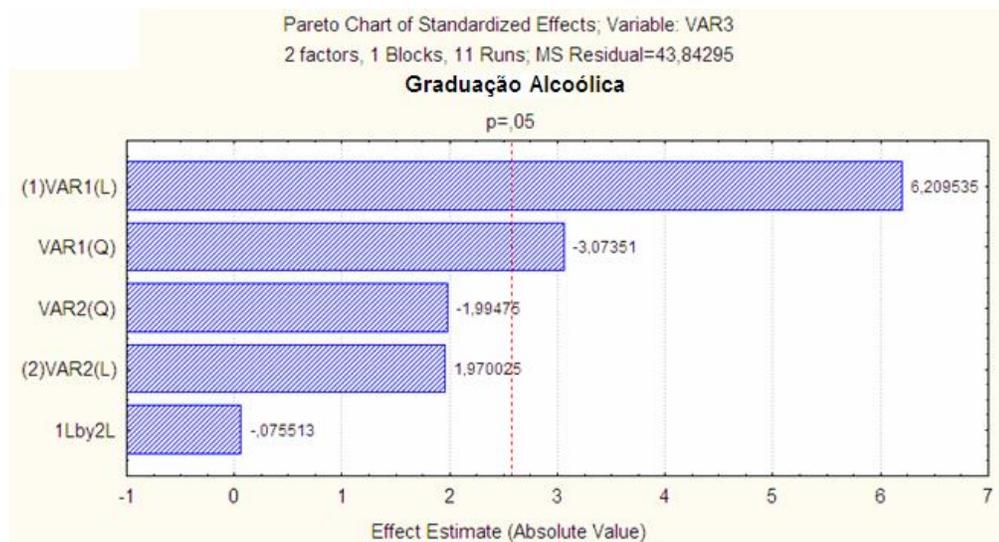


Figura 20 - Gráfico de Pareto para variável Dependente Gradação Alcoólica
Fonte: O Autor

A montagem do Diagrama de Pareto é baseada nas respostas obtidas pela Tabela 4, onde são apresentados os Coeficientes de Regressão.

Tabela 4 - Coeficientes de Regressão para a Variável Dependente Graduação Alcoólica

Coeficientes de Regressão; Var 3 ; Coeficiente de Regressão: ,91411						
Fator	Coef. Regressão	Erro Padrão	t(5)	p	Lim. de conf -95%	Lim. de conf +95%
Média	92,00862	3,822822	24,06824	,000002	82,1817	101,8355
(1)Var.1 (L) temp.cuba	14,55831	2,344509	6,20954	,001582	8,5316	20,5851
Var.1 (Q) temp.cuba	-8,59849	2,797609	-3,07351	,027673	-15,7900	-1,4070
(2)Var.2 (L) temp.defleg.	4,61874	2,344509	1,97002	,105921	-1,4080	10,6455
Var.2 (Q) temp.defleg.	-5,58054	2,797609	-1,99475	,102625	-12,7720	1,6109
1 L x 2 L	-,25000	3,310701	-,07551	,942735	-8,7604	8,2604

Fonte: O Autor

7.3 ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DE RESPOSTA PARA VARIÁVEL DEPENDENTE GRADUAÇÃO ALCOÓLICA

Os valores foram significativos somente para a variável 1 linear e quadrática para temperatura da cuba não sendo significativa para variável 2, temperatura do deflegmador não sendo possível gerar a superfície de resposta para a graduação alcoólica.

Com o modelo (1) as variáveis codificadas considerando-se os coeficientes de regressão da tabela 4 estatisticamente significativos a $p < 0,05$, para graduação por batelada.

$$\text{Var. 3 } Y_1 = 92 + 14,55X_1 - 8,59X_1^2 \quad (1)$$

Para as variáveis significativas foi possível por interação determinar a melhor temperatura do deflegmador para graduação alcoólica em função da temperatura da cuba. Pela análise da tabela 5 foram tabulados os dados calculados pela equação do modelo, utilizando as variáveis codificadas -1,41; -1,20; -1; 0; 1; 1,20 e 1,41. Na figura 21 é possível visualizar a tabulação dos dados obtidos na tabela 5.

Na figura 22 é possível visualizar a interação no gráfico da superfície de resposta para obtenção da temperatura de trabalho do deflegmador para máxima graduação obtida.

Tabela 5 – Dados Tabulados em Função do Modelo:

Variável Codificada	Temperatura Cuba (significativa)
-1,41	54,4
-1,20	62,18
-1	69,0
0	92
1	98
1,20	97
1,41	95,44

Fonte: O Autor

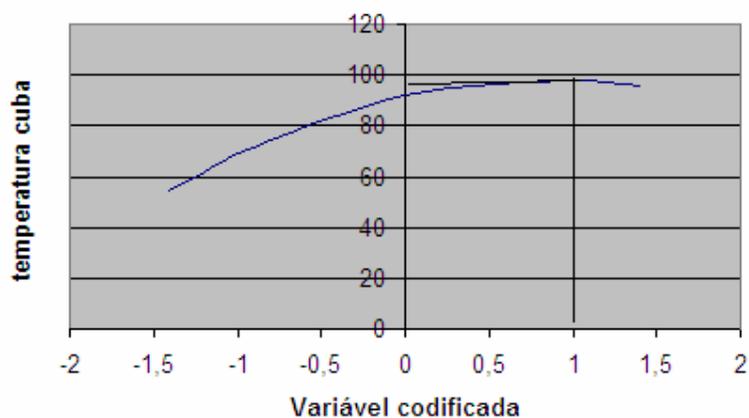


Figura 21 Tabulação dos dados no gráfico para Máxima graduação em função da temperatura da cuba

Fonte: O Autor

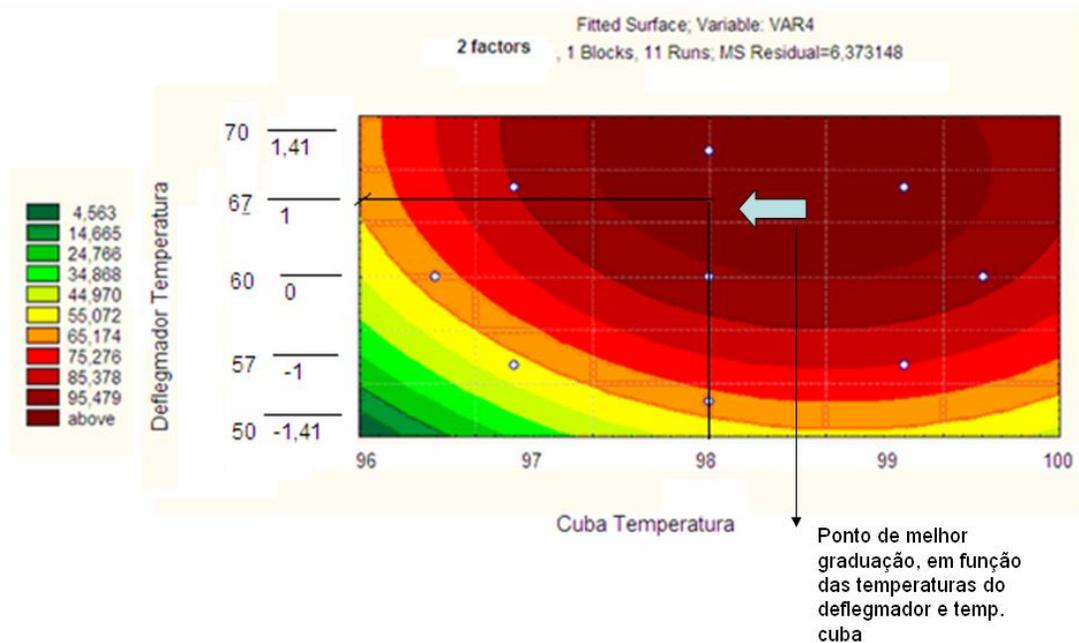


Figura 22 – Curvas de Nível para interação da temperatura do deflegmador em função da temperatura da cuba para máxima graduação.

Fonte: O Autor

Na Figura 23 observa-se o modelo predito e observado para a variável Dependente Graduação Alcoólica.

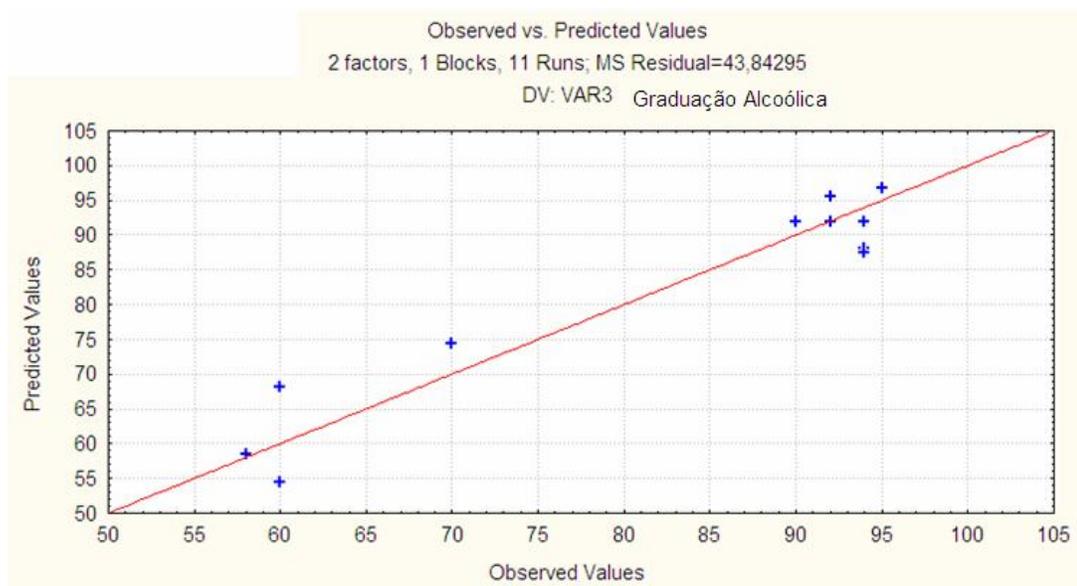


Figura 23 - Modelo para valores preditos x Observados para a Graduação Alcoólica
Fonte: O Autor

7.4 ANÁLISE DA VARIÁVEL DEPENDENTE PRODUÇÃO POR BATELADA

Na Tabela 5, é apresentada a análise da variância (ANOVA) para este experimento.

Tabela 6 - Tabela ANOVA para variável dependente Produção por Batelada

Anova; Var: Var 4 ; R ² = 0,99014; Resíduo = 6,373148					
Efeitos	Soma Quadrática	Grau de Liberdade	Média Quadrática	Valor F	Valor p
Var 1 (L) Temp.cuba	788,407	1	788,407	123,7076	,000102
Var 1 (Q) Temp.cuba	493,910	1	493,910	77,4985	,000314
Var 2 (L) Temp. defleg.	1861,771	1	1861,771	292,1274	,000013
Var 2 (Q) Temp. defleg.	161,295	1	161,295	25,3085	,003998
1L x 2L	12,250	1	12,250	1,9221	,224261
Erro	31,866	5	6,373		
Total	3230,545	10			

Fonte: O Autor

Pela análise da tabela 5 observa-se também que R^2 é igual a 0,99014 ou seja 99,0% da variação total é explicada pela variação dos tratamentos, ou seja, em 99% dos casos a temperatura da cuba e do deflegmador tem influência direta na produção e graduação alcoólica nos processos de produção em batelada para o modelo estudado.

7.5 ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DE RESPOSTA PARA A VARIÁVEL DEPENDENTE PRODUÇÃO POR BATELADA

Através da superfície de Resposta (MSR) gerada pelo modelo figura 24 pode-se observar as condições para as temperaturas do deflegmador e temperatura da cuba que resulta em maior Produção por Batelada.

A análise de superfície de Resposta (MSR), nome da metodologia empregada, é muito importante por permitir a visualização das condições de processo.

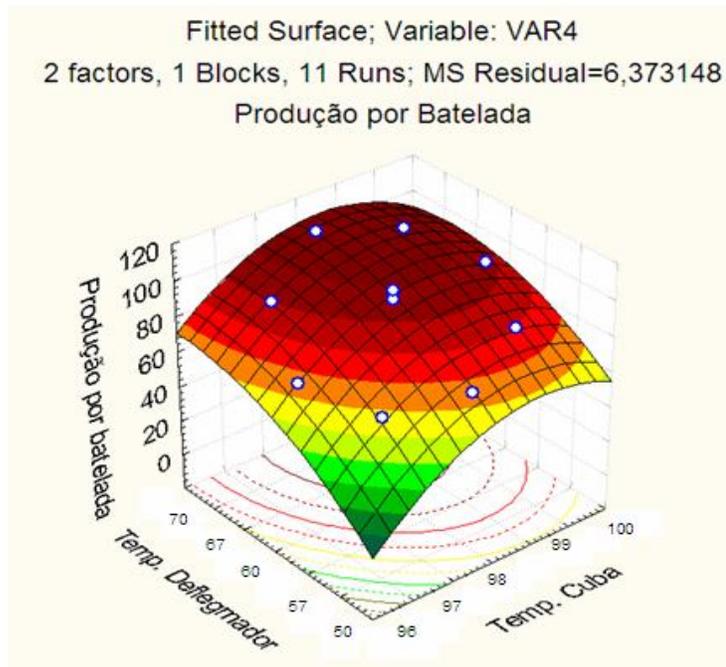


Figura 24 - Superfície de Resposta para Produção por Batelada em função da temperatura do Deflegmador e temperatura da cuba
Fonte: O Autor

7.6 ANÁLISE DA CURVA DE CONTORNO PARA PRODUÇÃO POR BATELADA

Para uma produção otimizada de álcool por batelada, variável 4 a análise das curvas de contorno nesta condição observar-se que as temperaturas da cuba situam-se entre 97.5°C e 99.5°C, tendo seu ponto ótimo em 98.5°C e para o deflegmador as temperaturas situam-se entre 60°C e 70°C, tendo seu ponto ótimo a temperatura de 67°C, conforme a Figura 25.

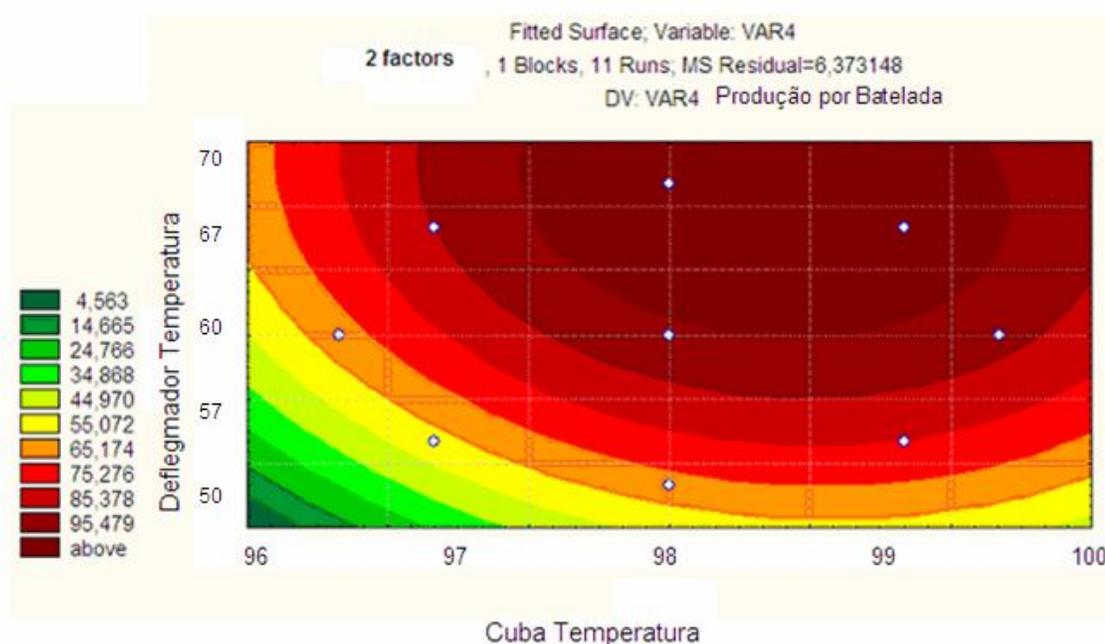


Figura 25 - Curva de Contorno para Produção por Batelada em função da temperatura do Deflegmador e temperatura da cuba

Fonte: O Autor

7.7 ANÁLISE DO DIAGRAMA DE PARETO PARA A VARIÁVEL DEPENDENTE PRODUÇÃO POR BATELADA

Da mesma forma que o diagrama de Pareto foi usado para ilustrar os efeitos das variáveis estudadas (temperatura da cuba e temperatura do deflegmador) e suas interações e seus efeitos na produção de etanol por batelada.

Ele compreende um gráfico de barras horizontais que está associado aos efeitos de cada variável individualmente e suas interações, na qual o efeito é tão

significativo quanto mais a direita da linha vermelha ele estiver, no nível de significância de 95% de confiança, confirmando os resultados obtidos na Figura 35.

O cálculo dos efeitos lineares e quadráticos indica o quanto deve ser grande o efeito para ter significado estatisticamente. A montagem do Diagrama de Pareto é baseada nas respostas obtidas pela Tabela 6, onde são apresentados os Coeficientes de Regressão.

Tabela 7 - Coeficiente de Regressão para variável dependente produção por batelada

Coeficientes de Regressão; Var 4 ; Coeficiente de Regressão: ,99014 R ² ajust. ,98027 Resíduo = 6,373148						
Fator	Coef. Regressão	Erro Padrão	t(5)	p	Lim. de conf -95%	Lim. de conf +95%
Média	93,33597	1,457509	64,03801	,000000	89,5893	97,08261
(1)Var.1 (L)	9,94208	,893880	11,12239	,000102	7,6443	12,23987
Var.1 (Q)	-9,38990	1,066631	-8,80332	,000314	-12,1318	-6,64804
(2)Var.2 (L)	15,27795	,893880	17,09173	,000013	12,9802	17,57574
Var.2 (Q)	-5,36596	1,066631	-5,03075	,003998	-8,1078	-2,62409
1 L x 2 L	-1,75000	1,262255	-1,38641	,224261	-4,9947	1,49473

Fonte: O Autor

Modelo (2) com as variáveis codificadas considerando-se os coeficientes de regressão da tabela 7 estatisticamente significativos a $p < 0,05$, para produção por batelada com todos os coeficientes:

$$\text{Var 4 } Y_2 = 93,33 + 9,94X_1 - 9,38X_1^2 + 15,28X_2 - 5,36X_2^2 \quad (2)$$

As alturas das barras fornecem os resultados dos efeitos das variáveis e estão dispostas de modo decrescente. Pela figura observamos que a variável 2, foi significativa para os efeitos linear e quadrático, também foi significativo os resultados para variável 1 para os efeitos linear e quadrático, não sendo significativo somente a interação da variável e pela variável 2, conforme a Figura 26.

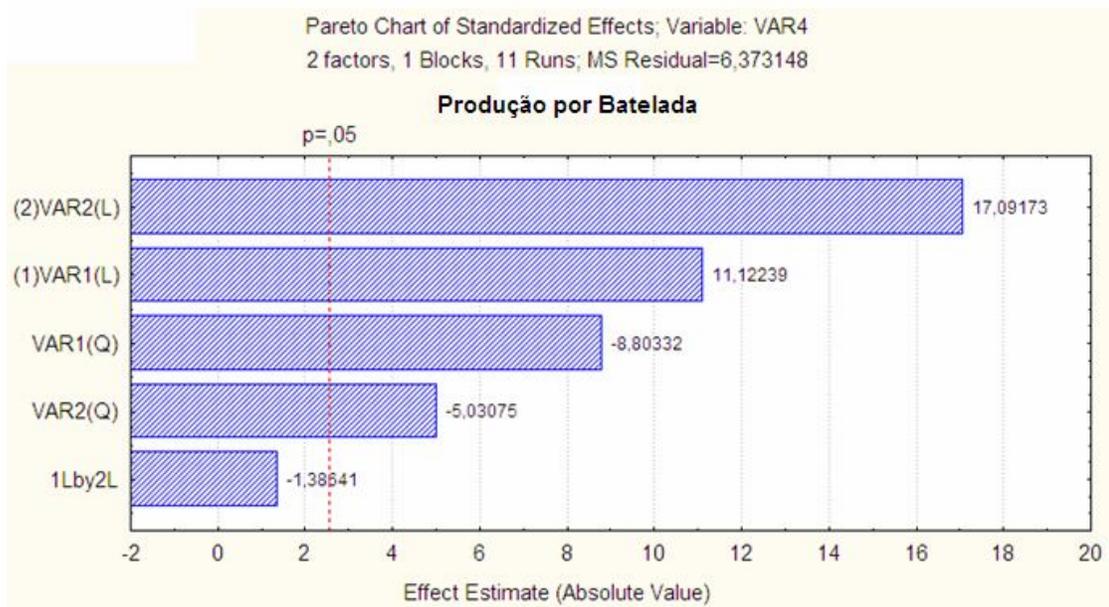


Figura 26 - Gráfico de Pareto para variável dependente produção por batelada
Fonte: O Autor

Na figura 27 apresenta os resultados observados experimentalmente plotados contra os valores previstos pelo modelo, mostrando uma boa concordância entre eles. Nos modelos ideais, todas as previsões coincidiriam exatamente com as respostas observadas, e não haveria resíduo nenhum.

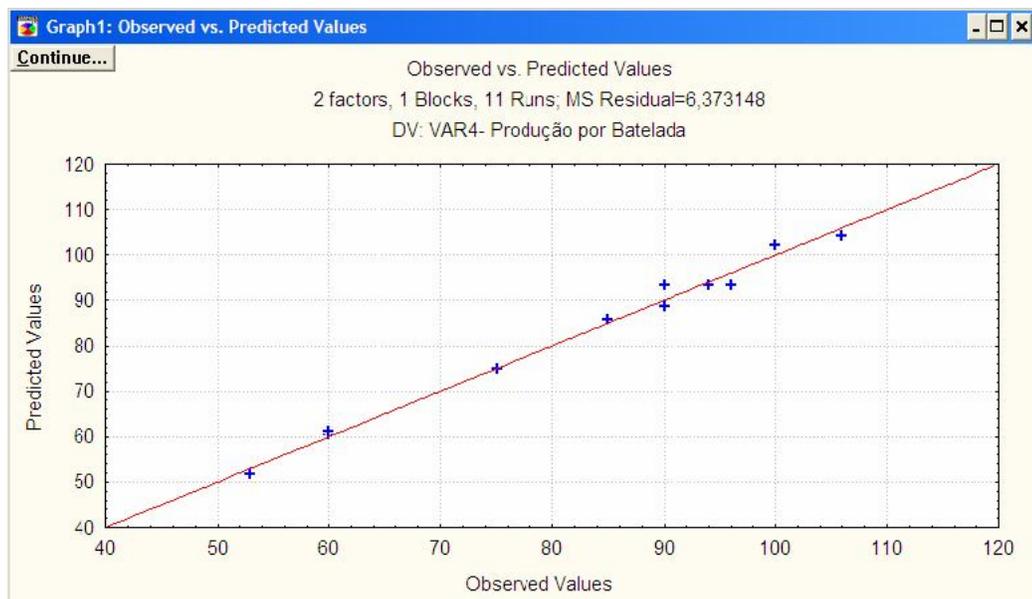


Figura 27 - Modelo para os valores predito e observado para a variável Dependente produção por batelada

Fonte: O Autor

7.8 RESULTADO DA OPERAÇÃO DA COLUNA

Alguns dos testes já tinham sido executados antes do desenvolvimento desta dissertação, os resultados das análises encontram-se disponíveis pelos dados do laboratório ALAC conforme relatório em anexo (I).

É importante uma mudança de conceituação em alguns termos usados para caracterização de uma coluna de destilação, visto que conceitos inadequados podem causar interpretações duvidosas.

No que se refere ao termo usado “produção horária”, para uma coluna de destilação por batelada, torna-se inadequado uma vez que a mesma não é uma destilação contínua, sendo o mais adequado produção útil por batelada, visto que o sistema está sujeito a intermitência do processo.

Esta mudança de conceituação observada diz respeito à quantidade de produto destilado na coluna, normalmente os fabricantes tomam como referência a produção de pico da batelada, ficando este dado como parâmetro médio de produção da coluna.

O que se observa durante os testes da coluna de destilação em processo de batelada é que esta muda a produção, ou seja, no início do processo, até o equipamento atingir a estabilidade, a vazão é lenta e com pouca graduação; isto se

dá entre 10 e 20 minutos, resultados obtidos nos experimentos, o que passa a ser chamado de terço inicial de produção. No 2º terço, ou terço intermediário, a produção aumenta significativamente e com a graduação desejada estabilizando-se entre 92 e 95ºGL. No terço final a graduação poderá ser mantida, desde que seja melhorada a retrograduação; para que isto ocorra será necessário alterar a temperatura de funcionamento do deflegmador, mantendo-se a faixa de operação do condensador, muito embora a retirada de álcool diminua. O que normalmente se faz é uma separação deste terço final, situando-se a graduação alcoólica entre 89º e 20ºGL; o corte na produção ocorre quando este processo entra na graduação de 20ºGL. Neste sentido, Foust (1982) descreve a seguinte situação: em virtude da retirada do destilado, que é mais rico no componente mais volátil que o líquido restante na retorta, este líquido residual, à medida que a destilação avança vai se tornando crescentemente pobre no componente mais volátil.

Para Pedrosa (2008), considera-se que a operação por batelada pode ser dividida em duas etapas bem distintas, sendo a da partida e a de estado estacionário, já em Kern (1982) é possível manter a mesma graduação desde que seja variada a razão de refluxo.

É necessário considerar também que o volume da batelada a graduação alcoólica do vinho influi no rendimento do processo, uma vez que para atingir o equilíbrio na coluna, esta deve primeiramente carregar as bandejas, ou seja, o volume do depósito deve ser dimensionado para poder carrear as bandejas e permitir sua retirada como produto ótimo. Em Junior (1998), faz referência da relação de carregamento da coluna relatando da seguinte forma; após entrar em ponto de bolha a mistura esta inicia a evaporação e no decorrer do tempo, é observada a formação de acúmulos de líquidos nos pratos e no acumulador. Normalmente estes acúmulos de líquidos são conhecidos por "*holdup*". Neste período inicial de operação nenhum produto destilado é retirado, o autor relata ainda que nesta situação o processo é operado em refluxo total do líquido no topo, sendo que o início da operação propriamente dito é considerado quando o processo atinge o estado estacionário.

O que se observa é que no início dos testes a coluna deve ser carregada pelo processo de vaporização e condensação, começando os resultados satisfatórios a partir do carregamento da 2ª batelada, o que vem confirmar a teoria de estabilização através do carregamento das bandejas. O consumo de água no condensador situa-

se na faixa de 50 litros por minuto, sendo que a mesma é armazenada em depósito e retornando ao processo por intermédio de bomba de recalque. No anexo J é possível visualizar o desenho de uma destilaria do modelo a Fogo Direto

8 CONCLUSÕES

Pela análise dos resultados obtidos nos vários experimentos e posteriormente confirmando na análise estatística, observa-se que a produção de etanol em Processo de Batelada é perfeitamente tangível.

No que se refere à operação do equipamento, esta prática é extremamente simples, tendo como principais variáveis de controle a temperatura do deflegmador e temperatura da cuba, não oferecendo nenhuma dificuldade de controle especialmente para o caso do sistema de aquecimento a vapor, uma vez que os instrumentos de controle dão apoio à operação sem problemas. Pelos experimentos realizados foi possível testar a capacidade do equipamento disponibilizado para testes em produzir álcool etílico hidratado combustível com graduação média de 94°GL, tendo o vinho graduação alcoólica em teste com de ebuliômetro medido entre 7 e 10° GL.

Durante os testes pode ser verificado que o equipamento tem um desempenho otimizado para produção por batelada quando operado com as temperaturas dentro das recomendações. Para os testes verificou-se que as temperaturas devem ser trabalhadas nas seguintes condições; temperatura da cuba deverá estar entre 98°C e 100°C tendo seu ponto ótimo a temperatura de 98.5°C. Já para as temperaturas do deflegmador as temperaturas devem variar entre 60°C e 70°C, tendo seu ponto ótimo em 67°C.

Para o caso do sistema de aquecimento a fogo direto, utiliza-se a fornalha e ante-fornalha, sendo que o controle exige do operador uma atenção e cuidado maior, visto que as temperaturas estão dependentes da quantidade de lenha a ser colocada na fornalha. Todos os encaminhamentos do processo necessitam ser relatados aos operadores no momento da aquisição dos equipamentos, no decorrer do seu treinamento.

É preciso considerar também que a produção de Álcool Etílico Hidratado Combustível em Processo de Batelada, “pequena escala”, como é o caso em estudo, não deverá ser o objetivo principal dentro do contexto da Agricultura Familiar, tendo esta como atividade meio e não como atividade fim; o ideal é que este sistema esteja inserido na visão da produção de alimentos dentro da cadeia produtiva da cana-de-açúcar, onde serão utilizados a ponta da cana para

alimentação animal, da mesma forma que o vinhoto também poderá ser utilizado para alimentação animal, fertirrigação ou ainda para geração de Biogás. Com pequenas modificações no equipamento será possível a produção de cachaça.

Pensando dentro do processo produtivo da cana-de-açúcar e com o acréscimo de alguns equipamentos auxiliares será possível a produção de açúcar mascavo, rapadura e melado, os quais são excelentes nutrientes, podem gerar um bom valor agregado se forem comercializados gerando renda adicional para o agricultor familiar.

Para análise final, acredita-se que inserindo o agricultor familiar no contexto da produção de alimentos e suficiência energética, estar-se-á contribuindo para fixação do homem no campo e dando principalmente oportunidade para geração de renda, melhorando sobremaneira a qualidade de vida, diminuindo também os impactos ambientais e econômicos.

9 SUGESTÕES E CONSIDERAÇÕES FINAIS

Para trabalhos futuros sugere-se que seja realizado estudo para melhorar a automatização da produção de álcool etílico; outra sugestão refere-se a possibilidade de inserção de um equipamento para correção da acidez do álcool que poderá ocorrer em função do tipo de condução das fermentações, bem como das variedades de cana-de-açúcar e tempo de moagem. Outro método que poderia ser explorado é a forma que aqui se denomina de sistema rotativo para produção de álcool etílico; neste sistema o álcool não seria produzido pelo agricultor, ficando a cargo deste somente o corte e moagem da cana disponibilizando a garapa para um caminhão que passaria em horário combinado para recolhimento da mesma.

O sistema de produção do álcool estaria a cargo da prefeitura ou empresa ao estilo de participação comunitária, a qual disponibilizaria a logística para recolhimento através de um caminhão e produção junto à destilaria. O agricultor seria remunerado ou em empresa de acordo com a produção da garapa bem como pelo Grau Brix da cana moída. O resultado da produção na microdestilaria, ou seja, o álcool ficaria a cargo da empresa que poderia usar este álcool a critério do poder público ou regras previamente acordadas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANCIÕES, Adolpho Wanderlei da Fonseca, et. al.; **Avaliação Tecnológica do álcool Etílico**. In: CNPq- Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico. Brasília. 1980. 2ª edição.

BATISTA, Viviane Maria. **Produção de Álcool (etanol)** – Trabalho de conclusão de curso de Engenharia de Alimentos – Universidade Católica de Goiás “UCG”, 2003.

BARBETTA, Pedro Alberto. Et. al. **Estatística para cursos de engenharia e informática**. Ed. Atlas. São Paulo, 2007.

BARROS NETO, Benício de. **Como Fazer Experimentos: Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 3ª Ed. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2007.

BORRERO, M. A. V; Pereira, J. T. V.; MIRANDA, E. E. **An Enviromental managment method for sugar cane alcohol production In Brazil, biomass and bioenergy**. Vol 25, 2003.

BOX, G. E.P., WILSON, K. B. (1951). “On the Experimental Attainment of Optimum Conditions”, *Journal of the Royal* .

BRAGA, Vivian Santoro. **A influência da temperatura na condução de dois processos fermentativos para produção de cachaça**. Dissertação (Mestrado de Ciências). Área de Concentração: Ciência e Tecnologia de Alimentos - Universidade de São Paulo. Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Piracicaba, 2006.

BRASIL, **Resolução da ANP nº 36/2005**, 2005 disponível em :[http://nxt.anp.gov.br/NXT/gateway.dll/leg/resolucoes_anp/2005/dezembro/ranp%2036%20-%202005.xml?fn=document-frameset.htm\\$f=templates\\$3.0](http://nxt.anp.gov.br/NXT/gateway.dll/leg/resolucoes_anp/2005/dezembro/ranp%2036%20-%202005.xml?fn=document-frameset.htm$f=templates$3.0) Acesso dia 02 de Julho de 2009

BRATZ, Gildo. **Biocombustível e Agricultura Familiar: um casamento possível?**
In: Revista Eco e Ação: Ecologia e Responsabilidade, 24 de abril de 2008.

BUENO, Ricardo. **Pró-Álcool: rumo ao desastre.** Vozes: Petrópolis 1981.

BUTTON, S.T. **Metodologia para planejamento experimental e análise de resultado.** São Paulo, Universidade Estadual de Campinas. Apostila. 2001.

CAMPOS, M. P. Produção de etanol a partir de matérias-primas sacarinas. In: Furtado, J. S. **Fermentações Industriais & Transformações Microbianas.** Sociedade Brasileira de Microbiologia. São Paulo. P 92 – 98. 1980.

CAIRO, N. **O livro da canna de assucar.** 2ª edição. Curitiba: Plácido da silva, 1924.

CALLE, Frank Rosillo; BAJAY Sérgio V. e ROTHMAN, Harry. **Uso da biomassa para produção de energia na indústria brasileira –** Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2005.

CARIOCA, José Osvaldo Beserra; ARORA, Harbans Lal. **Biomassa Fundamentos e Aplicações Tecnológicas-** UFC 1984

CARVALHO, Lessandro. **Açúcar e Álcool – Agrobusiness,** São Paulo Ano 64, nº 720 pg. 32 novembro 2008.

CERQUEIRA LEITE, R. C. **O Pró-Álcool: a única alternativa para o futuro.** 3ª Ed. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 1988.

_____. **A expansão do Pró-Álcool como medida de desenvolvimento nacional.** Campinas, SP: AGRENER-GD, Unicamp, 2002.

COELHO, Suani Teixeira. **Avaliação da cogeração de eletricidade a partir de Bagaço de Cana em Sistemas de Gaseificador/Turbina a Gás São Paulo.** Dissertação (Mestrado em Energia) Programa Interunidades de Pós-Graduação em Energia, Universidade de São Paulo, 1992.

COUTINHO, E. P. **Dinâmica da Modernização do setor de produção de aguardente de cana-de-açúcar no Brasil: Construindo uma cachaça de qualidade** (tese de doutorado) Coppe/ UFRJ. Rio de Janeiro. 2001.

CORTEZ, L. A.; BAJAY, S.W.; BRAUNBECK, O. **Uso de resíduos agrícolas para fins energéticos: o caso da palha de cana-de-açúcar.** São Paulo: CENBIO, s.d., 15p. (Artigos Técnicos).1999.

CORTEZ, Luíz Augusto Barbosa. et. al. **Biomassa para energia/** organização luiz Augusto Barbosa Cortez, Electo Eduardo Silva Lora, Edgard Olivares Gómez-Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2008.

CORSINI, R. **Plano das mini-usinas de álcool hidratado**. Revista do Instituto de Engenharia, USP, São Carlos, SP, 1981.

CUNHA, A.P. **Automação e controle “on-line” de uma coluna de destilação em batelada**, Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1996, 115p. Tese (Mestrado).

CUSTÓDIO, T. N., MORAIS, A.R. DE; MUNIZ, J.A. **Superfície de resposta em experimento com parcelas subdivididas**. Ciência Agrotécnica. 2000.

DAMASCENO, João Jorge Ribeiro. **Destilação: Obtenção de Álcool Etílico Hidratado e Anidro**. Uberaba. FAZU - Faculdades Associadas de Uberaba, 2008.

FERREIRA, A. C. M. **Tratamento de vinhoto e prevenção e controle da poluição na indústria do álcool**. Degremont: Saneamento e Tratamento de Águas Ltda, 1985.

Filho, R. Pereira, Poppi, Ronei J. e Arruda, Marco A. Z. **Emprego de Planejamento Fatorial para Otimização das Temperaturas de Pirólise e Atomização de Al, Cd, Mo E Pb Por ETAAS** Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas. Campinas –SP. 2001. Disponível.http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S01000422002000200013&lng=pt&nrm=iso&tlng=pt .Acesso em 20 de março de 2010.

FOUST, Alan S. **Princípios das operações unitárias**. Editora LTC São Paulo, 1982.

GOMIDE, R. **Operações Unitárias**. V. 4 São Paulo: Gomide, 1980.

GIL, A. C. **Como Elaborar projetos de pesquisa**. 4 ed. São Paulo: Atlas, 2009.

GONÇALVES, D.; WAL, E. **Etanol a partir de amiláceos**. Minas Gerais: Associação brasileira de Química, Seção Regional de Minas gerais, 1979.

GUIMARÃES; M. M. et al. **Biomassa, energia dos trópicos** em Minas Gerais Belo Horizonte: LabMídia/FAFICH, 2001

HIENGSTEBECK, R. J. **Destilación- principios y métodos de diseño**. México Compañía editorial Continental S.A., 1975.

HOFFMANN, Ronaldo. **Análise do Desempenho de uma micro-Destilaria Anexa para a Região das Encostas Basálticas do Rio Grande do Sul**. Porto Alegre, UFRGS, 118p (Dissertação, Mestre em Engenharia, Área de Concentração Engenharia da Energia), 1985.

JACOBS, J. **Instalações de destilação e retificação**. Piracicaba: Jornal de Piracicaba, 1956.

JAMBEIRO, M. B. **Engenhos de rapadura: Racionalidade do tradicional numa sociedade em desenvolvimento**. São Paulo: Instituto de estudos brasileiros/ USP, 1973.

JOSIMO, Instituto Cultural Padre. **A agricultura Camponesa e as Energias Renováveis: Um guia técnico**. 1ªEd. Porto Alegre: Padre Josimo, 2008.

JUNG, Carlos Fernando. **Metodologia Para Pesquisa & Desenvolvimento: Aplicada a Novas Tecnologias, produtos e Processos**. Rio de Janeiro: Axcel Books do Brasil, 2004.

JUNIOR, Irai Santos. **Análise do Processo de destilação multicomponente em batelada e estratégia de otimização heurística**. Dissertação de mestrado Universidade Estadual de Campinas – Faculdade de Engenharia Química-Unicamp 1998.

KERN, Donald Q. **Processos de transmissão de calor**- Tradução por Adir M. Luiz. Rio de Janeiro: Ed. Guanabara Dois, 1982.

LA ROVERE, E.; TOLMASQUIM, M. (1984): “**Sistemas integrados de produção de energia e alimentos - SIPEA**”, em CNPq-FINEP-UNB-UNESCO-UNO “Proceedings of the International Seminar on Ecosystems, Food and Energy”, UNESCO, Escritório regional para a Ciência e Tecnologia, Montevideu, Uruguai.

LEME, Jorge L Junior e MARCONDES, José Borges. **Açúcar de Cana**. Imprensa Universitária. Universidade Rural do Estado de Minas Gerais. Viçosa. 1965.

LETTINGA, G. **Anaerobic Treatment for Wastewater Treatment and energy Production**, in: Inter-American Seminar on Biogas, 11, João Pessoa, 1991.

LEI DE RAOULT. Acesso em http://www.tiosam.net/enciclopedia/?q=Lei_de_Raoult. Consultado em janeiro de 2010.

LEI DE HENRIY. Acesso em http://www.tiosam.net/enciclopedia/?q=Lei_de_Henriy. Consultado em janeiro de 2010.

LEITE, Antonio Dias. **A Energia do Brasil**. 1ª Edição. São Paulo Nova Fronteira, 1997.

LIMA, Léo da Rocha. **Álcool Carburante: Uma estratégia brasileira**. Curitiba: ed. UFPR, 2002.

LIMA, Urgel de Almeida. **Biotecnologia industrial** – Processos fermentativos e enzimáticos/Urgel de Almeida Lima – outros coordenadores: Eugênio Aquarone, Walter Borzani, Willibaldo Schmidell – São Paulo: Blucher, 2001.

LOPES, Maira Mendes. **Estudo comparativo em da destilação em batelada operando com refluxo constante e com composição do destilado constante.** Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do Título de Mestre em Engenharia. São Paulo, 2008.

MACEDO, Luiz Carlos Hernandez de. **Álcool Etílico: da cachaça ao cereal.** São Paulo. Ícone, 1993.

MAIA, Amazile Biagiori Ribeiro de Abreu. **Tecnologia da cachaça de alambique.** Belo Horizonte: Sebrae/MG, SINDIBEBIDAS , 2005.

MARAFANTE, Luciano J. **Tecnologia da fabricação do álcool e do açúcar.** São Paulo: Ícone, 1993.

MARCOCCIA, Renato. **A participação do etanol brasileiro em uma nova perspectiva na matriz energética mundial.** USP, 2007.

MENEZES, T.J.B. **Etanol o combustível do Brasil.** Editora Agronômica Ceres, São Paulo, 1980.

MENEZES, T. J. B. Importância da sacarificação na produção de alimentos e energia. In: Furtado, J.S. **Fermentações Industriais & Transformações Microbianas.** Sociedade Brasileira de Microbiologia. São Paulo. P 5- 11. 1982.

MELLO, Marcello Guimarães (org.) Belo Horizonte: LabMídia/FAFICH, 2001. 272p.

MONTGOMERY, C. Douglas . et. al. Estatística aplicada à engenharia 2ª ed. Editora LTC. Tradução Verônica Calado, D.Sc. Departamento de Engenharia Química/ Escola de Química UFRJ. 2004.

MONTGOMERY, D. C. **Diseño y analisis de experimentos.** Trad. Por Jaime Delgado Saldivar. México, Iberoamérica, 1991.

MORETTIN, Luiz Gonzaga. **Estatística básica.** V 2. Inferência São Paulo : Pearson Makron Books, 2000.

MORRISON, R. R. B. **Química orgânica.** 9ª ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1990.

NEVES, Luiz M. Batete. **Tecnologia da Fabricação do Álcool.** São Paulo, Revista Brasileira de Química, 1938.

OLIVEIRA, L. C. **Uso integrado do método QFD e da técnica estatística de planejamento e análise de experimentos na etapa do projeto do produto e do processo**. Belo Horizonte, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção UFMG, 1999. Dissertação de Mestrado, 270p.

ORTEGA, **A produção de etanol em micro e mini-destilarias**. 2004. Acessível em: <http://www.unicamp.br/fea/ortega/MarcelloMello/mini-usina-Ortega.pdf>. Acesso em 10 de janeiro de 2009.

O Novo Ciclo da Cana: Estudo sobre a competitividade do sistema agroindustrial da cana-de-açúcar e prospecção de novos empreendimentos/ed IEL/NC. Brasília: SEBRAE, 2005.

PAIVA, Anderson Paulo de, **Metodologia de Superfície de Resposta e Análise de Componentes Principais em Otimização de Processos de Manufatura com Múltipla Resposta Correlacionadas**. Itajubá, 2006 .257p. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia Mecânica) Universidade Federal de Itajubá- 2006.

PAIXÃO, M. J. P. **No coração do Canavial: Estudo Crítico da Evolução do Complexo Agroindustrial Sucoalcooleiro e das Relações de Trabalho na Lavoura Canavieira**. Dissertação de Mestrado, Rio de Janeiro: Programa de Engenharia de Produção. Universidade Federal do Rio de Janeiro. 1994.

PAYNE, John Howard. **Operações unitárias na produção de açúcar de cana**. São Paulo: Nobel: STAB, 1989.

PEDROSA, Luciano da Silva. **Controle adaptativo de uma coluna piloto de destilação em batelada com inferência de composição através de redes neurais artificiais**. Dissertação de Mestrado apresentada a Faculdade de Engenharia Química-UNICAMP – São Paulo, 2008.

PEREIRA, R. E. **Avaliação do potencial nacional de geração de resíduos agrícolas para Produção de Etanol**. Rio de Janeiro: Escola de Química, Dissertação de Mestrado em Ciências, 2006.

QUEDA, Oriowaldo. **A intervenção do Estado e a Agroindústria açucareira paulista**. Piracicaba, 1972.

RAMOS, A. W. **Delineamento de experimentos. – Controle de Qualidade**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2005. Disponível em: <http://www.prd.usp.br/>. Acessado em Agosto 2008.

RASOVSKY, E. M. **Álcool – Destilarias**, Rio de Janeiro, Instituto do Açúcar e do Álcool. Coleção Canavieira, 12, 1979.

RODRIGUES, R. **Qualidade bromatológica de silagens de capim elefante e cana-de-açúcar aditivadas com raspa de batata**. 2005. 77 f. Dissertação (Mestrado) - Universidade José do Rosário Vellano, Alfenas, 2005.

REY, L. **Planejar e redigir trabalhos científicos**. 2. ed. São Paulo, Edgard Blücher, 1993.

REGULY, Julio Carlos, **Biotecnologia dos processos fermentativos – Fundamentos, matérias-primas agrícolas, produtos e processos**. Vol- 1 Editora universitária – UFPel – 1996.

SACHS, I. **Ecodesenvolvimento: crescer sem destruir**. Editora Vértice, São Paulo, 1988.

SANTANA, Nívio Batista. **Eficiência da Hidrólise de Amido de Mandioca por Diferentes Fontes Enzimáticas e Rendimento da Fermentação Alcoólica para Produção de Etanol- Dissertação Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Universidade Federal de Viçosa, Viçosa Minas Gerais, 2007.

SHOVE, R. C.; GILLIAND, E. R. **Elements of fractional distillation**. New York: McGraw-Hill, 1975.

SILVA, Andréia Souto da. **Avaliação da secagem do bagaço de cajá usando Planejamento Fatorial Composto Central**. 70 f. Dissertação (Mestre em Engenharia Química) Universidade Federal do Rio Grande do Norte – Natal, RN. 2008.

SILVA, C. C. M.; SILVA, M. V. L. e SANTOS, J. R. **Estudo das características físico-químicas de ésteres obtidos a partir do óleo de mamona, Ricinus communis L**. 28ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química. Poços de Calda –MG, 2005.

SLACK, N. et al. **Administração da Produção**. Trad. Por Ailton B. Brandão, Carmem Dolores, Henrique Corrêa, Sônia Corrêa e Irineu Giansi. São Paulo, Atlas, 1997.

SPIEGEL, Murray Ralph- **Estatística: resumo da teoria**, tradução de Pedro Cosentino; ed. rev. Por Carlos José Pereira de Lucena. São Paulo, McGraw-Hill do Brasil, 1975- coleção Schaum.

SKOOG. Et. al. **Fundamentos de química analítica**. Tradução Marco Grassi; revisão técnica Célio Pasquini, São Paulo: Cengage Learning, 2008.

STUPIELLO, J. P. **Matérias-Primas para a obtenção do álcool**; In: Furtado, J. S. Fermetações Industriais & transformações microbianas. Sociedade Brasileira de Microbiologia. São Paulo, 1980.

SILVA, C. C. M.; SILVA, M. V. L. e SANTOS, J. R. **Estudo das características físico-químicas de ésteres obtidos a partir do óleo de mamona**, *Ricinus communis* L. 28ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química. Poços de Calda – MG, 2005.

SKOOG, et.al.; **Fundamentos de química analítica** [Tradução Marco Grassi; Revisão Técnica Célio Pasquini].- São Paulo : Cengage Learning, 2008.

TREYBAL, R. E. **Mass-Transfer Operations**, 3ª Ed. Mc.Graw-hill Book Company, New York, 1980.

THAN, Lorien. 1997. Disponível em <http://lorien.ncl.ac.uk/ming/distil/distiltyp.htm>. Consultada dia 27 de novembro de 2009.

VIEIRA, Sonia. **Análise de Variância: (Anova)**. São Paulo: Atlas, 2006.

VILLELA, José Roque Alves. **Validação de processo – Um modelo utilizando ferramentas de qualidade estatística**. 102p Dissertação, Mestre profissional em engenharia mecânica/Gestão da qualidade total – Unicamp - SP. 2004.

ZASTROW, C. R.; STAMBUK, B. U. **Transporte e fermentação de açúcares por leveduras da indústria cervejeira**. Revista Univille, Volume 5, nº 1. 2000.

WERKEMA, M.C.; AGUIAR, S. (1996). **Planejamento e análise de experimentos: como identificar as principais variáveis influentes em um processo**. Belo Horizonte, Fundação Christiano Ottoni. v 8.

ANEXOS

ANEXO A

Relatórios de Processo Coluna Batelada

Relatório de Processo Coluna Batelada

Dia:17-10-2008.....Local..chapadão.....Planilha.....01.....

Hora	Temperaturas		pressão		Temp. Cuba	°Gl	Prod.Hor	Obs;
	Deflag.	Conden.	Linha	Cuba				
09:15	-	-	-	-	-	-	-	Liberamos o vapor para cuba , para começar aquecer lentamente
09:30	-	-	0,1	-	30°	-	-	Após o carregamento do vinho selamos a porta de carregamento
09:45	15.9	14.9	0,4	-	50°	-	-	Ajustei a pressão para 0,5 Kg/cm ²
10:00	16	15.5	0,25	-	68°	-	-	
10:15	16.3	16	0,2	-	82°	-	-	A saída de álcool do refluxo foi aberta para liberar pressão dentro da coluna , foi possível observar sopro na proveta.
10:30	18.8	16.8	0,25	-	94°	-	-	Às 10:35 liguei a água do condensador para manter a temperatura baixa , às 10:40 começou a sair álcool a 70° GL
10:45	66.8	62.8	0,5	0,2	100°	85°	-	Às 10:40 foi aberto o registro de água do deflagmador para baixar a temp. para 60°C
11:00	Foi parado devido a falta de água							
12:15	53.8	30	0.25	0.1	96°	-	-	
12:30	61.4	20	0,5	0,1	94°	-	-	
12:45	65.7	19.7	0,5	0,2	100°	94°	-	

Relatório de Processo Coluna Batelada

Dia: ..17 de outubro..2008.....Local.....Chapadão.....Planilha....02.....

Hora	Temperaturas		Pressão		Temp. Cuba	°GI	Prod.Hor	Obs;
	Deflag.	Conden.	Linha	Cuba				
13:00	73	19.2	0,5	0,4	104°	-	-	-
13:15	78.4	23.4	0,5	0,4	103°	94°	-	Refluxo no visor está razoável
13:30	80.8	23,2	0,6	0,4	104°	94°		
13:45	76.4	23.8	0,5	0,4	103°	93°	-	-
14:00	77	23.9	0,5	0,4	104°	93°	-	-
14:15	77	24.4	0,5	0,4	104°	93°	-	
14:30	78.3	25	0,4	0,25	102°	93°	-	-
14:45	75	24.8	0,5	0,25	102°	93°	-	-
15:15	77	24.5	0,4	0,25	104°	93°	-	Leitura prato superior 90° GL
15:30	77	24.2	0,4	0,25	103°	93°	-	Leitura prato superior 91° GL
15:45	78.2	24.8	0,35	0,20	102°	93°	-	-

Relatório de Processo Coluna Batelada

Dia:17 de outubro..2008.....Local.....Chapadão.....Planilha.....03.....

Hora	Temperaturas		Pressão		Temp. Cuba	°GI	Prod.Hor	Obs;
	Deflag.	Conden.	Linha	Cuba				
16:00	79.2	26.0	0,3	0,25	102°	92°	-	-
16:15	76.4	26.1	0,3	0,2	101°	90°	-	Foi ajustado a pressão para 0,5 kg/cm ²
16:30	80.2	26.8	0,45	0,2	102°	87°	-	Pouco fluxo no visor
16:45	77.6	26.5	0,25	0,20	102°	85°	-	-
17:00	76.3	26.2	0,3	0,2	102°	85°	-	Muito pouco refluxo
17:15	70.3	32	0,2	=	98°	70°	-	-
17:30	60.2	24.2	0,4	-	98°	60°	-	A pressão foi alterada para 0,4
17:45	71	24.9	0,5	0,1	102°	40°	-	-
17:50	79	26	05	0,2	102°	20°	-	Foi suspenso o processo foi retirado 25 litros de álcool fraco
Foram destilados 90 litros de álcool bom com 93° GL								

Relatório de Processo Coluna Batelada

Dia: ..28-07-08.....Local.....chapadão.....Planilha.....01.....

Hora	Temperaturas		Pressão		Temp. Cuba	°Gl	Prod.Hor	Obs;
	Deflag.	Conden.	Linha	Cuba				
14:15	23.1	28	0.4	-	64	-	-	
14:35	23	24,0	0.5	-	82	-	-	
15:00	63	39	0.6	-	100	84°		
15:15	63	37	0.5	-	102			
15:30	68	36	0.5	0.1	102	85°		
15:40	66	35	0.4	0.1	100	84°		
15:50	57	33	0,25	-	98	84°		
16:00	56	31	0.25	-	100	84°		
16:20	71	31	0.3	-	100	84°		
16:30	74	31	0.3	-	100	84°		
16:40	80	31	05	0.2	102	80		

Relatório de Processo Coluna Batelada

Dia:26/05/2008.....Local.....Chapadão.....Planilha.....02

Hora	Temperaturas		Pressão		Temp. Cuba	°Gl	Prod.Hor	Obs;
	Deflag.	Conden.	Linha	Cuba				
15:20	40	27			23			20- minutos tempo de troca Alimentado o fogo.
								Temp. Caldo de Alim. 35°C
16:25	55	30			93°			Álcool Fraco
16:30	56	31				80°GL		
16:38	55	30			97°	90°GL		
16:45	57	32			97°	96°GL		Maior parte do tempo
18:35	59	33			85°GL			Encerrado o Processo
19:10					20°GL			Parado

Parâmetros Operacionais

Destilador – 93° a 100 ° C

Deflagmador - 60° - 70°C

Condensador: Aconselhável menor que 50°C (ideal 35° a 40°C)

Providências: Melhorar a eficiência de aquecimento do pré-aquecedor. Aumentar o diâmetro da saída do vinhoto e entrada de caldo do pré-aquecedor (objetivando acelerar a troca entre bateladas) não deixar o destilador sem válvula manual para alívio de pressão, o fundo sempre será para baixo.

ANEXO B
Vista geral onde estão instalados equipamentos produzidos pela Empresa Limana
Poliserviços

Equipamento instalado no Município do Rolador



Vista da coluna de destilação em processo de Batelada



Equipe de Montagem e Agricultores familiares em frente a coluna de destilação por Batelada na cidade do Rolador



Vista interna do galpão onde estão instaladas as dornas de fermentação



Caldeira utilizada para gerar vapor para coluna de destilação



Equipamento instalado na Afubra – Associação dos Fumicultores do Brasil em Santa Cruz do Sul



Equipamento instalado em Rosário do Sul em fase de teste



Equipamento instalado em Rosário do Sul, momento da inauguração



Coluna de destilação em fase de instalação na Universidade Federal de Santa Maria



Microdestilaria Instalada Instituto Visão em Porangaba – São Paulo

Vista da cuba da coluna de destilação Instituto. Visão



Vista posterior da cuba da coluna de destilação Instituto Visão



Visita da Moenda

Retirada de álcool na resfriadeira



ANEXO C
Lei de Raoult

Na química, a **lei de Raoult** é dedicada a François-Marie Raoult (1830-1901) e afirma que a pressão parcial de cada componente em uma solução ideal é dependente da pressão de vapor dos componentes individuais e da fração molar dos mesmos componentes.

Uma vez alcançado o equilíbrio na solução, a pressão de vapor total da solução é:

$$P_{solucao} = (P_1)_{puro}X_1 + (P_2)_{puro}X_2 \dots$$

e a pressão de vapor individual ou pressão parcial de cada componente é

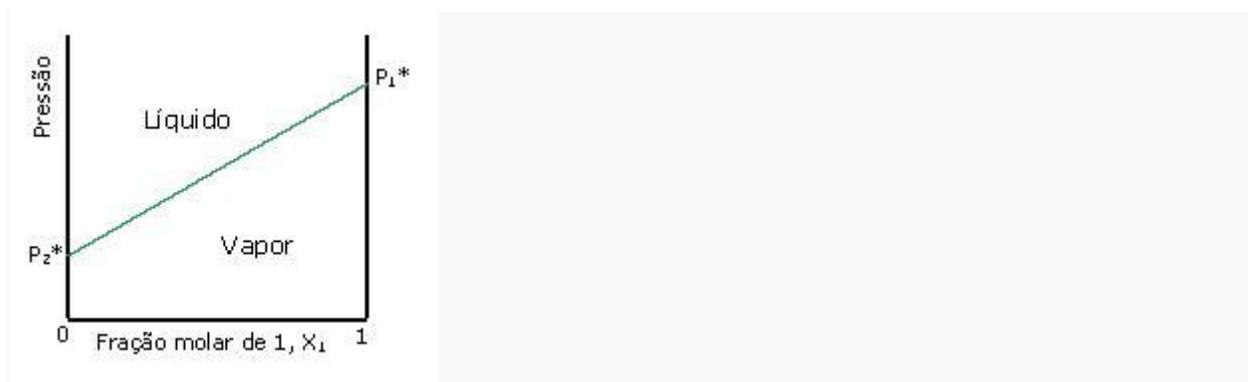
$$P_i = (P_i)_{puro}X_i$$

onde

- $(P_i)_{puro}$ ou P_i^* é a pressão de vapor do componente puro
- X_i é a fração molar do componente na solução

Como consequência, com o aumento do número de componentes em uma solução, a pressão de vapor individual de cada componente diminui, já que a fração molar de cada componente diminui a cada acréscimo de um novo componente. Se um soluto puro tem pressão de vapor zero (isto é, não evapora) e é dissolvido em um solvente, a pressão de vapor da solução final será menor que o do solvente puro.

Esta lei é válida estritamente apenas se a ligação entre, por exemplo, as moléculas de diferentes líquidos em uma mistura for qualitativamente igual à ligação entre moléculas dos próprios líquidos individualmente (que é a condição de uma solução ideal). Portanto, a comparação entre valores de pressões de vapor reais e valores preditos pela **lei de Raoult** permite obter informações sobre a força relativa da ligação entre os líquidos presentes na mistura estudada.



Varição da pressão de vapor total de uma mistura binária com a fração molar do composto 1 quando a **LEI DE RAOULT** é obedecida.

Por exemplo, se o valor real for menor que o valor esperado, é porque menos moléculas escaparam da solução líquida para a fase vapor; isto pode ser explicado ao afirmar que a força de ligação *entre* as moléculas dos diferentes líquidos é mais forte do que a ligação *dentro* dos próprios líquidos individualmente, de forma que menos moléculas têm energia suficiente para escapar à fase vapor. Se, porém, o valor real é maior que o valor esperado, é porque mais moléculas escaparam para a fase vapor devido à ligação mais fraca entre as diferentes moléculas da mistura.

A partir da **LEI DE RAOULT** também é possível observar que em uma solução ideal de dois líquidos voláteis, a pressão de vapor total (em uma dada temperatura) varia linearmente com a composição da solução de P_2^* a P_1^* quando X_1 varia de 0 a 1, como pode ser observado na figura ao lado.

http://www.tiosam.net/enciclopedia/?q=Lei_de_Raoult consultado em janeiro de 2010.

ANEXO D

Lei de Henry

A solubilidade de um gás dissolvido em um líquido é proporcional à pressão parcial do gás acima do líquido. Este é o enunciado da **lei de Henry**, que pode ser escrita

$$X = KP$$

onde:

X = fração molar de equilíbrio do gás em solução (sua solubilidade);

P = pressão parcial na fase gasosa;

K = constante de proporcionalidade, ou constante da lei de Henry.

Valores da constante da lei de Henry na água ($K \times 10^5 \text{ atm}^{-1}$)				
Gás	0°C	20°C	40°C	60°C
H ₂	1,72	1,46	1,31	1,21
N ₂	1,86	1,32	1,00	0,874
O ₂	3,98	2,58	1,84	1,57

A lei de Henry aplica-se somente quando a concentração do soluto e a sua pressão parcial são baixas, isto é, quando o gás e sua solução são essencialmente ideais, e quando o soluto não interage fortemente de nenhuma maneira com o solvente.

http://www.tiosam.net/enciclopedia/?q=Lei_de_Henriy consultado em janeiro de 2010.

ANEXO E

Tabelas Relativas aos experimentos definidos pelos Fatoriais

Tabelas Relativas aos experimentos definidos pelos Fatoriais

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
01	97	52		

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
02	99	52		

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
03	97	67		

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
04	99	67		

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
05	96	60		

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
06	100	60		

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
07	98	50		

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
08	98	70		

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
09	98	60		

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
10	98	60		

Montagem do experimento Coluna de Destilação Processo em Batelada

Ensaio Número	Temp. Cuba X1	Temp Deflegmador X2	Graduação X3 (GL ^o)	Produção por Batelada X4 (litros)
11	98	60		

ANEXO F

Instrução de Calibração e fotos da Instrumentação

Ebuliômetro

Metodologia para calibração do ebuliômetro

Determinação da temperatura de ebulição da água (calibração)

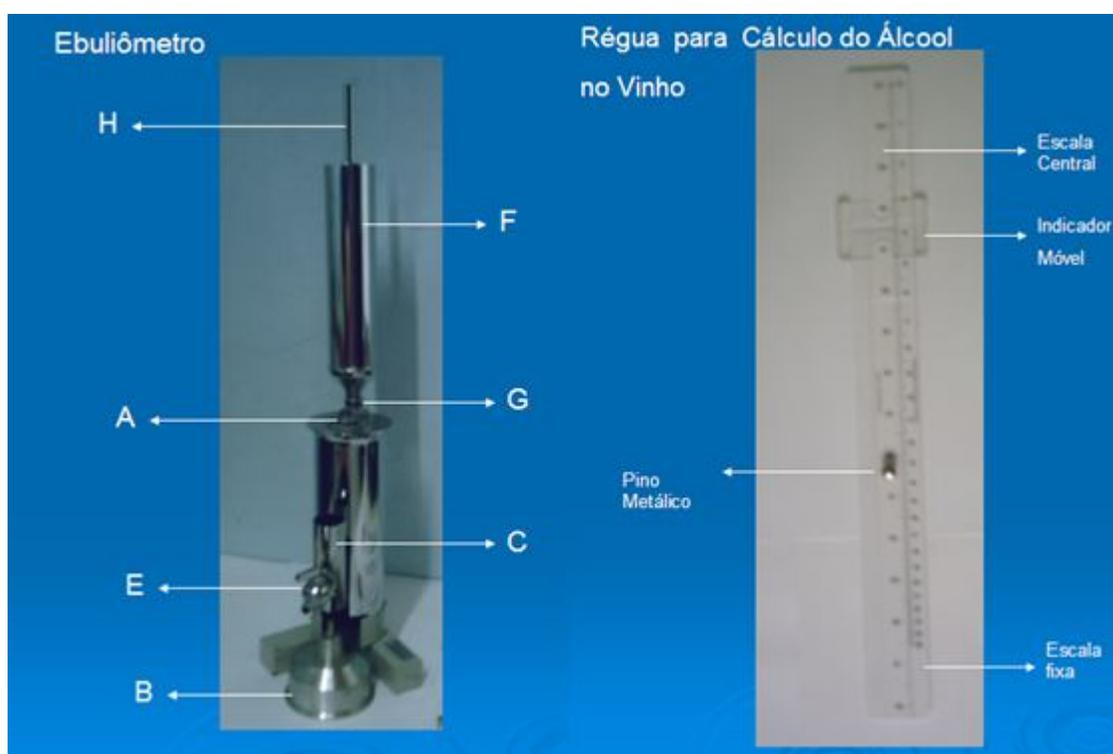
- Encher o tubo de vidro com água até o traço inferior;
- Transferir para a caldeira, pelo orifício A, a quantidade de água contida no tubo de vidro;
- Conectar o termômetro à caldeira no orifício A;
- Para esta operação, não colocar água no condensador;
- Acender o pavio da lamparina B;
- Aproximadamente 3 minutos após a coluna de mercúrio do termômetro deve subir e o vapor deve sair pelo tubo H do condensador;
- Observar o termômetro e quando a coluna de mercúrio estabilizar, anotar o valor escrito;
- Abrir a torneira E, deixando escoar a água existente na caldeira.

Determinação da graduação alcoólica em °GL

- Pelo orifício A, colocar na caldeira um pouco do líquido a ser analisado; agita-la para retirar gotas de água que possam ter permanecido em seu interior; abrir a torneira E para deixar esse líquido escoar;
- Encher o tubo de vidro até o traço superior, com o líquido contido a ser analisado;
- Pelo orifício A, colocar na caldeira o líquido contido no tubo de vidro, e em seguida, no mesmo orifício, o termômetro;
- Encher o condensador F com água fria;
- Acender o pavio da lamparina B e coloca-la bem centrada sob a chaminé C;
- Após aproximadamente 5 minutos, a coluna de mercúrio do termômetro deve estabilizar; anotar por escrito a leitura obtida.

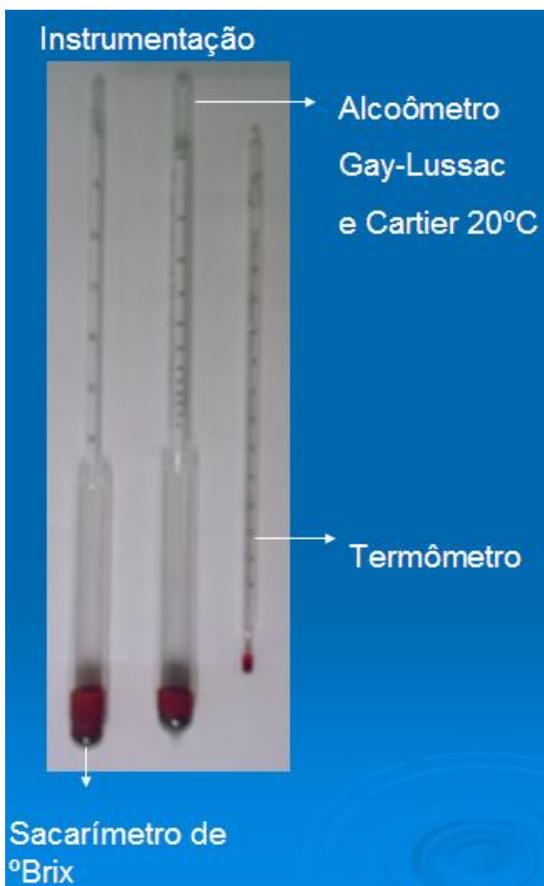
Cálculo do teor alcoólico com a régua

- Desapertar o pino metálico e mover a escala central ($^{\circ}\text{C}$) fazendo com que o valor da leitura obtida na “determinação da temperatura de ebulição de água” coincida com o ponto “Zero” da escala fixa à direita da régua. (graduação alcoólica decimal);
- Travar o pino e a régua estará pronta para fornecer a leitura direta da graduação alcoólica nos vários testes a serem efetuados, isto desde que não haja necessidade de outra calibração no ebulliômetro. A foto da seqüência mostra os respectivos dispositivos.





Alcoômetro Gay-Lussac e Cartier 20°, adquirido da empresa Incoterm.
Sacarímetro de °Brix, escala 0 a 30 adquirido da empresa Incoterm. Termômetro escala
-10 a 100 °C também adquirido da empresa Incoterm.



ALCOOMETRIA

Resumo da teoria:

O alcoômetro destina-se, unicamente, à determinação do grau alcoólico das misturas de água e álcool etílico. O instrumento é um densímetro especial que indica, imediatamente, o número do volume de álcool etílico contido em 100 volumes de uma mistura feita exclusivamente de álcool etílico e água. Com efeito, sua escala de graduação é baseada sobre as densidades das misturas de álcool etílico e água, determinadas à temperatura de 15°C ou 20°C. Como o álcool e a água se contraem por sua recíproca dissolução e como a contração varia de acordo com a proporção dos líquidos misturados, as divisões do alcoômetro não são nem equidistantes nem regulares na variação de seus afastamentos.

- ◆ **°Gay Lussac (°GL= %V):** quantidade em mililitros de álcool absoluto contida em 100 mililitros de mistura hidro-alcoólica.
- ◆ **°INPM (%P= porcentagem de álcool em peso ou grau alcoólico INPM):** quantidade em gramas de álcool absoluto contida em 100 gramas de mistura hidro-alcoólica.

5) Método para utilização do alcoômetro:

a) Uso do alcoômetro:

- ◆ Colocar o álcool a examinar em proveta de dimensões tais que permitam ao alcoômetro flutuar livremente, sem tocar no fundo ou nas paredes. Evitar a formação de bolhas.
- ◆ Imergir na solução de álcool o alcoômetro rigorosamente limpo e desengordurado. Atingida a posição de equilíbrio, verificar o ponto de afloramento da haste, observando tangencialmente ao nível do líquido, ou seja, na parte inferior do menisco.
- ◆ O número correspondente ao ponto de afloramento indica em centésimos e em volume, o teor do líquido em álcool absoluto. É necessário fazer correções sobre a indicação do instrumento em função da temperatura.

Correção *aproximada* da temperatura do alcoômetro:

$$g = g_0 - 0,4(t - t_0)$$

g = grau alcoólico na temperatura da experiência

g_0 = grau alcoólico na temperatura de graduação do alcoômetro (20°C) - *valor lido no alcoômetro.*

t = temperatura da experiência

t_0 = temperatura da graduação do alcoômetro

0,4 = constante

USO DO SACARÍMETRO DE BRUX

Recomenda-se ao utilizar o sacarímetro de brix observar:

- **Limpeza:** O sacarímetros de Brix deve estar limpo antes de ser inserido na solução. Impurezas irão alterar o valor da medição;

- **Homogeneidade da solução:** a amostra deve estar homogênea de forma que a medição não seja alterada. Recomenda-se misturar a amostra na proveta com uma haste de vidro até homogeneizar a amostra;

- **Após estabilizar a solução:** A solução deve estar parada (estática) na proveta para inserir o sacarímetros de Brix. O densímetro pode bater nas paredes da proveta e quebrar caso o líquido não esteja estático;

- **Após utilizar o sacarímetro de brix:** Guardá-lo limpo na sua embalagem. Não manusear o densímetro pela sua haste.

Procedimento de Medição:

- I. Inserir a amostra na proveta e homogeneizar a mesma;
- II. Após estabilizar a solução inserir o densímetros de sacarímetros de Brix livre de impurezas na solução e aguardar por até cinco minutos para realizar a medição;
- III. O sacarímetro de brix deve flutuar na solução para uma correta medição. O instrumento não pode encostar no fundo e nas laterais da proveta;
- IV. Realizar a leitura na base do menisco conforme a figura;
- V. Verificar a temperatura e realizar a correção da medição conforme a tabela no verso.

Densímetro calibrado a 20 C.

ANEXO G

Tabela de Correção de Graus Brix

Tabela de Correção											
Temp. de Referência	Graus Brix										Temp. de Referência
°C	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	°C
10	-0,32	-0,42	-0,52	-0,60	-0,67	-0,71	-0,74	-0,76	-0,80	-0,80	10
11	0,30	0,39	0,47	0,54	0,61	0,65	0,67	0,68	0,70	0,70	11
12	0,27	0,35	0,42	0,49	0,54	0,58	0,60	0,61	0,60	0,60	12
13	0,25	0,32	0,38	0,43	0,48	0,51	0,53	0,53	0,53	0,50	13
14	0,22	0,28	0,33	0,37	0,41	0,44	0,45	0,46	0,50	0,50	14
15	-0,20	-0,24	-0,28	-0,32	-0,35	-0,37	-0,38	-0,38	-0,40	-0,40	15
16	0,16	0,19	0,23	0,26	0,28	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	16
17	0,12	0,15	0,17	0,19	0,21	0,22	0,23	0,23	0,25	0,25	17
18	0,08	0,10	0,12	0,13	0,14	0,15	0,15	0,15	0,18	0,20	18
19	-0,04	-0,5	-0,06	-0,06	-0,07	-0,04	-0,08	-0,08	-0,10	-0,10	19
20	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	20
21	+0,05	+0,06	+0,06	+0,07	+0,07	+0,07	+0,08	+0,08	+0,10	+0,10	21
22	0,10	0,11	0,12	0,14	0,14	0,14	0,15	0,16	0,18	0,20	22
23	0,16	0,17	0,19	0,21	0,22	0,23	0,23	0,23	0,25	0,25	23
24	0,21	0,23	0,26	0,28	0,29	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	24
25	0,27	0,30	0,32	0,35	0,37	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40	25
26	+0,33	+0,36	+0,39	+0,42	+0,45	+0,46	+0,47	+0,47	+0,50	+0,40	26
27	0,40	0,42	0,46	0,50	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	27
28	0,46	0,49	0,54	0,57	0,61	0,62	0,64	0,64	0,64	0,64	28
29	0,54	0,56	0,61	0,65	0,69	0,70	0,72	0,72	0,72	0,72	29
30	0,60	0,63	0,68	0,73	0,77	0,80	0,80	0,80	0,80	0,80	30
31	+0,68	+0,70	+0,76	+0,81	+0,85	+0,87	+0,88	+0,88	+0,90	+0,90	31
32	0,75	0,78	0,84	0,90	0,94	0,95	0,97	0,97	1,00	1,00	32

ANEXO H
Resolução da ANP

RESOLUÇÃO ANP Nº 36, DE 6.12.2005 - DOU 7.12.2005

O DIRETOR-GERAL da AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS – ANP, no uso de suas atribuições legais, tendo em vista as disposições da Lei nº 9.478 de 6 de agosto de 1997 alterada pela Lei nº 11.097 de 13 de janeiro de 2005 e da Resolução de Diretoria nº 386, de 01 de dezembro de 2005, torna público o seguinte ato:

Art. 1º. Ficam estabelecidas, através da presente Resolução, as especificações do Álcool Etilico Anidro Combustível (AEAC) e do Álcool Etilico Hidratado Combustível (AEHC) comercializados pelos diversos agentes econômicos em todo o território nacional, consoante as disposições contidas no Regulamento Técnico ANP nº 7/2005, parte integrante desta Resolução.

Art. 2º. Para efeitos desta Resolução os álcoois etílicos combustíveis classificam-se em:

I – Álcool Etilico Anidro Combustível (AEAC) – produzido no País ou importado sob autorização, conforme especificação constante do Regulamento Técnico, destinado aos Distribuidores para mistura com gasolina A para formulação da gasolina C e,

II – Álcool Etilico Hidratado Combustível (AEHC) – produzido no País ou importado sob autorização, conforme especificação constante do Regulamento Técnico, para utilização como combustível em motores de combustão interna de ignição por centelha.

Art. 3º. Os Produtores e Importadores deverão manter sob sua guarda, pelo prazo mínimo de 2 (dois) meses a contar da data de comercialização do produto, uma amostra-testemunha de cada batelada do produto comercializado, armazenada em embalagem identificada, lacrada e acompanhada de Certificado da Qualidade, documento que contém os resultados da análise de todas as características do produto, conforme requeridas no Regulamento Técnico, parte integrante desta Resolução.

§ 1º O Certificado da Qualidade referente à batelada do produto comercializado deverá ter numeração seqüencial anual e ser firmado pelo químico responsável pelas análises laboratoriais efetuadas, com indicação legível de seu nome e número da inscrição no órgão de classe.

§ 2º Durante o prazo assinalado no caput deste artigo a amostra-testemunha e o respectivo Certificado de Qualidade deverão ficar à disposição da ANP para qualquer verificação julgada necessária.

§ 3º Fica dispensada a adição de corante à amostra testemunha.

Art. 4º. A documentação fiscal referente às operações de comercialização do AEAC e do AEHC realizadas pelo Produtor ou Importador, deverá indicar o número do Certificado da Qualidade correspondente ao produto e ser acompanhada de cópia legível do mesmo, atestando que o produto comercializado atende à especificação. No caso de cópia emitida eletronicamente, deverão estar indicados, na cópia, o nome e o número da inscrição no órgão de classe do responsável técnico pelas análises laboratoriais efetuadas.

Art. 5º. Os produtores deverão enviar mensalmente à ANP/SQP, através do endereço eletrônico sqp@anp.gov.br, até o 15º (décimo quinto) dia do mês subsequente àquele a que se referirem os dados enviados, um resumo dos resultados constantes nos Certificados da Qualidade com os valores mínimo, máximo, médio e desvio das seguintes características: acidez, condutividade elétrica, massa específica, teor alcoólico, potencial hidrogeniônico, sulfato, ferro, cobre e sódio.

§ 1º As análises de sulfato, ferro, cobre e sódio serão realizadas quinzenalmente em uma amostra composta preparada a partir das amostras coletadas diariamente dos tanques em movimentação.

§ 2º Na hipótese do AEAC ser transportado ou produzido em local que possua equipamentos ou linhas de cobre, ou ligas que contenham este metal, a análise de cobre deverá ser obrigatoriamente realizada para a emissão do Certificado da Qualidade.

§ 3º Os resumos deverão conter a identificação da unidade produtora, o mês a que se referem os dados e o volume total de produto comercializado cujas amostras foram analisadas, em conformidade com o modelo abaixo.

Característica	Método	Unidade	Mínimo	Máximo	Média	Desvio

onde:

Característica – item da respectiva especificação do produto;

Método – procedimento padronizado constante da especificação em vigor segundo o qual a característica foi analisada.

Unidade – unidade em que está reportado o valor da característica;

Mínimo, Máximo – valores mínimos e máximos encontrados nas determinações laboratoriais do mês de referência;

Média – média ponderada dos volumes objetos das análises realizadas;

Desvio – desvio padrão da amostragem.

§ 4º Adicionalmente, no caso do AEAC, os volumes comercializados deverão estar discriminados conforme a presença ou não de corante. Os volumes de AEAC comercializados sem corante, deverão ser devidamente justificados e informados a razão social e o CNPJ do adquirente, de acordo com o modelo a seguir:

Volume comercializado (m3)		Adquirente	
AEAC com corante	AEAC sem corante	CNPJ	Razão Social

Art. 6º. O Distribuidor de combustíveis automotivos, autorizado pela ANP a realizar as adições de AEAC à gasolina A, para produção da gasolina C, deverá manter sob sua guarda, pelo prazo mínimo de 1 (um) mês, uma amostra-testemunha armazenada em embalagem devidamente identificada, lacrada, coletada ao final do dia de cada tanque de AEAC em operação, acompanhada do Certificado da Qualidade emitido pelo Produtor ou Importador, sempre que houver recebimento deste produto.

Art. 7º. O Distribuidor de combustíveis automotivos deverá certificar a qualidade do AEHC a ser entregue ao Revendedor Varejista através da realização de análises laboratoriais em amostra representativa do produto, emitindo Boletim de Conformidade com numeração seqüencial anual assinado pelo responsável técnico, com indicação legível do nome e número da inscrição no órgão de classe, contendo as seguintes características do produto: aspecto, cor, massa específica, teor alcoólico, potencial hidrogeniônico e condutividade elétrica.

§ 1º O Boletim de Conformidade original deverá ficar sob a guarda do Distribuidor, por um período de 2 (dois) meses, à disposição da ANP, para qualquer verificação julgada necessária.

§ 2º Os resultados da análise das características constantes do Boletim de Conformidade deverão estar enquadrados nos limites estabelecidos pelo Regulamento Técnico, devendo o produto atender às demais características especificadas.

§ 3º Em caso de produto proveniente de dutos e/ou de transporte hidroviário, o Boletim de Conformidade deverá contemplar adicionalmente as seguintes características: resíduo por evaporação, teor de hidrocarbonetos e íon Cloreto, este último apenas no caso de produto proveniente de transporte hidroviário.

§ 4º A documentação fiscal de comercialização do produto deverá indicar o número do Boletim de Conformidade e ser acompanhada de uma cópia do mesmo quando do fornecimento ao Revendedor Varejista. No caso de cópia emitida eletronicamente, deverão estar registrados, na cópia, o nome e o número da inscrição no órgão de classe do responsável técnico pelas análises laboratoriais efetuadas.

Art. 8º. A ANP poderá, a qualquer tempo e às suas expensas, submeter os Produtores e Distribuidores a auditoria de qualidade, a ser executada por entidades certificadoras credenciadas pelo INMETRO, sobre os procedimentos e equipamentos de medição que tenham impacto sobre a qualidade e a confiabilidade dos procedimentos de que trata esta Resolução.

Art. 9º. O Distribuidor deverá enviar à ANP, através do endereço eletrônico distribuidor@anp.gov.br, até o 15º (décimo quinto) dia do mês subsequente àquele a que se referirem os dados enviados, um resumo dos resultados constantes nos Boletins de Conformidade emitidos, devendo conter:

- I – identificação do Distribuidor;
- II – mês de referência dos dados certificados;
- III – volume total comercializado no mês;
- IV – identificação do Produtor ou Importador de quem foi adquirido o AEHC e
- V – tabela de resultados de acordo com o modelo a seguir:

Característica	Unidade	Método	Mínimo	Máximo	Média	Desvio
Massa específica a 20°C	kg/m ³					
Teor alcoólico	°INPM					
Potencial hidrogeniônico (pH)	-					
Condutividade elétrica	µS/m					

onde:

Método – procedimento padronizado constante da especificação em vigor segundo o qual a característica foi analisada;

Mínimo, Máximo – valores mínimos e máximos encontrados nas determinações laboratoriais do mês de referência;

Média – média ponderada dos volumes objeto das análises realizadas;

Desvio – desvio padrão da amostragem.

Art. 10. Fica vedada a comercialização de Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC) e Álcool Etílico Hidratado Combustível (AEHC), definidos no art. 2º desta Resolução, que não se enquadrem nas especificações do Regulamento Técnico.

Art. 11. O corante especificado na Tabela II do Regulamento Técnico ANP nº 7/2005 deverá ser adicionado pelo Produtor, Importador e Transportador Dutoviário ao Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC) comercializado.

§ 1º Fica dispensada a adição de corante ao Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC) destinado à exportação, cabendo ao exportador informar à ANP/SQP (expalcohol@anp.gov.br) até a data do carregamento o volume, país de destino, a movimentação do produto em território nacional e o local por onde o produto deverá deixar o país. O exportador deverá também encaminhar à ANP/SQP cópia da respectiva Declaração de Despacho de Exportação – DDE registrada no SISCOMEX. A critério da ANP, outros requisitos considerados necessários para o controle desta modalidade de movimentação poderão ser exigidos.

§ 2º O Produtor ou Importador poderá ser dispensado da adição do corante ao Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC) destinado ao mercado interno quando movimentado em polidutos.

§ 3º O Transportador Dutoviário quando vier a destinar Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC) ao mercado interno fica obrigado a adicionar o corante.

§ 4º A dispensa de que trata o § 2º deste artigo será autorizada pela ANP, observadas as seguintes condições:

I - A autorização dos volumes será dada mediante solicitação do Produtor, Importador ou Transportador Dutoviário, que deverá informar os volumes por produtor, por ponto de entrega e destino do que for transportado;

II - A autorização da ANP dependerá da exigência e concordância prévia do Transportador Dutoviário;

III - O Produtor deverá informar à ANP, até o dia 15 do mês subsequente, os volumes por caminhões-tanque, sua identificação, data de carregamento, pontos de entrega no Transportador Dutoviário; e

IV. A cada autorização, o Transportador Dutoviário deverá confirmar à ANP, no prazo de até 30 dias, o efetivo recebimento integral dos volumes, com as datas de recebimento, além das informações mencionadas no inciso III.

§ 5º O Produtor, Importador ou Transportador Dutoviário de Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC) deverá manter uma amostra do corante utilizado pelo prazo de 2 (dois) meses à disposição da ANP para qualquer verificação julgada necessária.

§ 6º O corante a ser adicionado ao Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC) deverá ser adquirido de fornecedor cadastrado na ANP/CPT o qual deverá comprovar a adequação do seu produto à especificação prevista no Regulamento Técnico ANP nº 7/2005 – Tabela II e comercializá-lo acompanhado de Ficha de Segurança e Manuseio do Produto.

§ 7º A solicitação de cadastro para fornecimento de corante deverá ser acompanhada de Certificado da Qualidade firmado pelo químico responsável pelas análises laboratoriais efetuadas, com indicação legível do nome e número da inscrição no órgão de classe, conforme Regulamento Técnico ANP nº 7/2005 – Tabela II, Ficha de Segurança e Manuseio do Produto e de amostra do produto em concentração idêntica àquela comercializada. O fornecedor de corante deverá ter o seu cadastro renovado anualmente.

Art. 12. Fica vedada a adição de qualquer corante ao Álcool Etílico Hidratado Combustível (AEHC), o qual deverá obrigatoriamente apresentar-se límpido e incolor.

Art. 13. Fica estabelecida a obrigatoriedade dos Postos Revendedores fixarem nas bombas de AEHC, para perfeita visualização do consumidor, adesivo com logotipo da ANP com os seguintes dizeres em letras vermelhas Arial tamanho 42 em fundo branco: "Consumidor, este álcool combustível somente poderá ser comercializado se estiver límpido e incolor." Denúncias: 0800-900-267.

Art. 14. O fornecedor do corante deverá informar mensalmente à ANP/SQP (corante@anp.gov.br) a quantidade total de corante comercializado com cada Produtor, Importador e Transportador Dutoviário de AEAC.

Art. 15. Fica concedido ao Produtor, ao Importador e ao Transportador Dutoviário de AEAC o prazo de 30 (trinta) dias para atender ao disposto no art. 11º desta Resolução.

Art. 16. O não atendimento ao disposto nesta Resolução ou o desvio de álcool sem corante para outros destinos que não o transporte dutoviário sujeita os infratores às penalidades previstas na Lei nº 9.847, de 26 de outubro de 1999 alterada pela Lei nº 11.097, de 13 de janeiro de 2005.

Art. 17. Esta Resolução entra em vigor na data de sua publicação no Diário Oficial da União.

Art. 18. Ficam revogadas a Portaria ANP nº 2, de 16 de janeiro de 2002 e demais disposições em contrário.

HAROLDO BORGES RODRIGUES LIMA

ANEXO

REGULAMENTO TÉCNICO ANP Nº 7/2005

1. Objetivo

Este Regulamento Técnico aplica-se ao Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC) e ao Álcool Etílico Hidratado Combustível (AEHC), nacional ou importado, para uso como combustível e estabelece as suas especificações.

2. Normas complementares

A determinação das características do produto far-se-á mediante o emprego de Normas Brasileiras (NBR) da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) ou das Normas da American Society for Testing and Materials (ASTM).

Os dados de exatidão, repetitividade e reprodutibilidade fornecidos nos métodos relacionados a seguir devem ser usados somente como guia para aceitação das determinações em duplicata do ensaio e não devem ser considerados como tolerância aplicada aos limites especificados neste Regulamento.

A análise do produto deverá ser realizada em amostra representativa do mesmo, coletada segundo as normas ASTM D4057 – Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products ou ASTM E300 – Practice for Sampling Industrial Chemicals.

3. As características constantes da Tabela das Especificações deverão ser determinadas de acordo com a publicação mais recente dos seguintes métodos de ensaio:

MÉTODO	TÍTULO
NBR 5992	Determinação da massa específica e do teor alcoólico do Álcool Etílico e suas misturas com água
NBR 8644	Álcool Etílico Combustível – Determinação do resíduo por evaporação
NBR 9866	Álcool Etílico – Verificação da alcalinidade e determinação da acidez total
NBR 10422	Álcool Etílico – Determinação do teor de sódio por fotometria de chama
NBR	Álcool Etílico – Determinação da condutividade elétrica

10547	
NBR 10891	Álcool Etílico Hidratado – Determinação do pH
NBR 10893	Álcool Etílico – Determinação do teor do cobre por espectrofotometria de absorção atômica
NBR 10894	Álcool Etílico – Determinação dos íons cloreto e sulfato por cromatografia iônica
NBR 10895	Álcool Etílico – Determinação do teor de íon cloreto por técnica potenciométrica
NBR 11331	Álcool Etílico – Determinação do teor de ferro por espectrofotometria de absorção atômica
NBR 12120	Álcool Etílico – Determinação do teor de sulfato por volumetria
NBR 13993	Álcool Etílico – Determinação do teor de hidrocarbonetos
ASTM D512	Chloride Ion in Water
ASTM D1125	Electrical Conductivity and Resistivity of Water
ASTM D1613	Acidity in Volatile Solvents and Chemical Intermediates Used in Paint, Varnish, Lacquer and Related Products
ASTM D4052	Density and Relative Density of Liquids by Digital Density Meter
ASTM D5501	Determination of Ethanol Content of Denatured Fuel Ethanol by Gas Chromatography

Tabela I – Especificações do AEAC e do AEHC

CARACTERÍSTICA	UNIDADE	ESPECIFICAÇÕES		MÉTODO	
		AEAC	AEHC	ABNT/NBR	ASTM (1)
Aspecto	-	(2)	(2)	Visual	
Cor	-	(3)	(4)	Visual	

Acidez total (como ácido acético), máx.	mg/L	30	30	9866	D 1613
Condutividade elétrica, máx	µS/m	500	500	10547	D 1125
Massa específica a 20°C	kg/m ³	791,5 máx.	807,6 a 811,0 (5)	5992	D 4052
Teor alcoólico	°INPM	99,3 mín.	92,6 a 93,8 (5)	5992	-
Potencial hidrogeniônico (pH)	-	-	6,0 a 8,0	10891	-
Resíduo por evaporação, máx. (6)	mg/100ml	-	5	8644	-
Teor de hidrocarbonetos, máx.(6)	%vol.	3,0	3,0	13993	-
Íon Cloreto, máx. (6)	mg/kg	-	1	10894 / 10895	D 512(7)
Teor de etanol, mín. (8)	%vol.	99,6	95,1	-	D 5501
Íon Sulfato, máx.(9)	mg/kg	-	4	10894/12120	-
Ferro, máx. (9)	mg/kg	-	5	11331	-
Sódio, máx. (9)	mg/kg	-	2	10422	-
Cobre, máx. (9) (10)	mg/kg	0,07	-	10893	-

(1) Poderão ser utilizados como métodos alternativos para avaliação das características nos casos de importação do álcool, com exceção do método ASTM D4052, que poderá ser sempre utilizado como método alternativo para a determinação da massa específica.

(2) Límpido e isento de impurezas.

(3) Incolor antes da adição de corante, segundo especificação constante da Tabela II deste Regulamento Técnico, que deverá ser adicionado no teor de 15 mg/L proporcionando ao produto a cor laranja.

(4) Incolor.

(5) Aplicam-se na Importação, Distribuição e Revenda os seguintes limites para massa específica e teor alcoólico do AEHC: 805,0 a 811,0 e 92,6 a 94,7 respectivamente.

(6) Limite requerido na Importação, Distribuição e Revenda, não sendo exigida esta análise para emissão do Certificado da Qualidade pelos Produtores.

(7) Procedimento C e modificação constante na ASTM D4806.

(8) Requerido quando o álcool não for produzido por via fermentativa a partir da cana-de-açúcar ou em caso de dúvida quando da possibilidade de contaminação por outros tipos de álcool.

(9) O produtor deverá transcrever no Certificado da Qualidade o resultado obtido na última determinação quinzenal, conforme previsto no § 1º do Art.5º da presente Resolução.

(10) Deverá ser determinado no AEAC que tiver sido transportado ou produzido em local que possua equipamentos ou linhas de cobre, ou ligas que contenham este metal.

Tabela II – Especificação do corante a ser adicionado ao álcool etílico anidro combustível (AEAC)

Característica	Especificação	Método
Aspecto líquido visual Família química (“Color index”)	Solvent Red 19 ou Solvent Red 164	-
	Solvent Yellow 174	-
Cor	laranja	visual
Absorvância a 420 nm	0,150 a 0,190	(*)
Absorvância a 530 nm	0,100 a 0,135	
Solubilidade	solúvel em AEAC e insolúvel em água	visual (**)

(*) A absorvância deve ser determinada em amostra contendo 15 mg/L do corante em AEAC, medida em célula de caminho ótico de 1 cm, no valor especificado para o comprimento de onda.

(**) A solubilidade deve ser avaliada em amostra contendo 15 mg/L do corante em AEAC.

ANEXO I
Laboratório ALAC



RELATÓRIO N° B0299/07

DATA: 25/06/07

ORIGEM: Limana Poliserviços / Denis Renato Delavi

CNPJ: 91.217.349/0001-35

ENDEREÇO: Júlio de Castilhos 2365 – CEP: 97.760.000

CIDADE: Jaguarí - RS

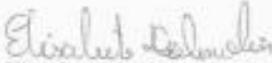
FONE: 55-3255-1778/55-9962-8762

Amostra de álcool enviada ao laboratório no dia 13/06/07.

Análises	Resultados	Método
Acidez em mg/L	114,0	Colorimetria
Condutividade elétrica $\mu\text{s}/\text{cm}$	2,28	Potenciometria de íon seletivo
Massa específica a 20°C Kg/m^3	813,2	Densimetria
Teor alcoólico ° INMP	92,3	Densimetria
pH	3,96	Potenciometria
Resíduo por evaporação mg/100mL	< 4,0	Gravimetria
Teor de etanol °GL a 20°C	94,9	Densimetria
Íon cloreto mg/L	n.d.	Cromatografia iônica
Íon sulfato mg/L	0,92	Cromatografia iônica
Sódio mg/L	0,015	Espectrofotometria de Absorção Atômica
Ferro mg/L	0,910	Espectrofotometria de Absorção Atômica
Hexano mg/L	<0,001	Cromatografia Gasosa
Heptano mg/L	<0,001	Cromatografia Gasosa
Tolueno mg/L	<0,001	Cromatografia Gasosa
Xileno mg/L	<0,001	Cromatografia Gasosa
Etilbenzeno mg/L	<0,001	Cromatografia Gasosa
Estireno mg/L	<0,001	Cromatografia Gasosa

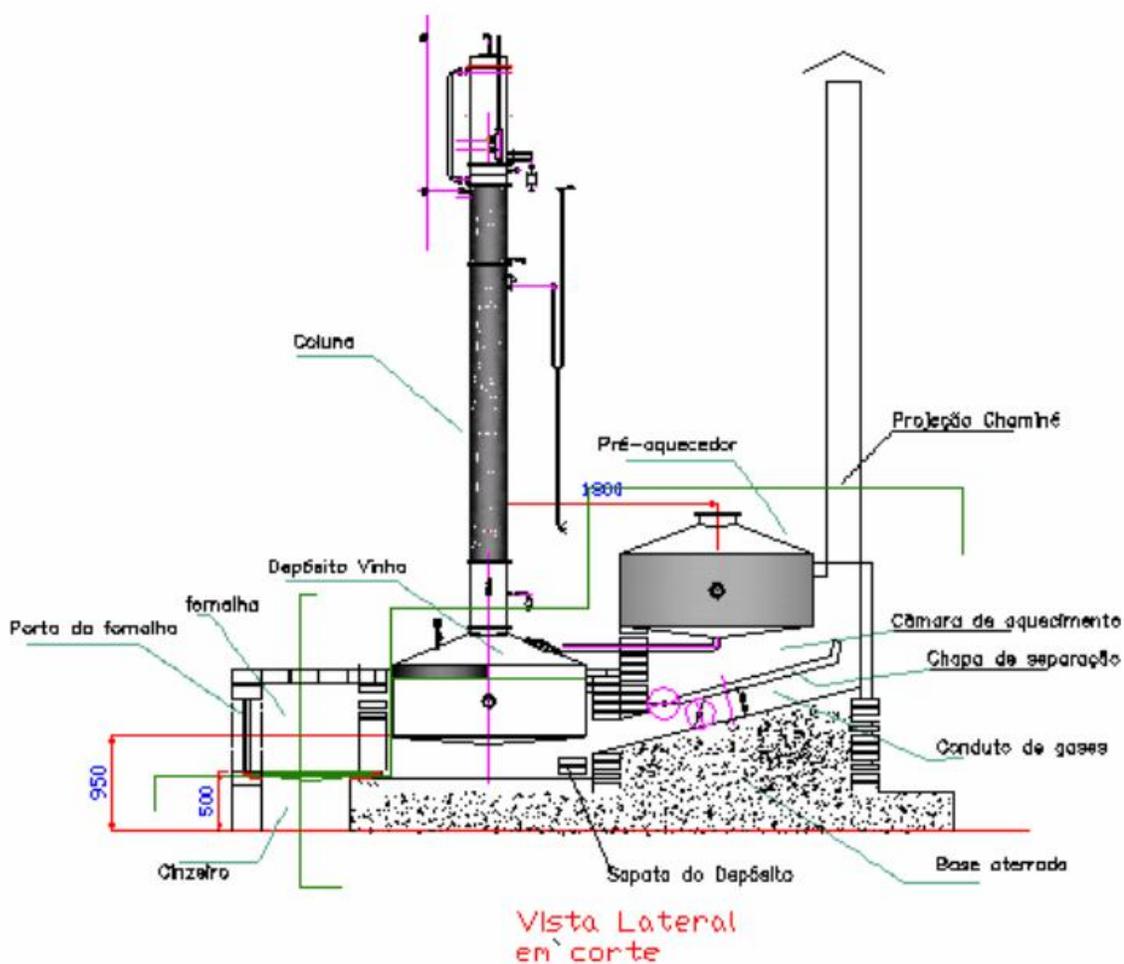
OBS : n.d. : nada detectado

Os resultados referem-se exclusivamente às amostras analisadas.


 Elisabete Dalmolin
 CRQ 5ªReg. 05402346

Anexo J
Desenho da Destilaria a Fogo Direto

Na Figura 38 é possível observar-se o desenho / projeto uma microdestilaria em processo de batelada, aquecida a fogo direto; pela figura é possível observar também que o pré-aquecimento do vinho é realizado pelo aproveitamento da queima da lenha, onde a fumaça é canalizada até um conduto que faz a distribuição do calor em baixo do pré-aquecedor esta sistemática reduz substancialmente o tempo de operação de uma microdestilaria.



Modelo microdestilaria a fogo direto
Fonte: O Autor