

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CAMPUS CACHOEIRA DO SUL
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Norton Marozo Silveira

**PERFIS DE TEMPERATURA EM UM REATOR DE HIDRÓLISE PARA
PROCESSAMENTO DE BIOMASSAS AGRÍCOLAS USANDO ÁGUA A
ALTA PRESSÃO**

Cachoeira do Sul, RS
2019

Norton Marozo Silveira

**PERFIS DE TEMPERATURA EM UM REATOR DE HIDRÓLISE PARA
PROCESSAMENTO DE BIOMASSAS AGRÍCOLAS USANDO ÁGUA A ALTA
PRESSÃO**

Trabalho de Conclusão de Curso, apresentado ao Curso de Engenharia Mecânica, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS) – Campus Cachoeira do Sul, como requisito parcial para obtenção do título de **Engenheiro Mecânico**.

Orientador: Prof. Dr. Giovani Leone Zabot

Cachoeira do Sul, RS
2019

Norton Marozo Silveira

**PERFIS DE TEMPERATURA EM UM REATOR DE HIDRÓLISE PARA
PROCESSAMENTO DE BIOMASSAS AGRÍCOLAS USANDO ÁGUA A ALTA
PRESSÃO**

Trabalho de Conclusão de Curso, apresentado ao Curso de Engenharia Mecânica, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS) – Campus Cachoeira do Sul, como requisito parcial para obtenção do título de **Engenheiro Mecânico**.

Aprovado em 5 de dezembro de 2019:

Prof. Giovani Leone Zobot (UFSM)
(Orientador)

Prof. Anderson Dal Molin (UFSM)

Prof. Marcus Vinícius Tres (UFSM)

Cachoeira do Sul, RS
(2019)

Ficha Catalográfica
Universidade Federal de Santa Maria
Campus Cachoeira do Sul | UFSM-CS
Biblioteca Setorial de Cachoeira do Sul
Bibliotecário-Documentalista Carlos Eduardo Gianetti - CRB-10/2485

S587p Silveira, Norton Marozo, 1996-

Perfis de temperatura em um reator de hidrólise para processamento de biomassas agrícolas usando água a alta pressão / Norton Marozo Silveira. - Cachoeira do Sul, RS : [s.n.], 2019.

Orientador: Giovani Leone Zobot.

Monografia (graduação) - Universidade Federal de Santa Maria, Campus Cachoeira do Sul.

55 p. ; il.

1. Hidrólise subcrítica 2. Transferência de calor 3. Condução 4. Convecção
5. Engenharia Mecânica I. Zobot, Giovani Leone, 1988- II. Universidade Federal de Santa Maria, Campus Cachoeira do Sul III. Título.

RESUMO

PERFIS DE TEMPERATURA EM UM REATOR DE HIDRÓLISE PARA PROCESSAMENTO DE BIOMASSAS AGRÍCOLAS USANDO ÁGUA A ALTA PRESSÃO

AUTOR: Norton Marozo Silveira
ORIENTADOR: Giovani Leone Zabet

Neste trabalho de conclusão de curso, cálculos de transferência de calor e perfis de temperatura foram avaliados em um reator de aço inox 316L (50 mL) usado para hidrólise de biomassas agrícolas usando água a alta pressão. Os cálculos foram necessários porque o conhecimento e o controle da temperatura dentro do leito de processamento é o fator mais importante para reação em alta pressão (hidrólise subcrítica). Dissipação de calor por convecção e condução foram considerados nos cálculos. Utilizou-se o método de separação de variáveis para resolver o problema de condução bidimensional, uma vez que a transferência de calor ocorre em duas dimensões porque há um gradiente de temperatura em “x” e em “r” devido ao escoamento de água pré-aquecida no leito de reação. Para os testes operacionais do equipamento, foram consideradas temperaturas de 180, 220 e 260°C na hidrólise subcrítica. Através de softwares de programação e modelagem, foram obtidos perfis de temperatura do fluido interno a partir dos métodos de separação de variáveis e elementos finitos, assim como, perfis de aquecimento do reator, usando condições de contorno conhecidas. Os principais resultados indicaram que a temperatura de entrada e a velocidade do fluido no interior do reator, influenciam diretamente no perfil de temperatura do escoamento, sendo atingido o estado estacionário de escoamento após 60 mm com uma vazão de 15 mL/min e 85 mm com uma vazão de 30 mL/min.

Palavras-chave: Hidrólise subcrítica. Transferência de calor. Condução. Convecção.

ABSTRACT

TEMPERATURE PROFILES IN A HYDROLYSIS REACTOR FOR PROCESSING AGRICULTURAL BIOMASS USING HIGH PRESSURE WATER

AUTHOR: Norton Marozo Silveira

ADVISOR: Giovani Leone Zobot

In this work, heat transfer calculations and temperature profiles were evaluated in a 316L (50 mL) stainless steel reactor used for hydrolysis of agricultural biomass using high pressure water. The calculations were necessary because the knowledge and control of temperature within the processing bed is the most important factor for high pressure reaction (subcritical hydrolysis). Convection and conduction heat dissipation were considered in the calculations. The variable separation method was used to solve the two-dimensional conduction problem, since the heat transfer occurs in two dimensions because there is a temperature gradient in "x" and in "r" due to the preheated water flow in the reaction bed. For the operational tests of the equipment, temperatures of 180, 220 and 260°C were considered in the subcritical hydrolysis. Through programming and modeling software, internal fluid temperature profiles were obtained from the methods of separation of variables and finite elements, as well as reactor heating profiles, using known boundary conditions. The main results indicated that the inlet temperature and the velocity of the fluid inside the reactor directly influence the temperature profile of the flow, reaching the stationary flow state after 60 mm with a flow rate of 15 mL/min and 85 mm with a flow rate of 30 mL/min.

Keywords: Subcritical hydrolysis. Heat transfer. Conduction. Convection.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Condução bidimensional em uma placa delgada ou em um longo bastão retangular	6
Figura 2- Desenho 3D da unidade de processamento de biomassas agrícolas	10
Figura 3- Base móvel e materiais utilizados na montagem	11
Figura 4 - Controlador de temperatura da unidade multipropósito	13
Figura 5 – Reator de aço inox 316L com capa envoltória de bronze e manta externa de aquecimento	14
Figura 6 – Seções (a) transversal e (b) longitudinal do reator	16
Figura 7 - Unidade multipropósito para processamento de biomassas agrícolas a alta pressão	21
Figura 8 - Perfil de aquecimento para 220°C; (■) temperatura ajustada no controlador e (■) temperatura medida pelo termopar	22
Figura 9 - Temperaturas nas faces do reator	23
Figura 10 - Perfil de temperatura obtido através do cálculo usando o Excel®; as cores da legenda representam diferentes faixas de temperatura (°C)	23
Figura 11 - (a) perfil de temperatura, (b) sistema de malha, (c) fluxo do calor e (d) isotermas pelo FEHT®	24
Figura 12 - Perfil de temperatura pelo Origin®	25
Figura 13 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 15 minutos (900s) e vazão de 15mL/min	28
Figura 14 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 10 minutos (600s) e vazão de 15mL/min	29
Figura 15 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 5 minutos (300s) e vazão de 15mL/min	29
Figura 16 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 15 minutos (900s) e vazão de 30mL/min	30
Figura 17 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 10 minutos (600s) e vazão de 30mL/min	30
Figura 18 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 5 minutos (300s) e vazão de 30mL/min	31
Figura 19 - Programação em Maple da Equação 35	40
Figura 20 - Programação escoamento transiente MAPLE® (a)	40
Figura 21 - Programação escoamento transiente MAPLE® (b)	41

Figura 22 - Programação escoamento transiente MAPLE® (c).....	41
Figura 23 - Perfil de aquecimento para 180°C; (■) temperatura ajustada no controlador e (●) temperatura medida pelo termopar	36
Figura 24 - Perfil de aquecimento para 260°C; (■) temperatura ajustada no controlador e (●) temperatura medida pelo termopar	38

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Materiais utilizados na montagem da base móvel.....	11
Tabela 2 - Materiais utilizados na montagem do equipamento multipropósito	12
Tabela 3 - Determinação da espessura (L) média dos materiais	15
Tabela 4 - Parâmetros operacionais utilizados nos ensaios de teste de hidrólise com água subcrítica.....	20
Tabela 5 - Parâmetros geométricos e propriedades termofísicas	26
Tabela 6 - Estrutura de análise dos perfis de temperatura em regime transiente	27
Tabela 7 - Resultados de temperaturas (°C) no Excel em função de X e Y (cm)	39
Tabela 8 - Resultados da temperatura adimensional (θ) de temperatura no Excel em função de X e Y (cm).....	39
Tabela 9 - Tempos de aquecimento para 180°C.....	36
Tabela 10 - Tempos de aquecimento para 220°C.....	37
Tabela 11 – Tempos de aquecimento para 260°C	37

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	OBJETIVO GERAL	2
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	2
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1	TRANSFERENCIA DE CALOR	4
2.1.1	Convecção	5
2.1.2	Condução radial	5
2.1.3	Método da separação de variáveis	6
3	METODOLOGIA	10
3.1	DESENHO 3D DO EQUIPAMENTO MULTIPROPÓSITO	10
3.2	MONTAGEM DO APARATO EXPERIMENTAL	10
3.2.1	Base móvel	11
3.2.2	Equipamentos	12
3.2.3	Tubulação	12
3.2.4	Válvulas	13
3.2.5	Sistema de controle de temperatura	13
3.3	MEDIÇÃO DE TEMPERATURA E CÁLCULOS DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR	14
3.4	CONDUÇÃO DE CALOR NO REATOR	16
3.5	TRANSFERÊNCIA DE CALOR NO FLUIDO	18
3.6	SOFTWARES PARA OS CÁLCULOS DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR	19
3.6.1	Engineering Equation Solver® (EES®)	19
3.6.2	MAPLE®	19
3.7	TESTE DO EQUIPAMENTO: HIDRÓLISE SUBCRÍTICA	19
4	RESULTADOS	21
4.1	EQUIPAMENTO DE HIDRÓLISE SUBCRÍTICA	21
4.2	HIDRÓLISE SUBCRÍTICA	21
4.3	CÁLCULOS DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR	22
4.3.1	Perfil de temperatura nas faces do reator	22
4.3.2	Perfil de temperatura interno pelo Excel®	23
4.3.3	Perfil de temperatura interno pelo FEHT®	24
4.3.4	Perfil de temperatura interno pelo Origin®	25
4.4	PERFIL DE TEMPERATURA INTERNO CONSIDERANDO ESCOAMENTO TRANSIENTE DO FLUIDO E AS PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS DO SISTEMA	26
4.4.1	Perfil de temperatura pelo MAPLE®	26
5	CONCLUSÃO	32
	REFERÊNCIAS	
	ANEXO A	
	ANEXO B	
	ANEXO C	
	ANEXO D	

1 INTRODUÇÃO

Para a geração da bioenergia é necessário que se tenha uma matéria-prima, sendo chamada de biomassa. Biomassa agrícola é a matéria orgânica de origem vegetal utilizada para produzir biocombustíveis, podendo ser de vários tipos de vegetais, tais como cana-de-açúcar, soja e arroz, dentre outros (Stradiotto, 2012). Os coprodutos da colheita e processamento do arroz, por exemplo, são a casca e a palha. A produção de biocombustíveis tem recebido atenção crescente, vislumbrados como fontes biodegradáveis e menos poluentes por fazerem parte do conceito de economia circular, uma vez que a produção das biomassas consome parte do CO₂ gerado na combustão dos biocombustíveis. Merecem ênfase o biodiesel e o etanol obtidos de fontes vegetais, com destaque para o bioetanol, já produzido a partir da fermentação de açúcares fermentescíveis (BNDES e CGEE, 2008).

Conforme Stradiotto (2012), a bioenergia é uma ramificação das energias renováveis que está cada vez mais presente no consumo energético de vários países. No Brasil, devido a sua geografia e condições climáticas, a bioenergia está tendo um crescimento como fonte de energia. Segundo Magalhães (2005), o Brasil contempla 36% da produção de etanol mundial, possuindo capacidade de extensão da cultura. Um dos principais fatores deste crescimento se dá pelo aumento de pesquisas sobre o tema, que tem levado a uma evolução tecnológica para a bioenergia.

Existem várias tecnologias de pré-processamento que visam à obtenção de produtos de valor agregado e bioenergia a partir de biomassas residuais. Entretanto, há uma série de características necessárias para que a biomassa proveniente destes pré-processamentos seja considerada industrialmente viável. No geral, a tecnologia de processamento deve ser conduzida com degradação mínima e com recuperação de componentes máximos (Abaide et al., 2019). Para que se tenha esta máxima recuperação, certos parâmetros de processo precisam ser bem controlados a fim de se avaliar sua influência nos resultados. Um destes parâmetros é a temperatura (Lima et al., 2001), a qual impacta diretamente no grau de processamento no caso da conversão de polissacarídeos, presentes em biomassas vegetais, em sacarídeos de cadeias mais curtas. Logo, o seu controle adequado é imprescindível para a eficiência do processo e geração de bioenergia.

Tendo em vista a importância da temperatura para a produção de biocombustíveis através de biomassas agrícola, este trabalho apresenta um estudo de perfis de temperatura em um reator para processamento de biomassas agrícolas.

1.1 OBJETIVO GERAL

Este estudo tem como objetivo a avaliação de perfis de temperatura em um reator de hidrólise com água subcrítica devido aos escoamentos do fluido em regimes transiente e permanente.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Desenhar o equipamento na escala real em 3D utilizando o software SolidWorks®.
- Montar o equipamento e realizar ensaios nas diferentes condições experimentais (180, 220 e 260°C) a fim de se obter meio líquido hidrolisado para produção de biocombustíveis;
- Calcular o calor transferido em um reator de aço inox 316L de 50 mL empacotado com biomassa agrícola e aquecido por uma manta térmica, a fim de se obter o perfil de temperatura interno com escoamento do fluido;
- Avaliar as variáveis de vazão, velocidade, temperatura de entrada do escoamento do fluido e tempo de processo;
- Calcular valores de temperatura através de equações e softwares e plotar os resultados obtidos, a fim de comparação entre as diferentes condições experimentais.
- Elaborar um procedimento operacional padrão (POP) do equipamento para facilitar e auxiliar a operação do mesmo.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Para que ocorra o processo de fermentação para produção de biocombustíveis é necessário que se utilize os açúcares fermentescíveis da biomassa, como xilose, glicose e arabinose. Para a obtenção desses açúcares das biomassas agrícolas, é necessário que sejam realizados processos de transformação. Um dos tipos de transformação é chamado de tecnologia hidrotérmica que utiliza água subcrítica ou supercrítica (Zhu et al., 2016). Os fluidos supercríticos/subcríticos apresentam propriedades físico-químicas únicas devido à sua dualidade entre o líquido e o gás puro. Mais importante, essas propriedades podem ser ajustadas com condições de operação (principalmente temperatura e pressão) que permitem alcançar alto coeficiente de difusão, alto poder de solvência, alto grau de seletividade e fácil separação de solventes (Cardenas-Toro et al., 2014; Prado et al., 2014).

As tecnologias hidrotérmicas são consideradas ambientalmente corretas porque utilizam água para conversão de biomassa em insumos de interesse industrial, reduzindo a utilização de solventes orgânicos (Xu et al., 2015; Abaide et al., 2019). A água subcrítica é um meio de reação adequado para a hidrólise da biomassa. Água subcrítica refere-se à água acima da sua temperatura normal de ebulição, mas abaixo da sua temperatura crítica (374°C), que é mantida líquida por aplicação de pressão (Zhu et al., 2016). Geralmente, se utiliza água em condições acima da pressão crítica (22 MPa) e temperaturas acima da pressão de vapor (geralmente acima de 180°C). Portanto, a tecnologia de supercrítica oferece uma opção interessante para a utilização sustentável da biomassa como uma alternativa aos solventes convencionais.

A hidrólise pode ser realizada com catalisadores ácidos ou alcalinos, porém estes processos envolvem os custos de recuperação dos catalisadores e problemas de corrosão. Para o caso da celulose, o tratamento alcalino gera a perda da hemicelulose, que não é interessante para o rendimento de produção. O maior problema da hidrólise ácida é que a decomposição de açúcares monoméricos produzidos durante a reação ocorre simultaneamente com a hidrólise de polissacarídeos, portanto é necessário escolher as melhores condições de reação, tipo de reator e modo de operação que minimizem este processo (Kim et al, 2000). A hidrólise enzimática para o caso de materiais celulósicos possui custo relativamente alto devido à complexidade das estruturas vegetais que requerem diferentes enzimas (Sun e Cheng, 2002).

Na hidrólise com água subcrítica, os compostos da biomassa passam por reações tendo como produtos moléculas solúveis em água, como glicose, frutose, galactose, manose, xilose e arabinose. O interesse pela água sub e supercrítica como meio reacional tem aumentado por ser extremamente reativa. Água subcrítica ($150 < T < 370$ °C, $40 < P < 220$ bar) pode agir como

um catalisador ácido ou básico (Krammer e Vogel, 2000). Embora esta tecnologia demonstre ser promissora, alguns desafios ainda precisam ser vencidos para a realização do processo em escalas maiores. Um dos desafios é o aumento da conversão de celulose e hemiceluloses em açúcares fermentescíveis. Outro desafio é conhecer o perfil de temperatura no meio de reação, especialmente em processos que ocorrem em modo semicontínuo (entrada contínua de água e saída contínua de meio hidrolisado, que está fluindo através de um leito fixo de biomassa sólida), pois a temperatura é uma variável que tem grande influência nas respostas de rendimento e composição (Prado et al., 2016; Zabet et al., 2019).

De outras perspectivas, incluindo considerações sobre meio ambiente, segurança e economia, muitos esforços têm sido feitos no objetivo de diminuir o uso de solventes orgânicos nos laboratórios químicos e processos industriais, além do que poucos solventes podem ser usados em reações químicas em temperaturas acima de 200 °C. O uso da água como meio de reação sub e supercrítico apresenta vantagens adicionais. A água é barata, não-tóxica, não combustível ou explosiva e, como solvente e parceira de reações é ambientalmente segura (Moreschi, 2004).

2.1 TRANSFERÊNCIA DE CALOR

O controle da temperatura durante o processo de hidrólise subcrítica é um fator extremamente importante. Como não é possível (na maioria das vezes) e prático que se coloquem sensores de temperatura dentro do reator, é preciso que se faça o aquecimento e o controle da temperatura em uma parte externa do vaso de reação. Especificamente, este controle pode ser feito na camada do material do reator ou na camada do material de dissipação de calor (camada de bronze, por exemplo). Para isso, cálculos de transferência de calor são necessários para se chegar às temperaturas dentro do reator e elaborar perfis de temperatura durante o processo.

Sempre que há um gradiente de temperatura no interior de um sistema, ou quando há contato de dois sistemas com temperaturas diferentes, há um processo de transferência de energia. O processo através do qual a energia é transferida é conhecido como transferência de calor (Incropera et al., 2017). A transferência de calor por condução existe quando há transferência de energia através de um sólido ou fluido, resultando em um gradiente de temperatura pelo sólido. A condução varia muito para diferentes tipos de sólidos, pois leva em consideração a sua condutividade térmica, sendo alguns materiais bons condutores de calor e outros materiais maus condutores (isolantes). A transferência de calor por convecção trata da interação entre uma superfície sólida em uma determinada temperatura e um fluido

(normalmente o ar ou água) adjacente com uma temperatura diferente, levando em consideração um coeficiente de transmissão de calor referente ao fluido em contato com o sólido (Incropera et al., 2017).

2.1.1 Convecção

Podemos descrever o modo de transferência de calor por convecção como a transferência de energia ocorrendo no interior de um fluido devido aos efeitos combinados da condução e do escoamento global ou macroscópico do fluido. Independente da natureza específica do processo de transferência de calor por convecção, a equação apropriada para a taxa de transferência possui a forma da Equação 1 (Incropera et al., 2017).

$$q_{conv} = h_{ar} A_{sup} \Delta T \quad (1)$$

Onde: q_{conv} é o calor transferido por convecção (W), h_{ar} é o coeficiente de transferência de calor por convecção do ar ($W/m^2.K$), A_{sup} é a área da superfície analisada (m^2) e ΔT é a variação de temperatura (K ou $^{\circ}C$) entre as partes.

2.1.2 Condução radial

Como o volume de controle avaliado neste estudo possui uma geometria cilíndrica, sistemas radiais são utilizados para o cálculo da condução de calor. Logo, a equação para o cálculo de transferência de calor por condução radial é apresentada na Equação 2 (Incropera et al., 2017).

$$q_r = -kA\Delta T \quad (2)$$

A taxa na qual a energia é conduzida através de qualquer superfície cilíndrica no sólido pode ser representada por:

$$q_r = -kA \frac{dT}{dr} \quad (3)$$

Onde: q_r é a transferência de calor (W) por condução radial, k é a condutividade térmica ($W/m.K$), do material, A é a área da superfície (m^2) analisada e $\frac{dT}{dr}$ é o gradiente de temperatura.

$$q_r = -k(2\pi rL) \frac{dT}{dr} \quad (4)$$

Separando dT e dr na Equação 4, tem-se:

$$-\frac{q_r}{kAr} dr = dT \quad (5)$$

Como q_r , k e A não dependem do raio, foram considerados como uma constante C_1 :

$$C_1 = -\frac{q_r}{kAr} \quad (6)$$

Logo, integrando ambos os lados no intervalo de interesse:

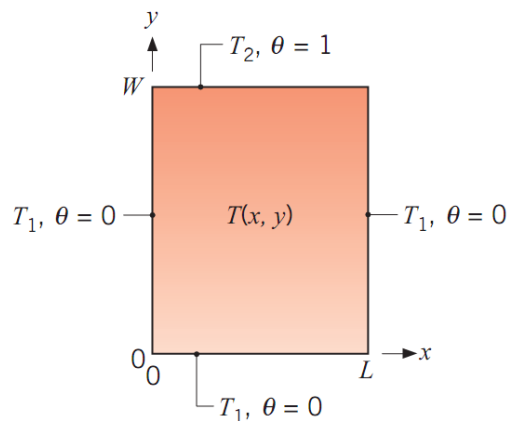
$$C_1 \int_1^2 \frac{dr}{r} = \int_1^2 dT \quad (7)$$

$$C_1 \ln \frac{r_2}{r_1} = T_2 - T_1 = \Delta T \quad (8)$$

2.1.3 Método da separação de variáveis

A transferência de calor ocorre em duas dimensões porque há um gradiente de temperatura em “x” e em “r” devido ao escoamento de água no leito de reação. Conseqüentemente, têm-se condições de contorno com temperaturas diferentes. Logo, se pode utilizar o método de separação de variáveis para resolver o problema de condução bidimensional, considerando o sistema da Figura 1, onde três lados são mantidos a uma temperatura constante T_1 , enquanto a parte superior é mantida a uma temperatura constante $T_2 \neq T_1$ (Incropera et al., 2017).

Figura 1 - Condução bidimensional em uma placa delgada ou em um longo bastão retangular



Fonte: Incropera

Para condições bidimensionais, em regime estacionário, tem-se:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} = 0 \quad (9)$$

$$\theta = \frac{T - T_1}{T_2 - T_1} \quad (10)$$

Substituindo a Equação 10 na Equação 9, a equação diferencial transformada era:

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} = 0 \quad (11)$$

Como a Equação 10 era de segunda ordem em x e em y, duas condições de contorno eram necessárias para cada uma das coordenadas:

$$\theta(0, y) = 0 \quad e \quad \theta(x, 0) = 0 \quad (12)$$

$$\theta(L, y) = 0 \quad e \quad \theta(x, W) = 1$$

Aplicando-se a técnica de separação de variáveis e considerando-se a existência de uma solução com a forma:

$$\theta(x, y) = X(x)Y(y) \quad (13)$$

Substituindo-se na Equação 11 e dividindo por XY:

$$-\frac{1}{X} \frac{d^2 X}{dx^2} = \frac{1}{Y} \frac{d^2 Y}{dy^2} \quad (14)$$

Observou-se que a equação diferencial é separável, ou seja, um lado depende apenas de “x” e o outro apenas de “y”. Logo, identificou-se que a constante de separação, até agora desconhecida, apresenta-se na seguinte forma:

$$\frac{d^2 X}{dx^2} + \lambda^2 X = 0 \quad (15)$$

$$\frac{d^2 Y}{dy^2} + \lambda^2 Y = 0 \quad (16)$$

As soluções gerais das Equações 15 e 16, são, respectivamente:

$$X = C_1 \cos \lambda x + C_2 \sin \lambda x \quad (17)$$

$$Y = C_3 e^{-\lambda y} + C_4 e^{+\lambda y} \quad (18)$$

A forma geral da solução bidimensional é:

$$\theta = (C_1 \cos \lambda x + C_2 \sin \lambda x)(C_3 e^{-\lambda y} + C_4 e^{+\lambda y}) \quad (19)$$

Aplicando-se $\theta(0, y)$, temos que $C_1 = 0$, além disso, para $\theta(x, 0)$, obtém-se:

$$C_2 \sin \lambda x (C_3 + C_4) = 0 \quad (20)$$

Da segunda condição de contorno com $\theta(L, y)$, $C_3 = -C_4$:

$$C_2 C_4 \sin \lambda L (e^{\lambda y} - e^{-\lambda y}) = 0 \quad (21)$$

Os possíveis valores que satisfazem essa condição são $\lambda L = n\pi$, então:

$$\lambda = \frac{n\pi}{L} \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (22)$$

Logo, a solução desejada fica na forma:

$$\theta = C_2 C_4 \sin \frac{n\pi x}{L} \left(e^{\frac{n\pi y}{L}} - e^{-\frac{n\pi y}{L}} \right) \quad (23)$$

Combinando-se as constantes e reconhecendo que podem depender de n , temos:

$$\theta(x, y) = C_n \sin \frac{n\pi x}{L} \sinh \frac{n\pi y}{L} \quad (24)$$

Como o problema é linear, uma solução mais geral pode ser obtida por uma superposição na forma:

$$\theta(x, y) = \sum_{n=1}^{\infty} C_n \sin \frac{n\pi x}{L} \sinh \frac{n\pi y}{L} \quad (25)$$

Para determinar-se C_n , utiliza-se a última condição de contorno:

$$\theta(x, W) = 1 = \sum_{n=1}^{\infty} C_n \sin \frac{n\pi x}{L} \sinh \frac{n\pi W}{L} \quad (26)$$

Foi escrito a função acima em uma expansão em série infinita em termos de funções ortogonais:

$$\int_a^b g_m(x) g_n(x) dx \quad m \neq n \quad (27)$$

Qualquer função pode ser expressa numa série infinita de funções ortogonais, ou seja:

$$f(x) = \sum_{n=1}^{\infty} A_n g_n(x) \quad (28)$$

Multiplicando-se $g_m(x)$ em ambos os lados e integrando no intervalo de interesse, tem-se:

$$\int_a^b f(x) g_m(x) dx = \int_a^b g_m(x) \sum_{n=1}^{\infty} A_n g_n(x) dx \quad (29)$$

Utilizando-se a Equação 27 fica evidente que apenas um termo do lado direito da Equação 29 não é nulo. Logo:

$$\int_a^b f(x) g_m(x) dx = A_m \int_a^b g_m^2(x) dx \quad (30)$$

Obtém-se então a constante da série:

$$A_n = \frac{\int_a^b f(x) g_n(x) dx}{\int_a^b g_n^2(x) dx} \quad (31)$$

$$A_n = \frac{\int_0^L \sin \frac{n\pi x}{L} dx}{\int_0^L \sin^2 \frac{n\pi x}{L} dx} = \frac{2}{\pi} \frac{(-1)^{n+1} + 1}{n} \quad (32)$$

Logo, a partir da Equação 28, tem-se:

$$1 = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2}{\pi} \frac{(-1)^{n+1} + 1}{n} \sin \frac{n\pi x}{L} \quad (33)$$

Comparando-se as Equações 26 e 33, tem-se:

$$C_n = \frac{2[(-1)^{n+1} + 1]}{n\pi \sinh \frac{n\pi x}{L}} \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (34)$$

Substituindo-se a Equação 34 na Equação 25, obtém-se para a solução final:

$$\theta(x, y) = \frac{2}{\pi} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^{n+1} + 1}{n} \sin \frac{n\pi x}{L} \frac{\sinh \frac{n\pi y}{L}}{\sinh \frac{n\pi W}{L}} \quad (35)$$

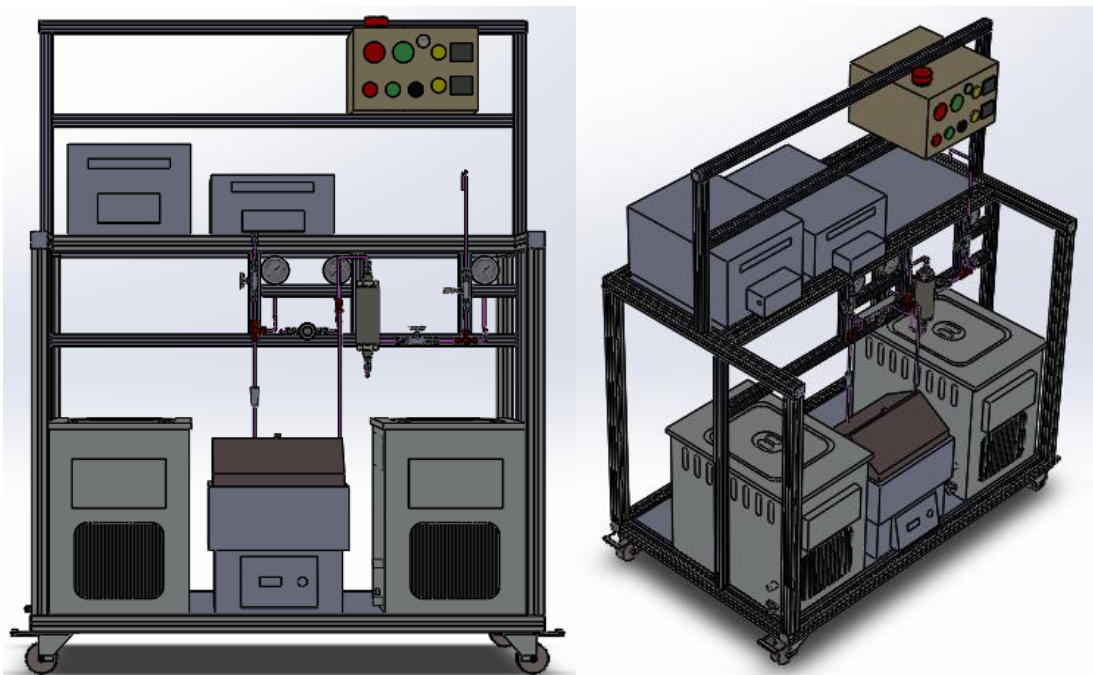
A Equação 35 é uma série convergente na qual o valor de θ pode ser determinado para qualquer x e y , levando-se a um resultado de temperatura pela Equação 10. Como condição de temperatura mensurada pelo termopar, selecionaram-se as temperaturas de 180, 220 e 260°C como temperaturas de processo.

3 METODOLOGIA

3.1 DESENHO 3D DO EQUIPAMENTO MULTIPROPÓSITO

Inicialmente foi elaborado um desenho 3D em desenho assistido por computador (CAD) (Fig. 2) de um equipamento multipropósito para processamento de biomassas agrícolas à alta pressão. Para isso, foi utilizado o Software SolidWorks®, onde cada peça do equipamento foi desenhada separadamente e depois unidas em uma montagem virtual. Este projeto em CAD teve como objetivo uma base para a montagem real do equipamento, uma vez que todos os materiais/peças foram desenhados com suas dimensões reais, visando a minimização de possíveis erros e gastos desnecessários, assim como, propondo uma alternativa de ferramenta de demonstração do equipamento.

Figura 2- Desenho 3D da unidade de processamento de biomassas agrícolas



Fonte: o Autor

3.2 MONTAGEM DO APARATO EXPERIMENTAL

A montagem do equipamento multipropósito foi realizada no Laboratório de Engenharia de Processos Agroindustriais (LAPE), localizado no prédio 3 da Universidade Federal de Santa Maria – *Campus* Cachoeira do Sul.

3.2.1 Base móvel

A primeira etapa da montagem deu-se pela construção da base móvel, utilizando os materiais/peças adquiridos e disponíveis no LAPE, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1- Materiais utilizados na montagem da base móvel

Item	Material	Quantidade
1	Barras de alumínio de perfil quadrado 30 × 30 mm	12 m
2	Barras de alumínio de perfil quadrado 40 × 40 mm	6 m
3	Chapas de aço	2 un.
4	Cantoneiras	34 un.
5	Rodízios giratórios com trava	12 un.
6	Parafusos	34 un.
7	Porcas	34 un.
8	Arruelas	34 un.

A base móvel (Fig. 3) tem como função o apoio para a distribuição dos equipamentos necessários ao processamento das biomassas agrícolas. As medições foram feitas com trena e caneta e os cortes das barras de alumínio foram feitos com serra manual a fim de deixar as barras nas dimensões determinadas no projeto. A união das barras foi feita por cantoneiras, parafusos e porcas, sendo essa última em formato de cabeça de martelo para que durante o encaixe entre a cantoneira e a barra de alumínio se formasse pressão para mantê-las unidas.

Figura 3- Base móvel e materiais utilizados na montagem



3.2.2 Materiais e Equipamentos

A Tabela 2 apresenta os materiais e peças utilizados na montagem da unidade multipropósito. Os materiais/peças foram distribuídos e montados de forma lógica e ergonômica.

Tabela 2 - Materiais utilizados na montagem do equipamento multipropósito

Item	Material/Peça	Quantidade
1	Tubulação de aço inox ϕ 3,175mm	-
2	Tubulação de aço inox ϕ 1,588mm	-
3	Válvulas de bloqueio	1 un.
4	Válvula de retenção (anti-retorno)	1 un.
5	Válvula micrométrica	1 un.
6	Válvula de alívio	1 un.
7	Manômetro MAQSSOL F.3723-6014	3 un.
8	Banho maria Solab SL- 150	1 un.
9	Bomba de deslocamento positivo de alta pressão Jasco PU-4087	1 un.
10	Reatores de aço inox 316 L e de Inconel	7 un.
11	Banho ultratermostáticos Solab SL- 152	2 un.
12	Controlador de temperatura Coel K49E	1 un.
13	Manta térmica	7 un.

3.2.3 Tubulação

As tubulações foram adicionadas à montagem após o posicionamento de cada material na base móvel, pois, era necessário identificar o comprimento total e as geometrias necessárias para que a tubulação se conectasse alinhadamente com cada um dos equipamentos. A tubulação era composta por dois tubos de aço inox 316L de ϕ 3,175 mm e ϕ 1,588 mm de diâmetro interno cada, além de um componente de acoplamento para válvulas, composto por anilhas e porcas.

Para o corte e a modelagem da tubulação, foram utilizados uma serra manual, limas e um dobrador de tubos. Considerando que após o corte as extremidades da tubulação poderiam apresentar algumas imperfeições que dificultariam o encaixe das extremidades do tubo com a anilha. Assim, foi utilizada uma lima a fim de deixar essas extremidades o mais suave possível, não prejudicando o acoplamento da tubulação-válvula e evitando possíveis vazamentos.

3.2.4 Válvulas

A unidade multipropósito é composta de válvulas para o seu funcionamento, são elas:

- a) Válvula de alívio: utilizada para alívio da pressão caso houvesse entupimento na tubulação (elevação da pressão);
- b) Válvula anti-retorno: utilizada após a bomba de deslocamento positivo para evitar um possível fluxo no sentido inverso;
- c) Válvula de bloqueio: utilizada para controle de passagem de fluidos;
- d) Válvula micrométrica: utilizada para fazer o controle da pressão no reator.

3.2.5 Sistema de controle de temperatura

Como a temperatura é um fator extremamente importante para a realização das extrações, o controle do sistema precisa ser feito de forma eficiente. Para isso, foi montado um sistema de controle de temperatura (Fig. 4) para mensurar e controlar a temperatura do processo utilizando termopares do tipo J da marca ECIL e controladores proporcionais integrais derivativos (PID) COEL K49E. O aquecimento foi realizado por uma manta térmica de aquecimento de 1500 W que transferia o calor gerado para o reator e, conseqüentemente, transferia o calor para a biomassa. O controlador de temperatura mensurava a temperatura da manta e do reator. Um dos termopares foi inserido na parte de bronze do reator (Fig. 5(b)). O controle era realizado ajustando-se a temperatura desejada para o processo no painel do controlador PID.

Figura 4 - Controlador de temperatura da unidade multipropósito

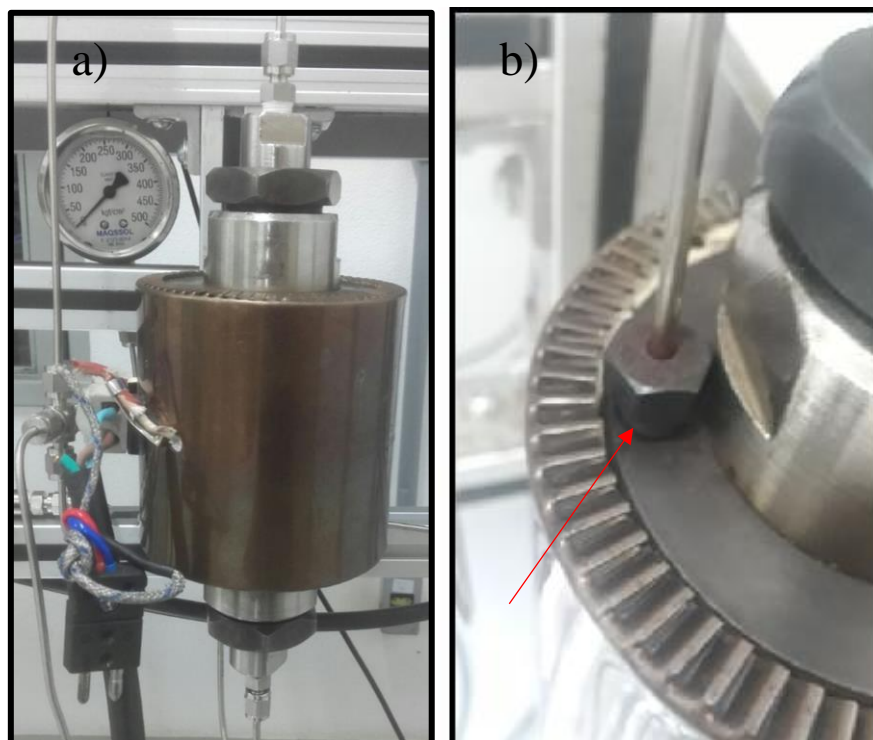


Fonte: o Autor

3.3 MEDIÇÃO DE TEMPERATURA E CÁLCULOS DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR

A unidade de processamento foi operada em diferentes condições de pressão, temperatura, vazão de fluido (água, CO₂, etanol, etc.) e volume de reator (20-500 mL). Um parâmetro que está associado à vazão é a razão água/sólidos, que compreende a razão entre a água e os sólidos presentes dentro do reator e serve como base para aumento de escala. Enquanto a vazão depende da escala, a razão independe. Um dos principais parâmetros do processo é a temperatura. No entanto, a sua medição diretamente no interior do reator é inviável porque interfere no empacotamento da biomassa e causa problemas de vazamento. Além disso, como o sistema é geralmente operado à alta pressão (20-30 MPa), o termopar pode sofrer danos. Nos reatores de 20 mL e 50 mL, se observava a dificuldade de fazer uma abertura na parte superior ou inferior para a inserção do termopar porque as tampas apresentavam diâmetro reduzido (< 30 mm). Diante disso, o termopar foi inserido diretamente na camada externa de bronze, indicado na Figura 5 (b). Conseqüentemente, não se tinha a medição exata da temperatura interna onde a reação de hidrólise ocorria. Portanto, o objetivo desta seção foi calcular a temperatura interna atingida com base nas condições de contorno conhecidas.

Figura 5 – (a) Reator de aço inox 316L com capa envoltória de bronze e manta externa de aquecimento (b) localização da fixação do termopar no reator



Os cálculos de transferência de calor foram realizados tendo como volume de controle o reator da unidade multipropósito (Figura 5(a)). Entende-se como reator o espaço onde a biomassa é acondicionada para o processo de transformação à alta temperatura e à alta pressão. Em sua parte superior, há entrada de água pressurizada pela bomba de deslocamento positivo. Entre o reator e a bomba há um banho maria que tem por função pré-aquecer a água da entrada do reator. A tubulação que percorre o interior do banho é em formato de serpentina, aumentando a superfície de contato entre a tubulação e a água quente.

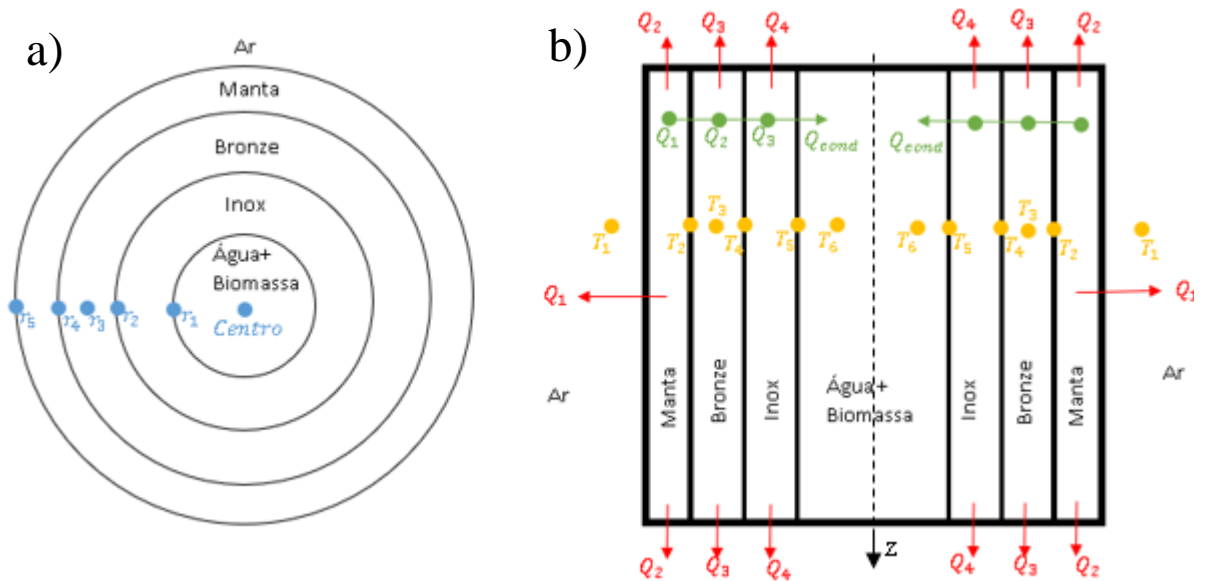
Para os cálculos de transferência de calor, as dimensões do material são extremamente importantes. Notou-se que as espessuras tanto do bronze quanto do aço inox não são constantes. Logo, foi realizada uma média para a determinação da espessura dos materiais a partir de 5 medições em cada lado do reator, conforme apresentado na Tabela 3 e Figura 6. Para a altura das camadas, mediu-se o comprimento de 100,36 mm na dimensão “z”, apresentada na Figura 6 (b).

Tabela 3 - Determinação da espessura (L) média dos materiais

Código	Bronze (mm)	Inox (mm)	Manta (mm)
L_1	13,13	12,09	12,00
L_2	13,15	12,16	12,00
L_3	13,51	12,08	12,00
L_4	13,52	12,05	12,00
L_5	13,45	12,05	12,00
L_6	13,36	12,01	12,00
L_7	13,32	12,08	12,00
L_8	13,29	12,03	12,00
L_9	13,32	12,00	12,00
L_10	13,39	12,01	12,00
Média	13,34	12,05	12,00

Devido à posição de montagem do reator na unidade, como apresentada na Figura 5, ser de forma invertida, ou seja, o fluido entra na parte superior e sai na parte inferior, e não pelos lados, considerou-se que a posição longitudinal do reator é de cima para baixo.

Figura 6 – Seções (a) transversal e (b) longitudinal do reator



3.4 CONDUÇÃO DE CALOR NO REATOR

Sabe-se que a manta possui 1500 W de potência, porém, durante o regime permanente, esta não ficava ligada constantemente. Com base em dados experimentais preliminares, a manta se mantinha ligada por 5 segundos a cada 2 minutos. Tendo em vista que o volume de controle era composto por três materiais diferentes, a Equação 1 foi aplicada separadamente para cada um deles a fim de identificar o calor dissipado externamente por convecção. Foi considerado a perda de calor por convecção na manta em três áreas e nas camadas de bronze e inox em duas áreas.

Considerando o reator dividido nas três camadas (manta, cobre, aço inox), como apresentado na Figura 6, com “r” e “z” sendo as coordenadas nas direções radiais e axiais respectivamente. Substituiu-se a coordenada “x” por “z” para uma diferenciação entre os cálculos de transferência de calor em regime permanente (“x”) e transiente (“z”). Cada camada é assumida como homogênea, isotrópica e com propriedades térmicas constantes. O contato entre as camadas é considerado como perfeito, ou seja, não há imperfeições entre camadas.

O sistema de aquecimento é composto pela manta térmica ao redor do reator. O calor é gerado pela corrente elétrica que passa através dos fios da manta, aquecendo as placas em contato uniforme com o reator. A condução do calor é considerada como assimétrica. A equação do problema da condução de calor transiente é escrita como (An, 2015):

$$\frac{\partial T_i(r, z, t)}{\partial t} = \frac{k_i}{\rho_i c_{pi} r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T_i(r, z, t)}{\partial r} \right) + \frac{g_i(r, z, t)}{\rho_i c_{pi}}, \quad (36)$$

$$r_i < r < r_{i+1}, \quad i = 1, 2, \dots, N,$$

Onde $T_i(r, z, t)$ é a temperatura na camada i -ésima do reator, t variável do tempo, k_i a condutividade térmica, ρ_i a densidade, c_{pi} o calor específico, g_i a taxa de geração de valor volumétrico.

Os raios internos e externos das camadas i -ésimas são r_i e r_{i+1} , respectivamente. A seguir são apresentadas as condições de contorno e interface para solução da Equação 36.

$$-k_1 \frac{\partial T_1(r, z, t)}{\partial r} = h_1 (T_f(z, t) - T_1(r, z, t)), \text{ em } r = r_1 \text{ e } 0 < z < L, \quad (37)$$

$$T_1(r, z, t) = T_{i+1}(r, z, t), \text{ em } r = r_{i+1} \text{ e } 0 < z < L, i = 1, 2, \dots, N - 1, \quad (38)$$

$$k_i \frac{\partial T_i(r, z, t)}{\partial r} = k_{i+1} \frac{\partial T_{i+1}(r, z, t)}{\partial r}, \text{ em } r = r_{i+1}, i = 1, 2, \dots, N - 1 \quad (39)$$

Em que $T_f(z, t)$ é a temperatura do fluido que escorre dentro do reator, h_1 o coeficiente de transferência de calor entre a camada mais interna e o fluido e L o comprimento do reator.

A condição inicial e a condição de contorno de entrada em cada camada são, respectivamente:

$$T_i(r, z, 0) = T_{i0}(r, z), \quad (40)$$

$$\text{em } r_i < r < r_{i+1} \text{ e } 0 < z < L, \quad i = 1, 2, \dots, N,$$

$$T_i(r, 0, t) = T_{\text{entradafluido}}, \quad (41)$$

$$\text{em } r_i < r < r_{i+1} \text{ e } z = 0,$$

$$i = 1, 2, \dots, N,$$

3.5 TRANSFERÊNCIA DE CALOR NO FLUIDO

Considerou-se como um escoamento totalmente desenvolvido, com velocidade U_f do fluido e com propriedades constantes na tubulação de seção transversal circular, como apresentado na Figura 6a.

A equação de transferência de calor em transiente unidimensional para o fluido utilizado é escrita como (An, 2015):

$$\rho_f c_{pf} \frac{\partial T_f(z, t)}{\partial t} + \rho_f c_{pf} U_f \frac{\partial T_f(z, t)}{\partial z} = \frac{h_1 P_w}{A_f} \left(T_1(r, z, t)|_{r=r_i} - T_f(z, t) \right) \quad (42)$$

, em $0 < z < L$ e $t > 0$

Onde ρ_f é a densidade do fluido, c_{pf} o calor específico do fluido, P_w o perímetro interno da tubulação e A_f a área da seção transversal da passagem do fluxo.

A Equação 41 foi resolvida com uma distribuição inicial uniforme de temperatura do fluido ao longo do comprimento do reator e uma condição limite de entrada ($z=0$).

$$T_f(z, 0) = T_{f0}(z), \quad \text{em } 0 < z < L \text{ e } t = 0 \quad (43)$$

$$T_f(0, t) = T_{infinito}, \quad \text{em } z = 0 \text{ e } t > 0 \quad (44)$$

As temperaturas de fronteira e os fluxos de calor podem ser obtidos pelas Equações 37-39. As equações que regem a condução de calor na tubulação em regime transiente para o fluido foram resolvidas usando métodos de diferenças finitas, para os quais é introduzida a seguinte discretização na direção z :

$$z_j = j\Delta z \quad (45)$$

$$T_f(z_j, t) = T_f^j(t) \quad (46)$$

$$g_i(z_j, t) = g_i^j(t) \quad (47)$$

$$\frac{\partial T_f(z_j, t)}{\partial z} = \frac{T_f^j(t) - T_f^{j-1}(t)}{\Delta z} \quad (48)$$

$$i = 1, 2, \dots, N, \quad j = 1, 2, \dots, Nz$$

Onde Nz é o número total de pontos da malha na direção axial.

Com a Equação 42 de transferência de calor do fluido e se aplicou a discretização acima para a temperatura do fluido, tendo como resultado:

$$\rho_f c_{pf} \frac{dT_f^j(t)}{dt} + \rho_f c_{pf} U_f \frac{T_f^j(t) - T_f^{j-1}(t)}{\Delta z} = \frac{h_1 P_w}{A_f} \left(T_1(r_1, z_j, t) - T_f^j(t) \right) \quad (49)$$

, para $t > 0, i = 1, 2, \dots, N, j = 1, 2, \dots, Nz,$

O modelo matemático consiste num sistema de equações diferenciais ordinárias no tempo. A cada ponto discretizado z_j , existe uma equação para a temperatura a do fluido, $T_f^j(t)$ (An, 2015). O sistema de equação diferencial ordinária foi resolvido numericamente com o auxílio do software MAPLE®.

3.6 SOFTWARES PARA OS CÁLCULOS DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR

Com a temperatura da superfície interna do reator calculada, a próxima etapa foi a de geração do perfil de temperatura. Para os cálculos e a geração dos perfis de temperatura, os Softwares Finite Element Analysis® (FEHT-DEMO®), Origin®, Excel®, Engineering Equation Solver® (EES®) e MAPLE® foram utilizados.

3.6.1 Engineering Equation Solver® (EES®)

O EES® foi utilizado para os cálculos de transferência de calor por convecção (perdas) e condução (das superfícies de cada camada do reator), a partir das variáveis conhecidas do sistema. Além disso, foi utilizado para fazer a análise das propriedades de cada material em suas respectivas condições, tendo em vista que as tabelas de bibliografias consultadas não apresentavam as condições necessárias do trabalho.

3.6.2 MAPLE®

O MAPLE® foi utilizado para o cálculo da temperatura através das Equação 35,37-41,43,44 e 49 a fim de obter o resultado de temperatura a partir do gradiente de temperatura adimensional em regime permanente dentro do reator e a solução da equação diferencial ordinária em regime transiente. Este software também foi utilizado como base de comparação para com resultados dos outros softwares utilizados.

3.7 TESTE DO EQUIPAMENTO: HIDRÓLISE SUBCRÍTICA

Após a montagem do equipamento, testes de operação à alta pressão foram realizados para o processamento da casca e da palha de arroz, utilizando a tecnologia de hidrólise subcrítica. Para isso, um leito fixo de biomassa moída foi empacotado e água pré-aquecida fluiu através deste leito. O equipamento foi montado para operar com diferentes biomassas, como resíduos de arroz, soja, canola, etc. O equipamento opera basicamente com variáveis de pressão e temperatura. Os principais parâmetros investigados são listados na Tabela 4.

Uma primeira avaliação foi realizada para identificar o tempo de aquecimento do reator até atingir a temperatura desejada (período transiente). Nesse caso, as temperaturas foram anotadas em intervalos pré-definidos de tempo.

Tabela 4 - Parâmetros operacionais utilizados nos ensaios de teste de hidrólise com água subcrítica

Ensaio	Razão mássica água/sólidos (g água/g biomassa)	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	Tempo de reação (min)
1	7,5	180	25	15
2	15	180	25	15
3	7,5	220	25	15
4	15	220	25	15
5	7,5	260	25	15
6	15	260	25	15

4 RESULTADOS

4.1 EQUIPAMENTO DE HIDRÓLISE SUBCRÍTICA

Após toda a etapa da montagem, o equipamento finalizado está apresentado na Figura 7. Pode ser operado com temperatura máxima de 400°C, pressão máxima de 60 MPa e vazão volumétrica máxima de 50 mL/min. A unidade conta com 4 reatores de aço inox 316L e 3 reatores de Inconel 625 com volumes variando de 20 mL a 500 mL.

Figura 7 - Unidade multipropósito para processamento de biomassas agrícolas a alta pressão



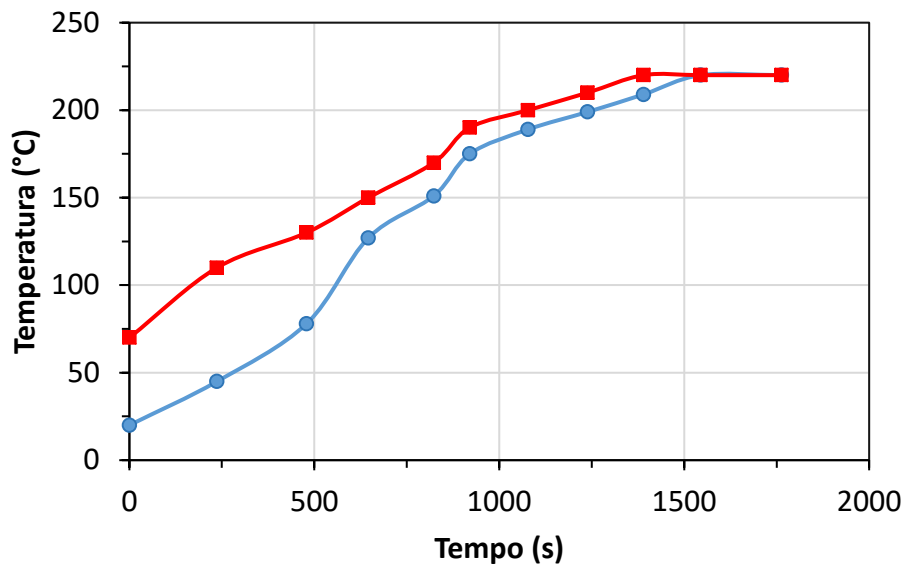
Fonte: o Autor

4.2 HIDRÓLISE SUBCRÍTICA

Para a realização dos ensaios, se o aquecimento do reator fosse de forma direta, ou seja, se a temperatura no controlador fosse ajustada diretamente em 180°C, 220°C ou 260°C, a biomassa poderia queimar devido ao rápido aquecimento e à relativa distância que existe entre o termopar (medição) e a manta (fonte de energia). Isto indica que a resposta de aquecimento não é tão rápida, levando a um possível superaquecimento do sistema. Para contornar esta situação, foram realizados testes de aquecimento de forma gradual, seguindo os tempos

apresentados na Figura 8, bem como nos dados no ANEXO A (Figs. 23 e 24, Tabs. 9, 10 e 11) que foram obtidos a partir da marcação do tempo e análise visual do controlador de temperatura.

Figura 8 - Perfil de aquecimento para 220°C; (■) temperatura ajustada no controlador e (●) temperatura medida pelo termopar



4.3 CÁLCULOS DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR

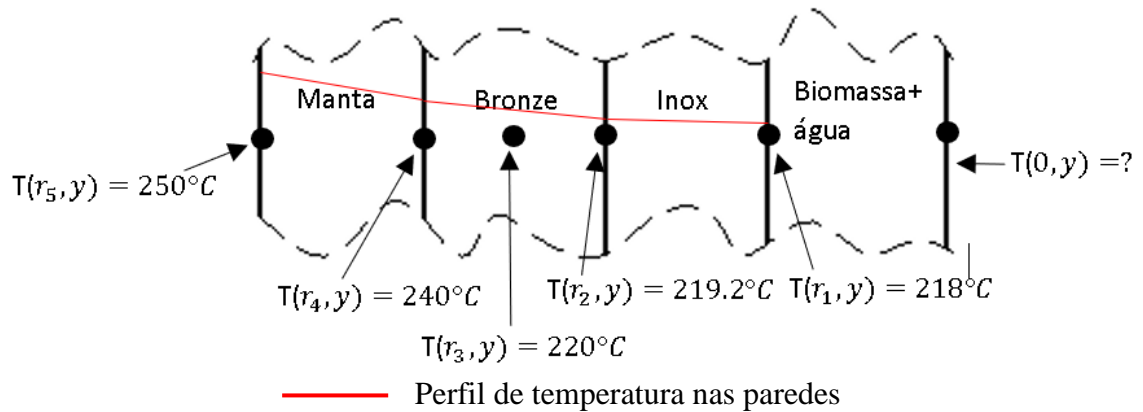
4.3.1 Perfil de temperatura nas faces do reator

Segundo Abaide et al. (2019), o perfil cinético de hidrólise da palha de arroz a 220°C apresentou a melhor proporção de açúcares redutores. Devido a isso, os cálculos de transferência de calor tomaram como base esta condição de temperatura. A partir das Equações 1 e 8, puderam ser calculadas as temperaturas nas faces de cada material do reator. A Figura 9 representa metade do reator, onde as dimensões são baseadas no centro (0, y) e nos respectivos raios (r_1, \dots, r_5) de cada material. O objetivo dos cálculos nesta primeira etapa foi determinar a temperatura da face interna do reator para que, em posse desta, pudesse ser possível a construção de um perfil de temperatura interno do reator. A partir da temperatura no centro da camada de bronze ($T(r_4, y)$) foi possível calcular a temperatura na superfície externa da camada de aço inox ($T(r_3, y)$).

Vale destacar que os raios r_5 e r_4 e suas respectivas temperaturas foram utilizados apenas para o cálculo de perda de calor por convecção. Já os raios r_3, r_2 e r_1 foram considerados na parte de condução radial, pois, como o processo ocorre em regime permanente e há a

presença de um termopar, a temperatura de 220°C no centro do bronze pode ser considerada como uma medição exata. Logo, os cálculos chegariam o mais próximo dos valores reais.

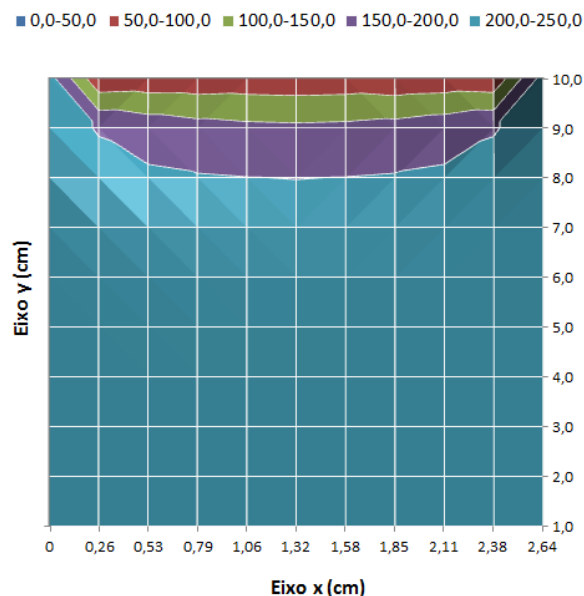
Figura 9 - Temperaturas nas faces do reator



4.3.2 Perfil de temperatura interno utilizando o software Excel®

A partir de uma programação em Excel®, subdividindo a Equação 35 em 5 partes, foi possível obter as temperaturas e um perfil de temperatura (Fig. 10) dentro do reator. O volume de controle foi dividido em 100 partes, sendo “x” e “y” divididos em 10 partes cada. Para o perfil de temperatura foi feito um laço, onde primeiramente “x” é constante em uma certa posição sobre seu eixo e “y” varia de 0 a 100,36 mm. Após o primeiro laço, “x” recebe um incremento e “y” retorna a zero até que seja feita a varredura das 100 partes do volume de controle. A água entrava pré-aquecida a 59°C (parte superior). Os valores são apresentados no ANEXO B.

Figura 10 - Perfil de temperatura obtido através do cálculo usando Excel®; as cores da legenda representam diferentes faixas de temperatura ($^{\circ}\text{C}$)

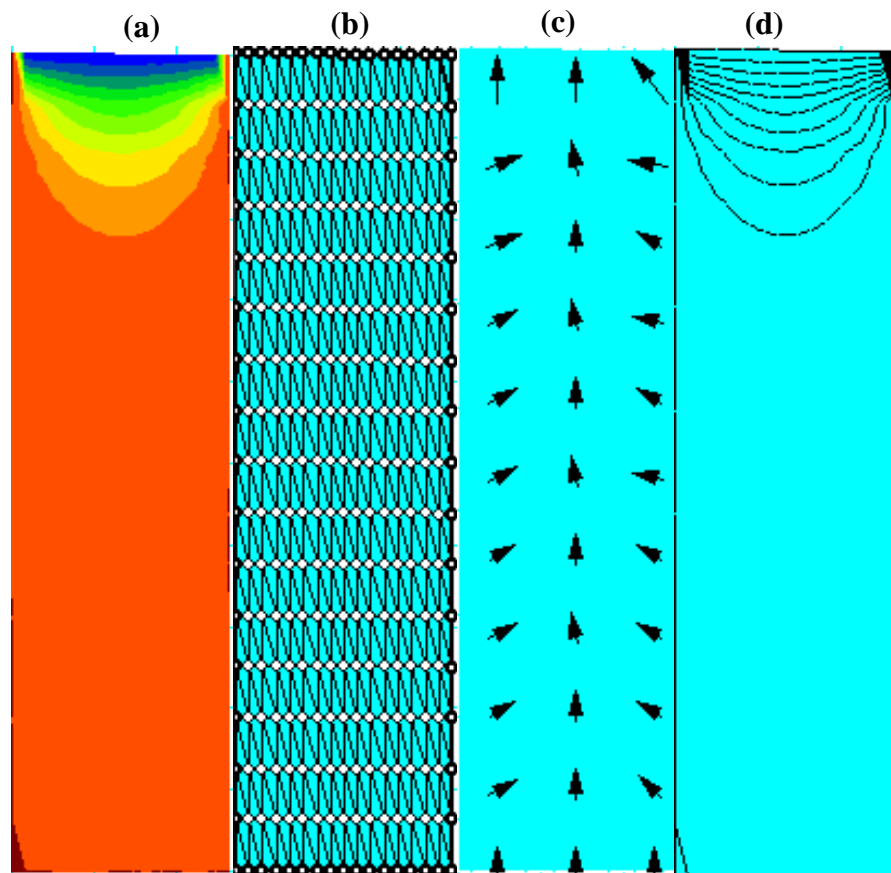


4.3.3 Perfil de temperatura interno utilizando o software FEHT®

O software aceita um limite máximo de 1000 nós. Porém, oferece além do perfil de temperatura a análise de temperatura no nó, gradiente de temperatura, balanço de energia nodal, linhas isotérmicas, dentre outras ferramentas. O FEHT® permite que seja desenhado o formato do volume de controle analisado, dimensionando-o nas mesmas medidas da análise real. Como o modelo do software é de versão DEMO, de uso educacional, algumas ferramentas de análise estavam bloqueadas.

Os perfis de temperaturas obtidos pelo FEHT® foram comparados com os resultados da Equação 35 pelo software MAPLE®, o qual fez o cálculo da temperatura naquelas coordenadas. Levando em consideração a limitação do FEHT® quanto à geração da malha, a diferença entre os resultados dos dois softwares foi de aproximadamente 3°C (Fig. 11).

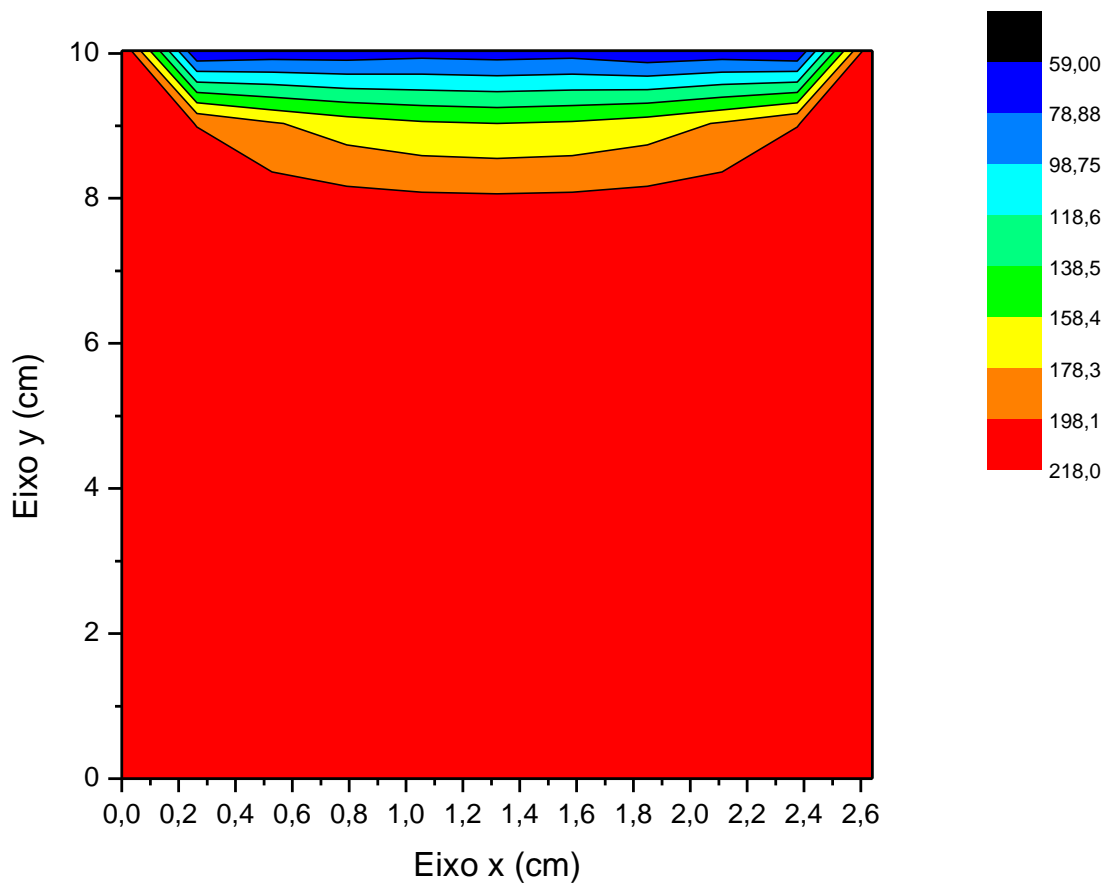
Figura 11 - (a) perfil de temperatura, (b) sistema de malha, (c) fluxo do calor e (d) isoterms pelo FEHT®



4.3.4 Perfil de temperatura interno utilizando o software Origin®

A partir dos dados do Excel®, foi possível gerar o perfil de temperatura pelo software Origin®, onde se gera um perfil mais detalhado que no Excel®, pois há mais faixas de temperatura (Fig. 12).

Figura 12 - Perfil de temperatura pelo Origin®



Os perfis de temperatura obtidos são de grande importância para o processo da hidrólise de biomassas agrícolas para produção de biocombustíveis, com resíduos de arroz e de soja. Devido a isso, é necessário que se tenha um controle da temperatura interna do reator porque a temperatura influencia diretamente nas características da biomassa. Temperaturas demasiadamente altas podem queimá-la e degradá-la, prejudicando os rendimentos no processo de hidrólise. Da mesma forma, temperaturas muito baixas podem ser ineficientes para a reação de conversão de celulose e hemiceluloses.

4.4 PERFIL DE TEMPERATURA INTERNO CONSIDERANDO ESCOAMENTO TRANSIENTE DO FLUIDO E AS PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS DO SISTEMA

4.4.1 Perfil de temperatura utilizando o software MAPLE®

A partir das condições de contorno (Eq. 37-41,43 e 44) e da equação diferencial ordinária (Equação 49), foi possível obter o perfil de temperatura em regime transiente com escoamento dentro do reator. A Tabela 5 apresenta as propriedades geométricas e termofísicas do sistema que foram utilizadas para a solução da equação diferencial ordinária.

Tabela 5 - Parâmetros geométricos e propriedades termofísicas

Parâmetros geométrico e propriedades termofísicas					
r_1	(m)	0.0132	T_{f2}^0	(°C)	66
ρ_1^*	(kg/m ³)	8730	U_{f1}	(m/s)	0.000456
k_1^*	(W/m.K)	16,64	U_{f2}	(m/s)	0.000913
ρ_f^*	(kg/m ³)	953	A_f	(m ²)	0.0005474
cp_f^*	(J/kg.K)	4278	t_1	(s)	900
T_1	(°C)	220	t_2	(s)	600
T_{f1}^0	(°C)	56	t_3	(s)	300

Fonte: Autor e (*) Incropera (2017)

Sendo, r_1 o raio do diâmetro interno do reator, ρ_1 a densidade do bronze, k_1 a condutividade térmica do bronze, ρ_f a densidade da fluido, cp_f o calor específico do fluido, T_1 a temperatura na superfície interna do bronze, T_{f1}^0 a temperatura de entrada do fluido á 15 mL/min, T_{f2}^0 a temperatura de entrada do fluido à 30 mL/min, A_f a área de entrada do fluido, t_1 , t_2 e t_3 são tempos de análise do escoamento transiente.

U_{f1} e U_{f2} correspondem às velocidades geradas devido a diferentes vazões de 15 mL/min e 30 mL/min, respectivamente, utilizadas na bomba de deslocamento positivo. O tempo é dividido em três partes de 5 minutos (300 s), pois, a maioria dos ensaios realizados na unidade multipropósito foram feitos com o tempo máximo de extração de 15 minutos.

T_{f1}^0 e T_{f2}^0 são temperaturas de entrada no leito fixo do reator, onde, para T_{f1}^0 foi considerada a vazão volumétrica de 15 mL/min e velocidade do fluido de U_{f1} e para T_{f2}^0 a vazão volumétrica de 30 mL/min e velocidade do fluido de U_{f2} .

Considerando o comprimento L do reator de 100 mm, o número total de pontos da malha na direção axial foi feito em duas análises, a primeira delas com número de malha de 100 pontos (1 ponto a cada 1 mm) e a segunda com número de malha de 200 pontos (1 ponto a cada 0,5 mm).

Com a programação em MAPLE® da equação diferencial ordinária e suas condições de contorno apresentada no ANEXO C, foram obtidos diferentes perfis de temperatura em função das velocidades do fluido, do número total de pontos da malha na direção axial e do tempo de escoamento. A Tabela 6 a seguir apresenta a estrutura de análise utilizada para construção dos perfis de temperatura.

Tabela 6 - Estrutura de análise dos perfis de temperatura em regime transiente

Velocidade (m/s)	Malha	Tempo(s)	Velocidade (m/s)	Malha	Tempo(s)
	100	900		100	900
U_{f1}	100	600	U_{f2}	100	600
	100	300		100	300
	200	900		200	900
U_{f1}	200	600	U_{f2}	200	600
	200	300		200	300

A partir Equações 37-41,43,44 e 49 aplicadas no software MAPLE® e da estrutura de análise, apresentada na Tabela 6 anteriormente, foram obtidos gráficos de temperatura em função da largura do reator em diferentes taxas de tempo, onde foram feitas comparações em um mesmo gráfico entre as malhas de 100 e 200 pontos.

A partir das Figuras 13-18 pôde-se notar a relação entre a transferência de calor e a velocidade do fluido pré-aquecido na entrada do reator, sendo que a temperatura do fluido em todos os perfis de temperatura com velocidade U_{f1} (Figuras 13-15) atingiram mais rapidamente o seu estado estacionário.

As temperaturas das malhas de 200 pontos são sempre inferiores às de 100 pontos, devido ao fato de dividir toda a seção longitudinal do reator em mais pontos, sendo mais precisa

quanto á relação posição-temperatura, aproximando o resultado de temperatura obtido com a realidade.

Além da influência da velocidade, o número de pontos de malha utilizados também influencia na posição em que é atingido o estado estacionário, porém, a influência do tempo nesta propriedade, não apresenta resultados significativos, pois, para os três diferentes tempos, a variação de temperatura no mesmo ponto de malha apresentou variação de $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

Figura 13 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 15 minutos (900 s) e vazão de 15mL/min para temperatura desejada de 220°C

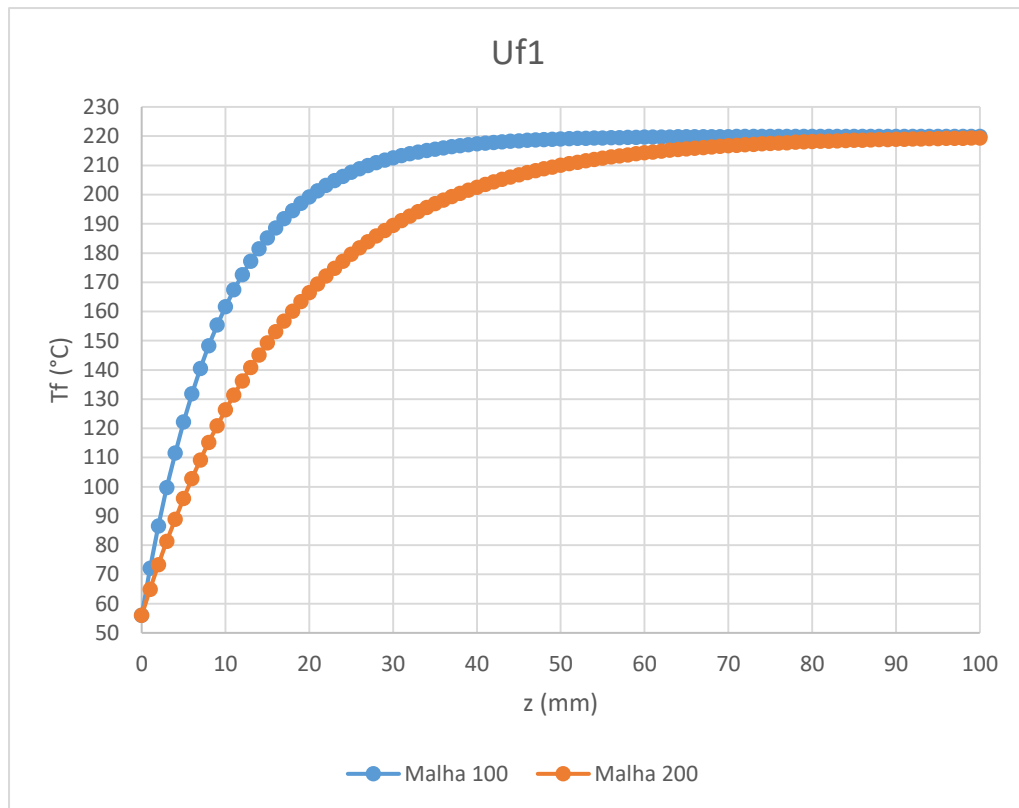


Figura 14 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 10 minutos (600 s) e vazão de 15 mL/min para temperatura desejada de 220°C

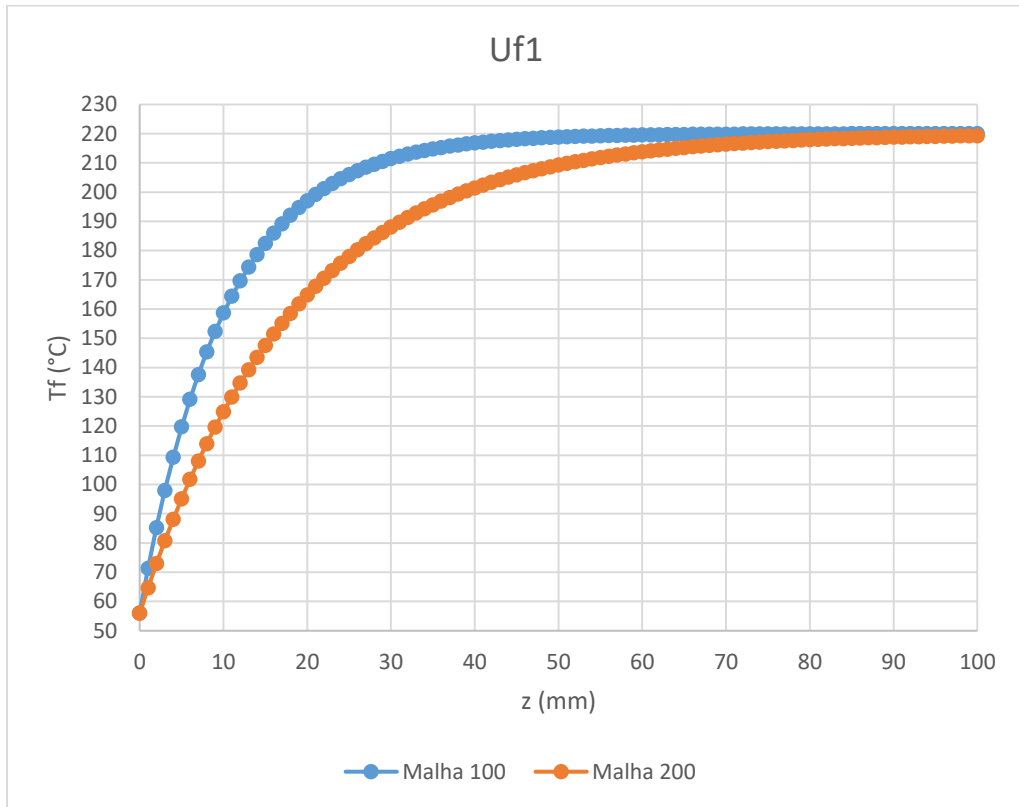


Figura 15 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 5 minutos (300 s) e vazão de 15 mL/min para temperatura desejada de 220°C

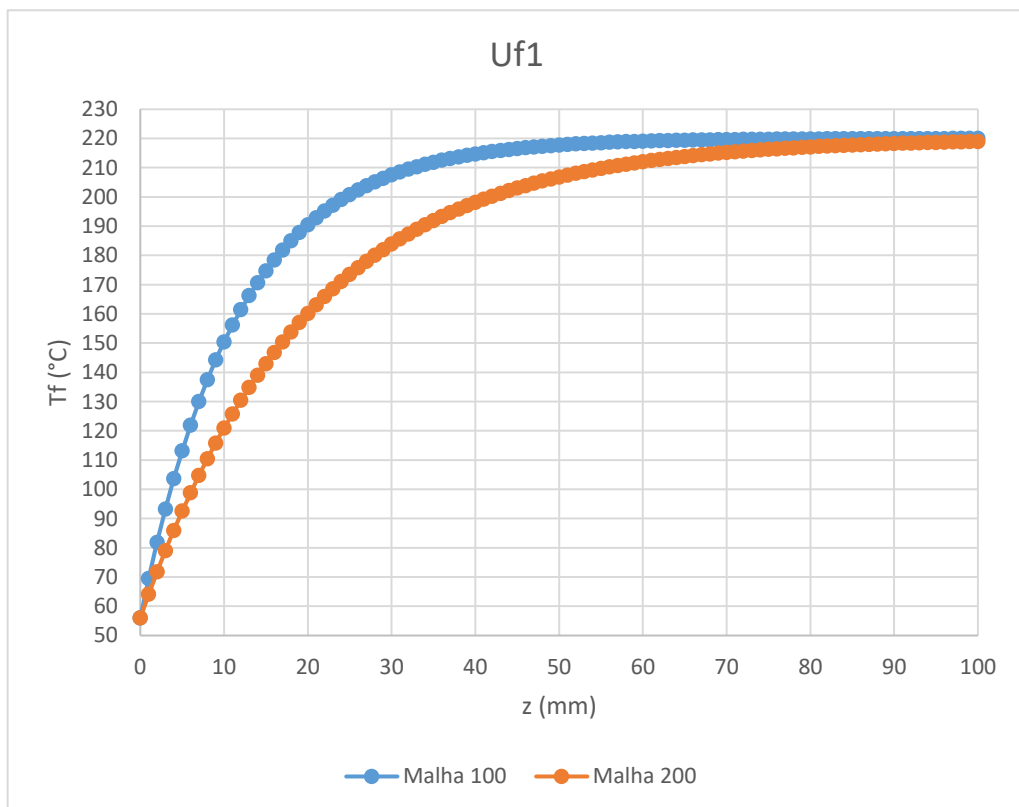


Figura 16 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 15 minutos (900 s) e vazão de 30 mL/min para temperatura desejada de 220°C

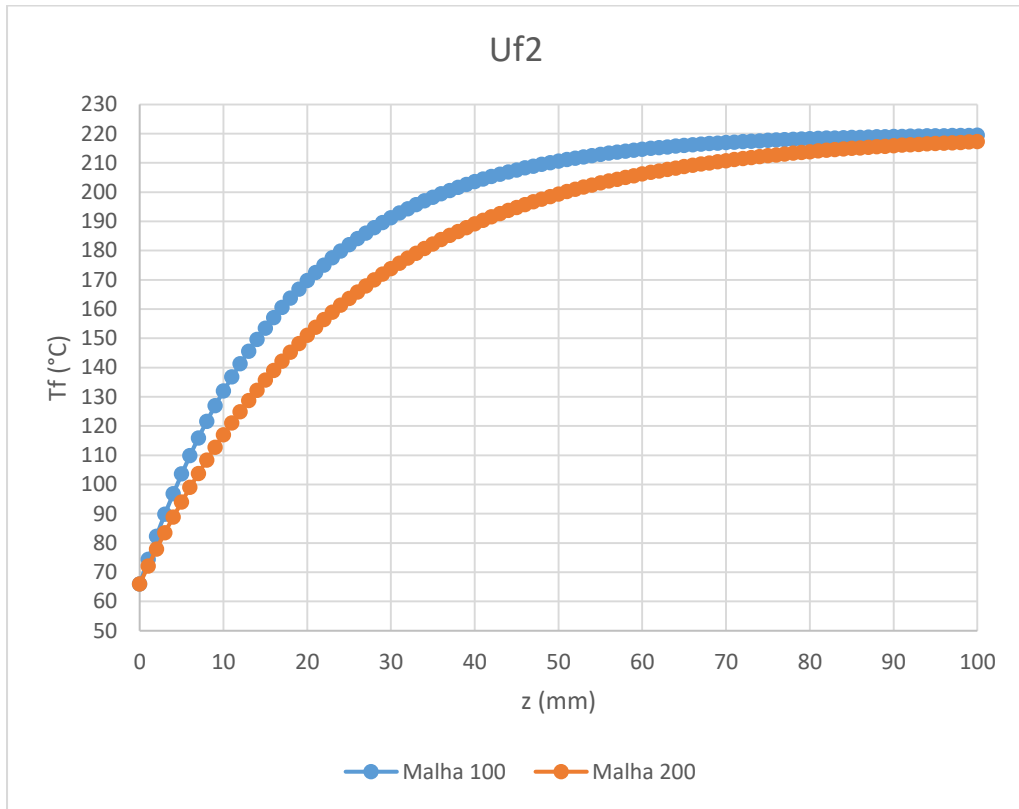


Figura 17 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 10 minutos (600 s) e vazão de 30 mL/min para temperatura desejada de 220°C

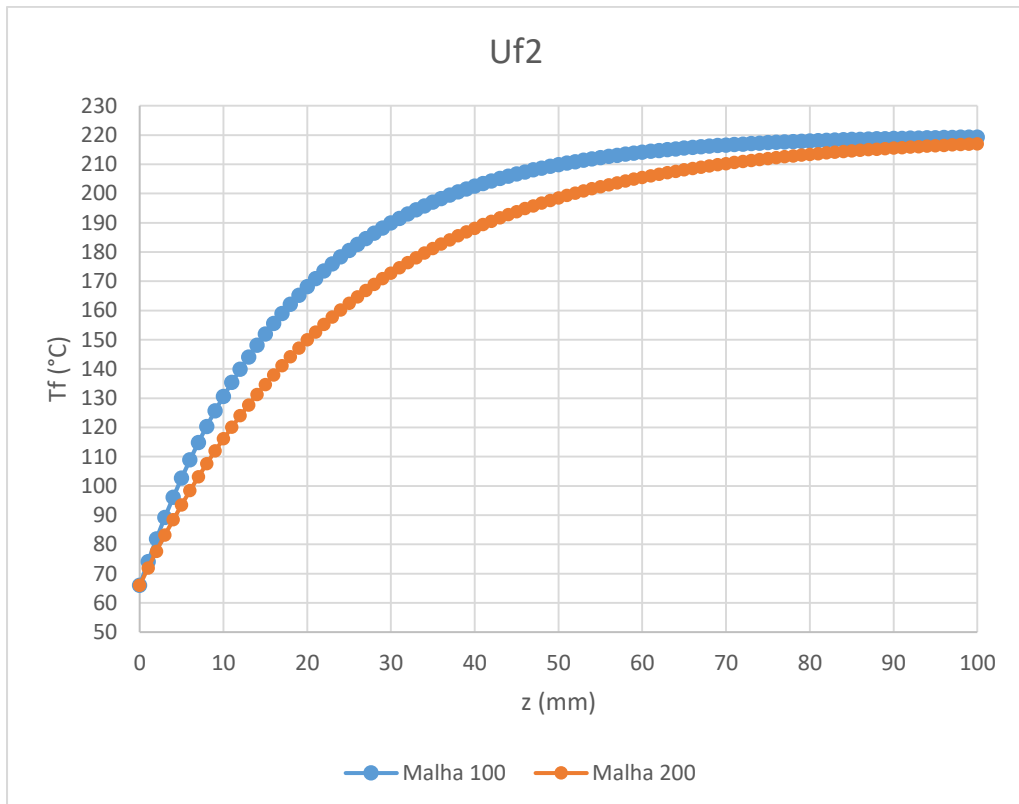
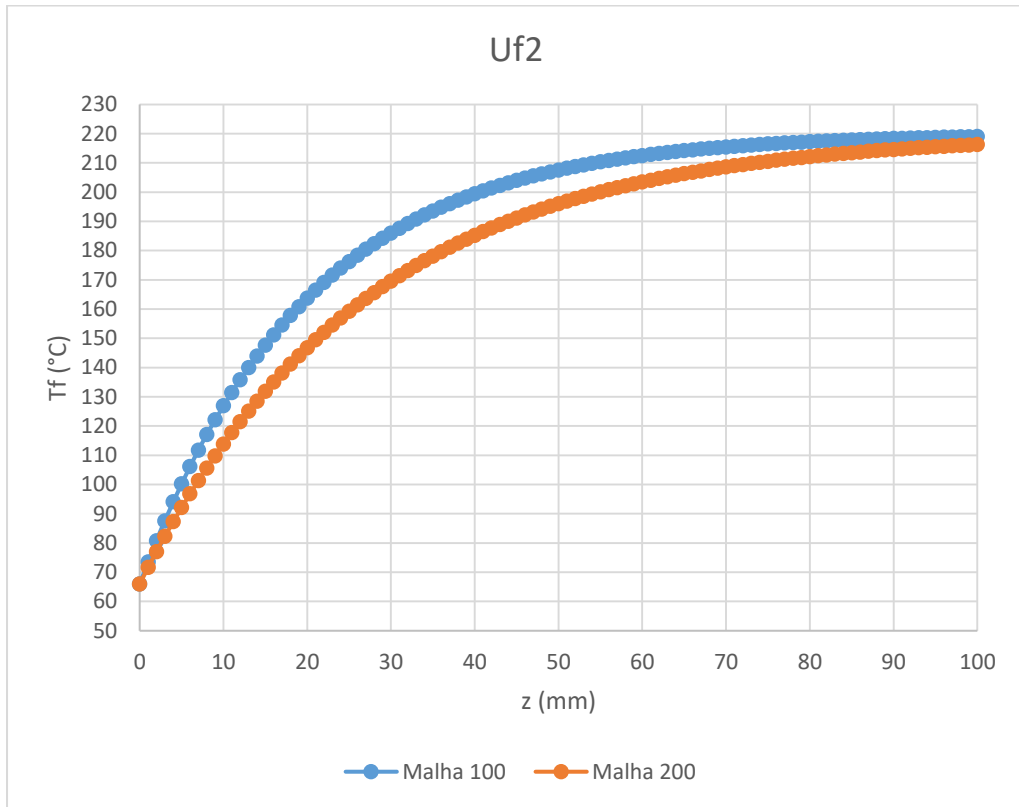


Figura 18 - Perfil de temperatura com escoamento transiente de 5 minutos (300 s) e vazão de 30 mL/min para temperatura desejada de 220°C



5 CONCLUSÃO

O desenho em CAD, projeto e montagem da unidade multipropósito para processamento de biomassas agrícolas sob alta pressão possibilitou que mestrandos e doutorando do LAPE ensaiassem e analisassem diversas biomassas agrícolas em várias condições de temperatura, pressão e vazão. Foi elaborado um procedimento operacional padrão ANEXO D, apresentando como realizar de forma eficiente e segura ensaios na unidade, assim como, solução para possíveis problemas durante a operação.

Quando se analisa os resultados obtidos pelo escoamento em regime transiente dentro do reator de hidrólise, pode se observar que, por menor que seja a diferença, à medida que o tempo do processo aumenta, o perfil de temperatura ao longo do a direção do comprimento se aproxima do perfil de temperatura em estado estacionário, como estas variações são baixas, acredita-se que os perfis de temperatura obtidos em regime transiente estão próximos ao perfil de temperatura real no interior do reator.

Além disso, a influência da vazão volumétrica do fluido pré-aquecido na entrada do reator faz com que a temperatura do fluido atinja mais rapidamente o seu estado estacionário, pois, com a menor vazão de 15 mL/min, obteve-se uma velocidade do fluido menor, com isso, o fluido permaneceu mais tempo em contato com a face de aquecimento do reator, atingindo o estado estacionário de temperatura (220°C) em aproximadamente 60mm, enquanto que com vazão de 30mL/min este estado é atingido próximo de 85 mm.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar a modelagem e análise numérica do sistema utilizando o software ANSYS®.
- Análise do perfil de temperatura em diferentes temperaturas e vazões.
- Obter perfil de temperatura com uma malha mais precisa, aumentando o número de pontos.
- Obter perfis de temperatura radiais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAIDE, E. R.; TRES, M. V.; ZABOT, G. L.; MAZUTTI, M. A. **Reasons for processing of rice coproducts: Reality and expectations**, Biomass and Bioenergy, 2019, 120, 240-256.

AN, C. SU, J. **Lumped models for transient thermal analysis of multilayered composite pipeline with active heating**, Applied Thermal Engineering 87 (2015) 749e759.

BNDES e CGEE, **Bioetanol de cana-de-açúcar Energia para o desenvolvimento sustentável**, 1 ed. 2008.

CARDENAS-TORO, F. P.; FORSTER-CARNEIRO, T.; ROSTAGNO, M. A.; PETENATE, A. J.; FILHO, F. M; MEIRELES, M. A. A., **Integrated supercritical extraction and subcritical water hydrolysis for the recovery of bioactive compounds from pressed palm fiber**, The Journal of Supercritical Fluids 2014, 93, 42-48.

INCROPERA, F. P.; BERGMAN, T. L.; LAVINE, A.; DEWITT, D. P. **Fundamentos de transferência de calor e de massa**. 7. ed. 2017.

KIM, S.B.; YUM, D.M.AND PARK, S.C., **Step-change Variation of Acid Concentration in a Percolation Reactor for Hydrolysis of Hardwood Hemicellulose**. Bioresource Technology 2000, 72, 289-294.

KRAMMER, P AND VOGEL, H., **Hydrolysis of Esters in Subcritical and Supercritical Water**. Journal of Supercritical Fluids 2000, 16, 189-206.

LIMA, U. A. ET AL. **Biotecnologia Industrial: Processos Fermentativos e Enzimáticos**. São Paulo – SP, 2001.

MAGALHÃES, P.G. **30 anos de Pro álcool no centro de debate**. Jornal da Unicamp, Campinas, p.11, 2005.

MORESCHI, S. R. M. **Hidrólise, com água subcrítica e co₂, do amido e celulose presentes no resíduo de extração supercrítica de gengibre (zingiber officinale roscoe): produção de oligossacarídeos**. UNICAMP, 2004

PRADO, J. M.; LACHOS-PEREZ, D.; FORSTER-CARNEIRO, T.; ROSTAGNO, M. A. **Sub- and supercritical water hydrolysis of agricultural and food industry residues for the production of fermentable sugars: A review** 2016, 98, 95-123.

SOKHANSANJ, S.; WEBB, E. **Evaluating industrial drying of cellulosic feedstock for bioenergy**: A systems approach 2016, 10, 47-55.

STRADIOTTO, N. R.; LEMOS, E. G. M. **Bioenergia, desenvolvimento, pesquisa e inovação**. São Paulo: Cultura Acadêmica, 2012.

SUN, Y. AND CHENG, J. **Hydrolysis of Lignocellulosic Materials for Ethanol Production**. Bioresource Technology 2002, 83, 1-11.

ZABOT, G. L.; ABAIDE, E. R.; TRES, M. V.; MAZUTTI, M. A. **Subcritical hydrolysis contribution in the holistic biorefinery concept: obtaining bioproducts and biofuels from renewable natural resources for a novel bioeconomy**. In. **Advanced Bioprocessing for Alternative Fuels**, Biobased Chemicals. Editor: Hosseini, M. 1 ed. 2019, Elsevier, USA.

ZHU, Z.; LIU, Z.; ZHANG, Y.; LI, B; LU H.; DUAN, N.; SI, B; SHEN, R.; LU, J. **Recovery of reducing sugars and volatile fatty acids from cornstalk at different hydrothermal treatment severity**, Bioresource Technology 199 (2016) 220–227.

ANEXO A – FIGURAS E TABELAS REFERENTES AO AQUECIMENTO GRADUAL DO REATOR

Tabela 7 - Tempos de aquecimento para 180°C

Tempo (min)	T controlador (°C)	T ajustada (°C)
00:00	25	70
04:04	57	100
06:11	83	130
09:00	129	150
11:26	156	160
12:44	168	170
15:00	180	180

Figura 19 - Perfil de aquecimento para 180°C; (■) temperatura ajustada no controlador e (●) temperatura medida pelo termopar

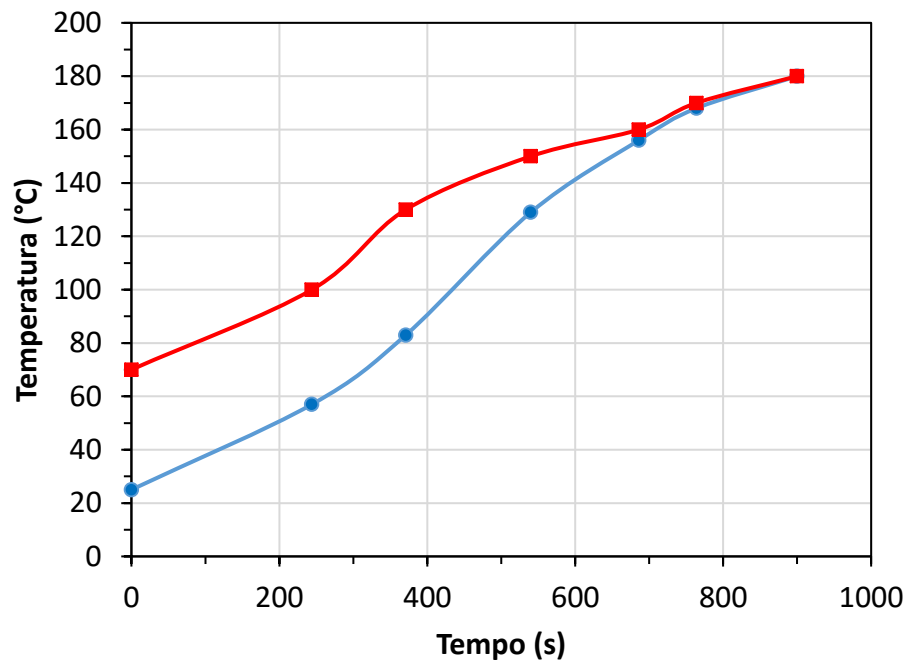


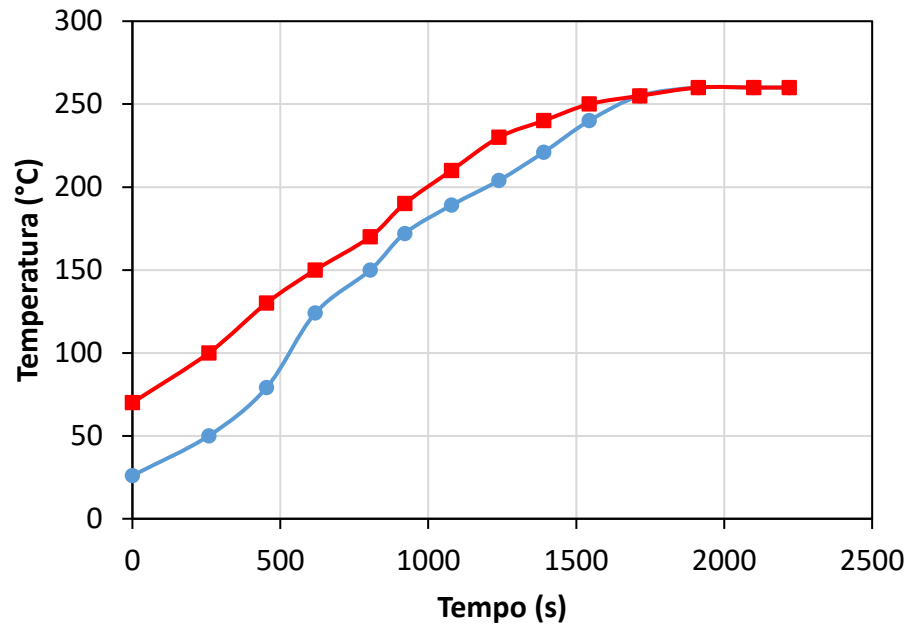
Tabela 8 - Tempos de aquecimento para 220°C

Tempo (min)	T controlador(°C)	T ajustada (°C)
00:00	20	70
03:57	45	110
07:59	78	130
10:46	127	150
13:43	151	170
15:20	175	190
17:58	189	200
20:39	199	210
23:10	209	220
25:44	220	220
29:23	220	220

Tabela 9 – Tempos de aquecimento para 260°C

Tempo (min)	T controlador(°C)	T ajustada (°C)
00:00	26	70
04:18	50	100
07:33	79	130
10:18	124	150
13:24	150	170
15:20	172	190
17:58	189	210
20:39	204	230
23:10	221	240
25:44	240	250
28:35	255	255
31:53	260	260
35:00	260	260
37:00	260	260

Figura 20 - Perfil de aquecimento para 260°C; (■) temperatura ajustada no controlador e (●) temperatura medida pelo termopar



ANEXO C – PROGRAMAÇÃO EM MAPLE

Figura 21 - Programação em Maple da Equação 35

```

> restart;
T2:=59;
T1:=218;
L:=0.0264;
W:=0.10036;
N:=200;
theta:=(2/Pi)*Sum((((-1)^(n+1)+1)/n * sin((n*Pi*x)/L) * ((sinh((n*Pi*y)/L))/sinh((n*Pi*W)/L)), n=1..N);
T2:=59
T1:=218
L:=0.0264
W:=0.10036
N:=200
theta := \frac{2 \left( \sum_{n=1}^{200} \frac{((-1)^{n+1} + 1) \sin(37.87878788 n \pi x) \sinh(37.87878788 n \pi y)}{n \sinh(3.801515152 n \pi)} \right)}{\pi} \quad (1)
>
> x:=0.007920;
y:=0.10036;
theta:=(2/Pi)*sum((((-1)^(n+1)+1)/n * sin((n*Pi*x)/L) * ((sinh((n*Pi*y)/L))/sinh((n*Pi*W)/L)), n=1..N);
evalf(%);
T:=(theta*(T2-T1))+T1;
evalf(%);
x:=0.007920
y:=0.10036
theta := \frac{3.129232608}{\pi}
0.9960656750
T = - \frac{497.5479847}{\pi} + 218
T = 59.6255577 \quad (2)

```

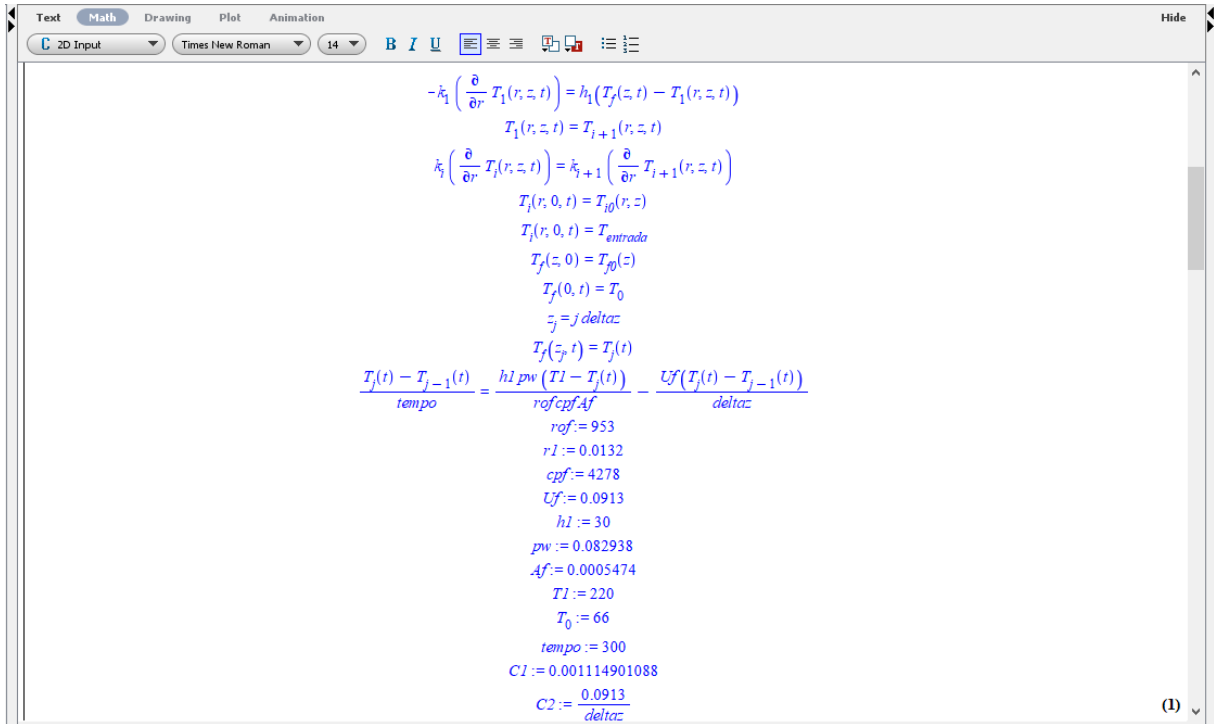
Figura 22 - Programação escoamento transiente MAPLE® (a)

```

> restart;
-h[1]*diff(T[1](r,z,t),r)=h[1]*(T[f](z,t)-T[1](r,z,t));
T[1](r,z,t)=T[i+1](r,z,t);
h[i]*diff(T[i](r,z,t),r)=h[i+1]*diff(T[i+1](r,z,t),r);
T[i](r,0,t)=T[i0](r,z);
T[i](r,0,t)=T[entrada];
T[f](z,0)=T[f0](z);
T[f](0,t)=T[0];
z[j]=j*delta;
T[f](z[j],t)=T[j](t);
\frac{(T[j](t)-T[j-1](t))}{tempo} = \left( \frac{hl \cdot pw}{rof \cdot cpf \cdot Af} \right) \cdot (T1 - (T[j](t))) - \frac{Uf}{delta} \cdot (T[j](t) - T[j-1](t)); rof := 953;
r1 := 0.0132;
cpf := 4278;
Uf := 0.0913;
hl := 30;
pw := 0.082938;
delta := 3.5;
Af := 0.0005474;
T1 := 220;
T[0] := 66;
tempo := 300;
C1 := \left( \frac{hl \cdot pw}{rof \cdot cpf \cdot Af} \right);
C2 := \frac{Uf}{delta};

```

Figura 23 - Programação escoamento transiente MAPLE® (b)



The screenshot shows the Maple interface with the following content:

$$-k_1 \left(\frac{\partial}{\partial r} T_1(r, z, t) \right) = h_1 (T_f(z, t) - T_1(r, z, t))$$

$$T_1(r, z, t) = T_{i+1}(r, z, t)$$

$$k_i \left(\frac{\partial}{\partial r} T_i(r, z, t) \right) = k_{i+1} \left(\frac{\partial}{\partial r} T_{i+1}(r, z, t) \right)$$

$$T_i(r, 0, t) = T_{i0}(r, z)$$

$$T_i(r, 0, t) = T_{entrada}$$

$$T_f(z=0) = T_{f0}(z)$$

$$T_f(0, t) = T_0$$

$$z_j = j \cdot \text{deltaz}$$

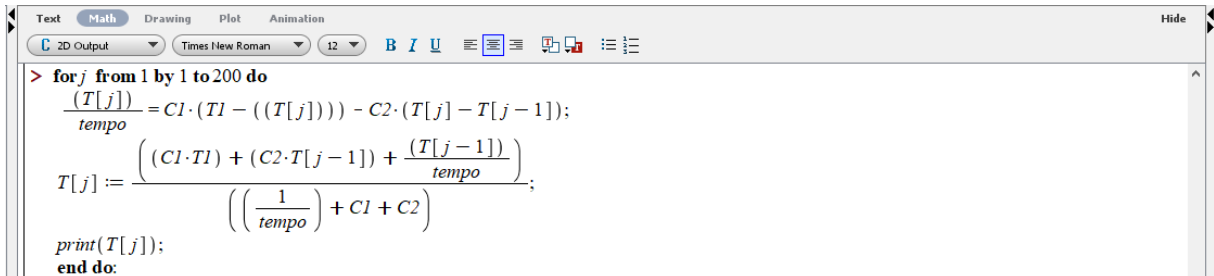
$$T_f(z_j, t) = T_j(t)$$

$$\frac{T_j(t) - T_{j-1}(t)}{\text{tempo}} = \frac{hl \cdot pw \cdot (T1 - T_j(t))}{rof \cdot cpf \cdot Af} - \frac{Uf \cdot (T_j(t) - T_{j-1}(t))}{deltaz}$$

Parameter assignments:

```
rof:=953
r1:=0.0132
cpf:=4278
Uf:=0.0913
hl:=30
pw:=0.082938
Af:=0.0005474
T1:=220
T0:=66
tempo:=300
C1:=0.001114901088
C2:=0.0913/deltaz
```

Figura 24 - Programação escoamento transiente MAPLE® (c)



The screenshot shows the Maple interface with the following code:

```
> for j from 1 by 1 to 200 do
  (T[j])/tempo = C1*(T1 - ((T[j]))) - C2*(T[j] - T[j-1]);
  T[j] := ((C1*T1) + (C2*T[j-1]) + (T[j-1])/tempo) /
  ((1/tempo) + C1 + C2);
  print(T[j]);
end do;
```

ANEXO D - PROCEDIMENTO OPERACIONAL PADRÃO (POP) DO EQUIPAMENTO

O Procedimento Operacional Padrão (POP) é uma ferramenta de instrução detalhada dos procedimentos em várias funções, visando uniformizar a sequência das ações feitas pelo usuário. Basicamente mostra o passo a passo a ser seguido, apresentando os processos, materiais e cuidados a serem tomados para uma manipulação segura e padrão. O uso do POP é muito comum, pois, sua aplicação traz várias vantagens, tais como: segurança, diminuição de problemas, facilidade de operação e execução, assim como maior confiança e credibilidade nos resultados obtidos pelo processo.

Para este trabalho, tendo em vista as vastas vantagens da utilização deste procedimento, foi elaborado um POP específico para a utilização do Equipamento Multipropósito para Processamento de Biomassas Agrícolas montado neste trabalho.

I. Preparo da amostra

- 1- Preparar o conteúdo da amostra com sua determinada massa dentro do vaso reator.
- 2- Se necessário, pode-se compactar o conteúdo dentro do vaso reator;
- 3- Cuidar para não deixar conteúdo da amostra na rosca do reator;
- 4- Com o conteúdo dentro, fechar as porcas do reator e certificar-se de que as mesmas estão bem fechadas.
- 5- Preparar os recipientes de coleta da amostra, nomeando cada um deles;

II. Verificações

- 6- Verificar se há água no banho maria. Se sim, cuidar para a água sempre cobrir a serpentina.

Informação: O banho maria pode ser ligado antes de começar o processo, para reduzir o tempo de aquecimento até a temperatura determinada da água.

- 7- Verificar se a válvula micrométrica está fechada.
- 8- Verificar se há um béquero de coleta do excesso de amostra no fim da tubulação;
- 9- Verificar se o recipiente com água destilada está cheio, fechado e com o filtro conectado na ponta;
- 10- Verificar se a válvula de alívio de pressão (abaixo dos dois manômetros) está fechada;
- 11- Verificar se todas as conexões, exceto as do reator e manta, estão fixas e bem fechadas;

III. Montagem do reator e análise de pressão

- 12- Conectar o reator aos dois pontos da tubulação;
- 13- Verificar se as conexões do reator com a tubulação estão bem fechadas;
- 14- Ligar os componentes em suas respectivas tomadas de luz (BANHO E BOMBA);
- 15- Ligar o banho maria;
- 16- Abrir um pouco a válvula micrométrica;
- 17- Ligar a bomba com uma determinada vazão;

Informação: Cuidar a todo momento os manômetros para que a pressão não suba demais; se subir excessivamente, desligar o bombeamento.

- 18- Esperar o fluido sair até o béquer;
- 19- Se o fluido sair, seguir para o passo seguinte; se não sair, procurar o problema, resolvê-lo e recomeçar o processo;
- 20- Fechar totalmente a válvula micrométrica;
- 21- Cuidar a todo momento os manômetros para que a pressão não suba demais;
- 22- Quando estiver na pressão desejada de processo, desligar o bombeamento e cuidar por alguns minutos os dois primeiros manômetros, primeiro para saber se não há perda de pressão e segundo para ver se os dois estão em pressões aproximadas.
- 23- Se não houver perda de pressão e os manômetros estiverem sincronizados, seguir para o passo seguinte; caso contrário, procurar o problema, resolvê-lo e recomeçar;

IV. Processo de hidrólise

- 24- Conectar as ponteiras da manta ao painel de controle;
- 25- Ligar a manta em sua respectiva tomada de luz;
- 26- Controlar a temperatura da manta pelo painel de controle para atingir a temperatura de processo;
- 27- Seguir o modelo de troca de temperatura em relação ao tempo de processo;

Informação: Sempre que a temperatura da manta aumentar, resultará em aumento da pressão no reator e tubulação.

Informação: Se a pressão subir demais, deve ser liberada abrindo-se aos poucos a válvula micrométrica.

V. Coleta da amostra

Informação: Para a coleta da amostra, recomenda-se ter um cronômetro em mãos e pelo menos duas pessoas, uma para controle da pressão na tubulação e outra para coleta da amostra e cronometragem.

Informação: Eventualmente cuidar o nível de água destilada;

28- Após chegar à temperatura de controle ou do tempo de controle (o que for escolhido) é preciso coletar a amostra;

Informação: Nem sempre a temperatura estará ao tempo determinado no modelo, então é necessário que se faça a escolha de quando começar a coleta.

29- Retirar o béquer de excesso e colocar o primeiro recipiente de coleta das amostras;

30- Ligar o bombeamento, iniciar o cronômetro, abrir e fechar a válvula micrométrica alternadamente para manter pressão na tubulação e coletar amostra;

Informação: CUIDAR A PRESSÃO NA TUBULAÇÃO, POIS, A PARTIR DESTES PASSOS, É NECESSÁRIO UM RIGOROSO CONTROLE. QUALQUER EXCESSO DE PRESSÃO OU SINAL DE SOBREPRESSÃO, DESLIGAR IMEDIATAMENTE O BOMBEAMENTO;

31- Trocar os frascos aos tempos pré-determinados no modelo experimental;

32- Durante o tempo de espera para encher o recipiente, colocar o anterior na geladeira.

33- Recolocar o béquer de excesso logo após a coleta no último recipiente;

34- Abrir totalmente a válvula micrométrica e deixar sair algum excesso por alguns minutos;

Informação: Abrir aos poucos a válvula, pois como a pressão é alta, pode respingar a amostra quente.

VI. Finalização e limpeza

35- Quando todos os recipientes estiverem na geladeira, ajustar temperatura de 20°C para a manta;

36- Desligar o bombeamento;

37- Desligar o banho maria;

38- Esperar a temperatura da manta diminuir até os 20°C;

39- Desconectar a manta da tomada de luz e do painel de controle;

40- Retirar o reator;

41- Religar o banho maria;

42- Abrir as duas pontas do reator;

43- Retirar o sólido de dentro;

44- Limpar o interior do reator e os filtros;

45- Montar e conectar novamente o reator na unidade, sem biomassa no interior;

46- Ligar o bombeamento;

47- Fechar e abrir a válvula micrométrica alternadamente;

- 48- Procurar perceber se há sólidos dentro da tubulação; se sim, continuar com a alternância da válvula micrométrica, se não, passar para o passo seguinte;
- 49- Desligar o bombeamento e a bomba da tomada de luz;
- 50- Desligar o banho maria e o mesmo da tomada de luz;
- 51- Retirar o reator;
- 52- Limpar a unidade;
- 53- Limpar e guardar equipamentos e vidrarias utilizadas;
- 54- Completar com água destilada o recipiente de água destilada;
- 55- Deixar o reator e filtros sobre a unidade.