



Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP  
Faculdade de Engenharia de Alimentos - FEA  
Departamento de Engenharia de Alimentos - DEA  
Laboratório de Engenharia de Bioprocessos - LEB

**Montagem, Instrumentação, Controle e Desenvolvimento Experimental de  
um Processo Fermentativo Extrativo de Produção de Etanol.**

Tese apresentada à Faculdade  
de Engenharia de Alimentos da  
Universidade Estadual de Campinas para  
obtenção do título de Doutor em  
Engenharia de Alimentos.

Daniel Ibraim Pires Atala  
Engenheiro de Alimentos

Prof. Dr. Francisco Maugeri Filho  
Orientador

Campinas, SP – Dezembro de 2004.

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA F.E.A. – UNICAMP

At14m Atala, Daniel Ibraim Pires  
Montagem, instrumentação, controle e desenvolvimento experimental de um processo fermentativo extrativo de produção de etanol / Daniel Ibraim Pires Atala. – Campinas, SP: [s.n.], 2004.

Orientador: Francisco Maugeri Filho  
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas.  
Faculdade de Engenharia de Alimentos.

1.Fermentação alcoólica. 2.Instrumentação e controle.  
3.Desenvolvimento experimental. 4.Fermentação sob vácuo.  
5.Extração flash a vácuo. 6.Processo extrativo. I.Maugeri Filho,  
Francisco. II.Universidade Estadual de Campinas.Faculdade de  
Engenharia de Alimentos. III.Título.

cars-fea

## **BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Dr Francisco Maugeri Filho  
(Orientador – DEA/FEA/UNICAMP)

---

Prof. Dr. Aldo Tonso  
(Escola Politécnica –DEQ /USP)

---

Profª Drª. Aline Carvalho da Costa  
(FEQ/UNICAMP)

---

Prof. Dr. Carlos Osamu Hokka  
(Engenharia Química/UFSCar)

---

Profª Drª. Maria Isabel Rodrigues  
(DEA/FEA/UNICAMP)

---

Prof. Dr. Rubens Maciel Filho  
(FEQ/UNICAMP)

---

Prof. Dr. Silvio Roberto Andrietta  
(CPQBA/UNICAMP)



## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho a minha esposa, Maria Isabel Berto e a minha Filha, Amanda Berto Atala as quais amo com muita paixão.

Aos meus Pais, Ibraim Atala e Elzira Pires Atala, meus irmãos Danilo e Alle e minha sobrinha Ana Carolina pela torcida e incentivo. Amo vocês!!



## AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer ao meu orientador Francisco Maugeri Filho pela orientação, pelos ensinamentos e pelo exemplo de vida.

A Maria Isabel Rodrigues por ter acompanhado de perto todas as etapas de desenvolvimentos do trabalho me ajudando e me incentivando.

Aos membros da banca pela correção e enriquecimento do trabalho.

Ao Prof. Aldo Tonso pela introdução e ajuda inicial com o programa LabView.

Ao Prof. Rubens e Prof. Silvio e a Profa. Aline pelas dicas, conversas e ajuda.

A Fapesp pelo apoio financeiro (00/00160-8).

A Unicamp e a FEA pela oportunidade da realização de minha pós-graduação.

Aos meus grandes amigos, Luciano & Ana (Casal Friends), Márcio & Graça, Família Costa, Michele, Junior & Mary, Suzi & Eder, Paty e Carioca (Fernando) pelos momentos de alegria e descontração.

Ao pessoal do Laboratório de Engenharia de Bioprocessos – LEB (Fifa, Fernanda, Saartje, Yemiko, Eliana, Lia, Carlos, Bernardo, Eduardo, Tihany e Helen) pela convivência durante todos estes anos compartilhando de momentos de alegria e frustração.

Aos alunos de iniciação científica Guilherme, Pedro, Rodrigo e Rafael por terem me ajudado em etapas distintas deste trabalho.

A Família Berto, de minha esposa, pela torcida, ajuda e colaboração.

Aos funcionários e Professores e amidos da Faculdade de Engenharia de Alimentos.

E a todos que de certa forma contribuíram para a realização deste trabalho.



## INDICE

RESUMO.....	xvii
ABSTRACT.....	xix
INTRODUÇÃO GERAL.....	1
OBJETIVOS .....	5
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA GERAL.....	7
1. <i>A IMPORTÂNCIA DO ETANOL NOS AGRONEGÓCIOS BRASILEIROS</i> .....	9
1.1. O Proálcool .....	9
1.2. A Influência do Proalcohol na tecnologia de produção do etanol .....	10
1.3. Perspectivas para o Etanol.....	12
1.3.1. Etanol no Bi-combustível.....	12
1.3.2. Etanol na produção de Biomassa.....	13
1.3.3. Etanol no Biodiesel .....	13
1.3.4. Etanol para produção de hidrogênio.....	14
2. <i>PRODUÇÃO DE ETANOL VIA FERMENTAÇÃO ALCOÓLICA</i> .....	15
2.1. Inibição pelo etanol .....	15
2.2. Processos Contínuos.....	16
2.3. Estratégias de remoção contínua de etanol.....	17
2.4. Processo Biostil x Processo Extrativo a <i>Flash</i> .....	18
3. <i>CONTROLE DE PROCESSOS</i> .....	19
3.1. Controle de duas posições .....	20
3.2. Controladores PID.....	20
3.2.1. Métodos de sintonia de controladores PID.....	24
4. <i>AUTOMAÇÃO INDUSTRIAL</i> .....	26

<b>CAPÍTULO I. Montagem e Instrumentação do Sistema Fermentativo.....</b>	<b>31</b>
<i>I.1. Resumo.....</i>	<i>33</i>
<i>I.2. Introdução.....</i>	<i>34</i>
<i>I.3. Material e Métodos.....</i>	<i>36</i>
I.3.1 Equipamentos.....	36
I.3.1.1. Fermentador.....	36
I.3.1.2. Sistema de Filtração.....	37
I.3.1.3. Tanque <i>Flash</i> .....	38
I.3.1.4. Bomba Helicoidal.....	39
I.3.1.5. Bomba peristáltica.....	40
I.3.1.6. Bomba de vácuo.....	40
I.3.1.7. Sistema de Condensação.....	41
I.3.2 Instrumentação.....	41
I.3.2.1. Instrumentos de Medidas e de Atuação.....	41
I.3.3 Acondicionamento e Conversão de Sinal.....	44
<i>I.4. Resultados e Discussão.....</i>	<i>47</i>
I.4.1 Protótipo-1.....	47
I.4.1.1. Teste 1 – Solução Etanol-Água: Problema de Cavitação da Bomba Helicoidal do <i>flash</i> .....	49
I.4.2 Protótipo-2.....	50
I.4.2.1. Teste 1 – Solução Etanol-Água: Problema de Travamento da Bomba de Vácuo.....	52
I.4.2.2. Teste 2 – Solução Etanol/Água.....	55
I.4.2.3. Teste 3 – Meio de Melaço de Cana: Problema de Controle da Linha de Divisão de Fluxo.....	56
I.4.3 Protótipo-3.....	58
I.4.3.1. Teste 1 – Meio com Melaço de Cana: Problema de Transbordamento pelo Tanque <i>Flash</i> .....	61
I.4.4 Protótipo-4.....	66
I.4.4.1. Teste Experimental com o Protótipo-4.....	70
<i>I.5. Conclusão.....</i>	<i>72</i>

<b>CAPÍTULO II.    Elaboração das Rotinas de Comunicação, dos Softwares Supervisórios e</b>	
<b>Implementação de Controladores no Processo.....</b>	<b>73</b>
<i>II.1.   Resumo.....</i>	<i>75</i>
<i>II.2.   Introdução.....</i>	<i>76</i>
<i>II.3.   Material e Métodos.....</i>	<i>78</i>
II.3.1   Monitoração e Controle de Processos .....	78
II.3.1.1. Controle do nível do fermentador.....	79
II.3.1.2. Controle do nível do tanque <i>flash</i> .....	79
II.3.1.3. Controle do vácuo do tanque <i>flash</i> .....	79
II.3.1.4. Controle da pressão do sistema de filtração .....	79
II.3.1.5. Controle da vazão de entrada no tanque <i>flash</i> .....	80
II.3.2   Interfaces Homem Máquina .....	80
<i>II.4.   Resultados e Discussão.....</i>	<i>82</i>
II.4.1   Monitoração e Controle do Processo.....	82
II.4.1.1. Controle de Nível do Fermentador .....	82
II.4.1.2. Controle de Nível no Tanque <i>Flash</i> .....	82
II.4.1.3. Controle do Vácuo do Tanque <i>Flash</i> .....	85
II.4.1.4. Controle da Pressão do Sistema de Filtração.....	87
II.4.1.5. Controle da Vazão de Entrada no Tanque <i>Flash</i> .....	93
II.4.2   Interfaces Homem Máquina (IHM).....	96
II.4.2.1. Controle Geral.....	97
II.4.2.2. Comportamento.....	98
II.4.2.3. Medidor de Vazão.....	99
II.4.2.4. Controle de Nível e do Vácuo do Tanque <i>Flash</i> .....	100
II.4.2.5. Controle e Monitoração da Pressão do Sistema de Filtração e da Vazão de Entrada do	
Tanque <i>Flash</i> . 101	
II.4.2.6. Dispositivos de Segurança.....	102
II.4.2.7. Calibração do Volume Total Bombeado .....	104
II.4.2.8. Controle Externo do Processo .....	105
<i>II.5.   Conclusões.....</i>	<i>107</i>

<b>CAPÍTULO III. Ensaio Experimental .....</b>	<b>109</b>
<i>III.1. Resumo.....</i>	<i>111</i>
<i>III.2. Introdução.....</i>	<i>112</i>
<i>III.3. Material e Métodos .....</i>	<i>113</i>
III.3.1.1. Material .....	113
III.3.1.2. Operação do Sistema Fermentativo Extrativo .....	115
III.3.1.3. Operação do Sistema Fermentativo Contínuo Tradicional .....	118
III.3.2. Métodos Analíticos.....	121
III.3.2.1. Concentração de Células Totais.....	121
III.3.2.2. Volume de Células Úmida no Reator .....	121
III.3.2.3. Viabilidade .....	121
III.3.2.4. Concentração de Açúcares, Etanol e Glicerol.....	122
III.3.2.5. Concentração de etanol por índice de refração .....	122
<i>III.4. Resultados e Discussão.....</i>	<i>123</i>
III.4.1. Sistema Fermentativo Extrativo.....	123
III.4.2. Sistema Fermentativo Tradicional .....	135
III.4.3. Comparação entre o Processo Extrativo e o Contínuo Tradicional .....	140
<i>III.5. Conclusões .....</i>	<i>141</i>
<b>Conclusões Gerais .....</b>	<b>143</b>
<b>Sugestões para Trabalhos Futuros .....</b>	<b>145</b>
<b>Referências Bibliográficas.....</b>	<b>147</b>

## LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1 – Respostas típicas de controles tipo Feedback após perturbação degrau.....</i>	<i>22</i>
<i>Figura 2 – Diagrama de blocos mostrando a implementação do controlador PID no sistema.....</i>	<i>23</i>
<i>Figura 3 – Determinação do período crítico, conforme metodologia Aström &amp; Hägglund (1984). ....</i>	<i>25</i>
<i>Figura I. 1 – Montagem e Instrumentação do Tanque Flash.....</i>	<i>39</i>
<i>Figura I. 2 – Montagem e instrumentação do sistema de vácuo.....</i>	<i>40</i>
<i>Figura I. 3 – Esquema do sistema de condensação trap. ....</i>	<i>41</i>
<i>Figura I. 4 – Equipamentos utilizados no acondicionamento e conversão de sinais: Conversor Enet-232/4 (a); Field Point 1600 (b).....</i>	<i>46</i>
<i>Figura I. 5 – Esquema de montagem do protótipo-1. ....</i>	<i>48</i>
<i>Figura I. 6 – Foto da montagem do protótipo-1. ....</i>	<i>49</i>
<i>Figura I. 7 - Esquema de montagem do protótipo-2. ....</i>	<i>51</i>
<i>Figura I. 8 – Alterações realizadas no sistema de vácuo. ....</i>	<i>53</i>
<i>Figura I. 9 – Perfil da concentração de etanol, do vácuo e da vazão no sistema flash. ....</i>	<i>56</i>
<i>Figura I. 10 - Esquema de montagem do protótipo-3. ....</i>	<i>58</i>
<i>Figura I. 11 – Montagem experimental do primeiro protótipo. ....</i>	<i>59</i>
<i>Figura I. 12 - Montagem experimental do terceiro protótipo. ....</i>	<i>60</i>
<i>Figura I. 13 – Detalhes da instrumentação realizada na seção de divisão da linha. ....</i>	<i>60</i>
<i>Figura I. 14 – Perfil da vazão de alimentação do tanque flash e da produção de CO<sub>2</sub> durante o processo fermentativo.....</i>	<i>63</i>
<i>Figura I. 15 – Comportamento do vácuo do tanque flash e da pressão do sistema de filtração durante o processo fermentativo. ....</i>	<i>63</i>
<i>Figura I. 16 – Sistema de pré-condensação e adição de antiespumante.....</i>	<i>67</i>
<i>Figura I. 17 – Esquema do Tanque Flash e sistema de condensação.....</i>	<i>67</i>
<i>Figura I. 18 – Esquema de montagem do protótipo-4. ....</i>	<i>69</i>
<i>Figura I. 19 – Dados experimentais obtidos do teste com o protótipo-4. ....</i>	<i>70</i>
<i>Figura II. 1 – Painel de Controle (Interface Homem Máquina).....</i>	<i>81</i>
<i>Figura II. 2 – Diagrama de Blocos (Programação).....</i>	<i>81</i>
<i>Figura II. 3 – Variáveis controladas e manipuladas para o controle do nível do tanque flash.....</i>	<i>84</i>
<i>Figura II. 4 – Fluxograma de controle do nível do tanque flash.....</i>	<i>84</i>
<i>Figura II. 5 – Variáveis controladas e manipuladas para o controle do nível do tanque flash.....</i>	<i>85</i>
<i>Figura II. 6 – Fluxograma de controle e acionamento do sistema de vácuo. ....</i>	<i>86</i>

<i>Figura II. 7 – Variáveis controladas e manipulada para o controle da pressão do sistema de filtração.</i>	87
<i>Figura II. 8 – Curva com oscilação sustentada da pressão do sistema fermentativo.</i>	89
<i>Figura II. 9 – Variação de constante proporcional (Kc) em função da abertura da válvula e da rotação da bomba helicoidal.</i>	92
<i>Figura II. 10 – Perfil de flutuação da pressão durante parte do processo fermentativo.</i>	93
<i>Figura II. 11 – Variáveis controladas e manipulada para o controle da vazão da entrada do tanque flash.</i>	95
<i>Figura II. 12 – IHM de controle geral do processo fermentativo.</i>	98
<i>Figura II. 13 – IHM de visualização do comportamento de todas as variáveis do processo.</i>	99
<i>Figura II. 14 – IHM de controle e monitoração dos medidores de vazão de gás e líquido.</i>	100
<i>Figura II. 15 – IHM de monitoração e de controle do nível e do vácuo do tanque flash.</i>	101
<i>Figura II. 16 – IHM de monitoração e de controle da pressão do sistema de filtração e da vazão de entrada do tanque flash.</i>	102
<i>Figura II. 17 – IHM com os dispositivos de segurança do processo fermentativo.</i>	103
<i>Figura II. 18 – IHM para calibração do volume total bombeado pelas bombas peristálticas.</i>	105
<i>Figura II. 19 – Controle externo da IHM de controle do processo fermentativo.</i>	106
<i>Figura III. 1 – Perfil da alteração de vazão da bomba de permeado e de purga do processo.</i>	125
<i>Figura III. 2 – Variáveis do processo fermentativo relacionadas com a biomassa.</i>	126
<i>Figura III. 3 – Concentração celular em função da leitura de turbidez.</i>	128
<i>Figura III. 4 – Perfil da concentração dos açúcares durante o processo fermentativo.</i>	129
<i>Figura III. 5 – Perfil da concentração de etanol no fermentador e no condensado e o vácuo no tanque flash.</i>	131
<i>Figura III. 6 – Vazão de entrada no tanque flash e volume de condensado recolhido.</i>	132
<i>Figura III. 7 – Variação da temperatura do processo no fermentador e no tanque flash e da sala de equipamentos.</i>	133
<i>Figura III. 8 – Variação da concentração de glicerol e do pH do processo fermentativo.</i>	134
<i>Figura III. 9 – Produtividade obtida experimentalmente comparada com a esperada para a conversão total de açúcares.</i>	135
<i>Figura III. 10 – Variação da concentração de etanol nos processos fermentativos em função da taxa de diluição e concentração de celular.</i>	138
<i>Figura III. 11 – Comportamento da concentração de ART nos processos fermentativos.</i>	138
<i>Figura III. 12 – Rendimento do substrato nos processos fermentativos.</i>	139
<i>Figura III. 13 – Produtividade em etanol nos processos fermentativos.</i>	140

## LISTA DE TABELAS

<i>Tabela 1: Valores finais de custo e produtividade no processo de produção de etanol.....</i>	<i>18</i>
<i>Tabela 2 - Funções dos controladores PID.....</i>	<i>22</i>
<i>Tabela 3 - Constantes de Ziegler-Nichols para de sintonia dos controladores.....</i>	<i>26</i>
<i>Tabela I. 1 – Lista de equipamentos, tipo de sinal e quantidade de portas usadas na montagem do protótipo.....</i>	<i>45</i>
<i>Tabela I. 2 – Módulos Field Point usados para acondicionamento de sinais.....</i>	<i>46</i>
<i>Tabela I. 3 – Esquema de acionamento e desligamento do sistema de vácuo.....</i>	<i>54</i>
<i>Tabela II. 1– Parâmetros do controlador PID estimados para abertura da válvula de 2 a 4 Volts para tensões da bomba helicoidal de 4 a 10 V.....</i>	<i>90</i>
<i>Tabela II. 2– Parâmetros do controlador PID estimados para abertura de válvula de 4 a 6 Volts para tensões da bomba helicoidal de 4 a 10 V.....</i>	<i>90</i>
<i>Tabela II. 3– Parâmetros do controlador PID estimados para abertura de válvula de 6 a 8 Volts para tensões da bomba helicoidal de 4 a 10 V.....</i>	<i>91</i>
<i>Tabela II. 4– Parâmetros dos controladores PID para a vazão no tanque flash.....</i>	<i>96</i>
<i>Tabela III. 1 – Componentes utilizados para o preparo do inóculo.....</i>	<i>114</i>
<i>Tabela III. 2 - Resultados obtidos da fermentação contínua.....</i>	<i>137</i>



## RESUMO

Impulsionado pela criação do “Proálcool” nas décadas de 70 e 80, o Brasil se tornou nos últimos anos o maior produtor mundial de etanol por via fermentativa, desenvolvendo e aprimorando vários processos fermentativos. A utilização de meios fermentativos com alta concentração de substrato é de grande interesse para a indústria, pois diminuem de forma significativa o volume das dornas e o volume de vinhaça quando comparado com os processos atuais. Além disso, devido a grandes quantidades de etanol no meio, consome menos energia no processo de extração. Porém, esta alta concentração de etanol inibe o processo fermentativo, surgindo assim, a necessidade do mesmo ser retirado do meio logo que é produzido. Diante destas considerações, o objetivo deste trabalho foi desenvolver estudos em escala de laboratório de um processo fermentativo contínuo acoplado a um evaporador a vácuo do tipo *flash*. As etapas do trabalho consistiram da montagem, instrumentação do protótipo e elaboração de um sistema supervisorio codificado em *LabVIEW* 6.1, que permite a aquisição de dados e controle do processo através de computadores, mesmo remotamente através da *internet*. Os experimentos em fermentação contínua, com o acoplamento do evaporador a vácuo do tipo *flash*, utilizaram *Saccharomyces cerevisiae* e melaço de cana-de-açúcar como substrato. O acompanhamento analítico foi realizado através de análises de açúcares redutores totais, etanol, glicerol, massa seca e células viáveis. Os resultados obtidos mostraram que o protótipo desenvolvido em bancada de laboratório é robusto satisfazendo a condição de fermentação contínua extrativa e que a Interface Homem Máquina desenvolvida foi fundamental para a sua operacionalidade, garantindo o bom funcionamento do processo. O sistema *flash* funcionou corretamente, do qual foi obtida uma solução alcoólica no condensado por volta de 50 °GL. A fermentação operou com concentrações de etanol de 5 °GL, valor este pouco inibitório para a levedura do processo, mesmo com alimentações concentradas de melaço, contendo até 330 g/l de açúcar. Este resultado vem ao encontro do objetivo inicial que era de operar o sistema com baixo teor de etanol para garantir altas produtividades, mesmo em condições de alta concentração de açúcares na alimentação. Embora os parâmetros operacionais do processo proposto não estejam ainda otimizados, foi possível verificar a sua viabilidade, sendo que a produtividade do sistema foi superior ao do processo contínuo convencional.



## ABSTRACT

Impelled by the creation of the “Proálcool” project in the 70’s and 80’s, Brazil has become in the last years, the world biggest ethanol producer via fermentation, developing and improving many fermentative processes. The use of fermentative medium with high concentration of substrate is of great interest for the industry, as there is a significant reduction of fermentor and residue volumes, when compared with the conventional processes. In addition, due to large amounts of ethanol in the medium, it consumes less energy in the distillation process. However, the high concentration of ethanol inhibits the fermentative process, making it necessary to remove it from the medium as soon as it is produced. In face to those considerations, the objective of this work was to develop studies in lab scale of a continuous fermentative process coupled to a vacuum flash evaporator. The phases of this work consisted in assembly and instrumentation of the prototype and elaboration of a supervisory system coded in LabVIEW 6.1, which allows the acquisition of data and the control of the process through computers, even remotely through the Internet. The experiments in continuous fermentation, with the coupling of the vacuum flash evaporator, used *Saccharomyces cerevisiae* and cane molasses as substrate. The analytical follow up was done through analysis of total reducing sugars, ethanol, glycerol, dry mass and viable cells. The results obtained show that the prototype developed in lab console is robust, satisfying the conditions of continuous extractive fermentation and the interface Man – Machine that was developed was fundamental for its operation, certifying a good result for the process. The flash system has worked correctly, producing an alcoholic solution at the condenser with 50 °GL. The fermentation operated with concentrations of ethanol at 5 °GL, which is a weakly inhibitory value for the yeast of the process, even when fed with concentrated cane molasses, containing up to 330 g/l of sugar. The result meets the initial goal, which was to operate the system with low level of ethanol and to guarantee high productivity, even in high concentrations of sugar in the feeding. Although the operational parameters of the proposed process are not yet optimized, it was possible to verify its feasibility, for the system productivity was superior to that of the conventional continuous process.



## INTRODUÇÃO GERAL

Segundo Santos et al. (2000), como conseqüência às crises do petróleo, a necessidade estratégica de reduzir a dependência do país da importação de petróleo resultou na "oficialização" do etanol como combustível em veículos leves e, em 1975, foi criado o Programa Nacional do Álcool – PROALCOOL. Desde a implementação deste programa, a produção de álcool no Brasil foi marcada por uma trajetória pontuada por altos e baixos, apresentando seu auge nos anos 80, e posterior declínio, com o perigo de desabastecimento.

Atualmente, conforme Carnicelli (2004), é possível dizer que a produção interna de álcool é capaz de abastecer o setor. O Brasil hoje é o maior produtor e consumidor de etanol combustível do mundo, com uma produção anual de 12,5 bilhões de litros. O aumento da produtividade fez com que a extração ultrapassasse a média verificada nos anos anteriores. Na safra 2003/2004, a produção de álcool no Estado de São Paulo atingiu 8,8 bilhões de litros, um volume 14,5 % superior aos 7,7 bilhões de litros produzidos na safra anterior. Segundo dados da União da Agroindústria Canavieira (Única), até o final de 2003, o uso do álcool combustível no Brasil propiciou uma economia de US\$ 55 bilhões acumulados em 27 anos.

Andrietta (1994) cita que o Brasil foi o país que mais investiu no setor nas últimas décadas tornando-se o maior produtor mundial de etanol por via fermentativa, embora grande parte das destilarias apresente problemas de projeto e de operação.

Segundo Luong (1985), o etanol que se acumula no meio fermentativo inibe a atividade metabólica do microrganismo. A utilização de técnicas de extração do etanol do meio fermentativo assim que ele é produzido, melhora o desempenho do processo. Nos últimos anos vários esquemas combinando fermentação com sistema de separação foram propostos: Ramalingham & Finn (1977) e Cysewski & Wilke (1978) utilizaram fermentação sob vácuo, Christen et al. (1990) estudaram o método de pervaporação, Daugulis et al. (1994) acoplaram um sistema de extração líquido – líquido ao fermentador, Ishida & Shimizu (1996) usaram um sistema de destilação *flash* a pressão atmosférica ao

processo fermentativo e Maiorella et al. (1984a) acoplaram à fermentação um sistema de destilação *flash* a vácuo.

Dentro da realidade brasileira, o sistema que acopla o fermentador a um evaporador *flash* apresenta a maior quantidade de aspectos positivos. Além de este sistema ser o que mais se ajusta às unidades brasileiras, pode-se operar o *flash* a uma temperatura que elimine a necessidade de trocadores de calor no estágio fermentativo, o que reduz drasticamente os custos fixos e de manutenção. A remoção parcial do etanol produzido até níveis de 40 g/L no meio fermentativo, reduz significativamente o poder inibitório exercido na atividade metabólica do microrganismo, por outro lado, garante a ação anti-séptica do meio. O uso do evaporador *flash* possibilita usar altas concentrações de açúcares no meio de alimentação do reator, o que tem como consequência maior produção de etanol, reduzindo o custo da destilação e menor produção de vinhaça. O evaporador *flash* equivale a um estágio de uma coluna de destilação. O sistema opera em pressões reduzidas (vácuo) facilitando a separação da mistura etanol-água, em temperaturas baixas.

Dentro deste contexto, o presente trabalho teve como objetivo principal o desenvolvimento experimental de um sistema fermentativo em nível de bancada, composto de um biorreator contínuo acoplado a um tanque *flash* com a finalidade de retirar o etanol produzido e avaliar seu desempenho frente ao processo contínuo tradicional.

As etapas do projeto foram desenvolvidas no Laboratório de Engenharia de Bioprocessos (LEB) da Faculdade de Engenharia de Alimentos da Unicamp, o qual possui uma ampla experiência no desenvolvimento de novos processos fermentativos, dentre os quais pode-se citar: Andrietta (1994), Carvalho (1996), Alves (1996), Costa et al. (1998) e Atala (2000). O trabalho experimental desenvolvido neste projeto teve como objetivo interligar as várias pesquisas já realizadas e teve como base principal os trabalhos de simulação de Silva (1997), Carvalho (1996) e Costa et al. (1998). No trabalho de Silva (1997), foram desenvolvidos a modelagem simulação e o controle de um processo de fermentação alcoólica contínua extrativa, utilizando tanque *flash* a vácuo e os dados experimentais de Andrietta (1994). Costa et al. (2001) determinaram estruturas

de controle em um processo de fermentação alcoólica acoplado a um tanque *flash* a vácuo, utilizando o modelo matemático, baseado em equações cinéticas, do processo fermentativo com alta densidade celular encontrado por Atala et al. (2001) através de experimentos em batelada alimentada estendida.

Para facilitar a compreensão e a racionalização da forma de apresentação, este trabalho consta de uma revisão bibliográfica geral do assunto e as suas etapas em forma de capítulos. Assim sendo, os capítulos deste trabalho apresentam-se assim divididos:

- Capítulo 1: Montagem e instrumentação do sistema fermentativo

Este capítulo aborda toda a etapa de montagem do sistema fermentativo, detalhando os equipamentos, sensores e atuadores instalados no protótipo experimental em escala de bancada, nos quais foram realizados os ensaios experimentais.

Apesar dos extensivos trabalhos de simulação envolvendo extração de álcool utilizando tanque *flash* em processos fermentativos, a sua execução experimental é fato inédito dentre os estudos realizados. Assim sendo, através dos ensaios preliminares realizados no protótipo e dos problemas encontrados, muitas adaptações foram realizadas no projeto original proposto, para tornar possível, viável e executável o processo de extração contínua do álcool. Assim sendo, este capítulo também aborda com detalhes estas adaptações realizadas, bem como o motivo pelo qual as mesmas foram aplicadas e apresenta o protótipo final do processo fermentativo utilizado nos ensaios.

- Capítulo 2: Elaboração das rotinas de comunicação, dos softwares supervisórios e implementação de controladores no processo.

Após a parte de montagem e instrumentação física, foram realizadas as rotinas de comunicação entre os equipamentos, sensores e atuadores. A mesma foi realizada através do software *LabVIEW* que permitiu, além da aquisição dos dados on-line a construção de softwares supervisórios e de controle do processo, que podem ser aplicados em qualquer outro processo fermentativo. Estes softwares foram construídos

de forma gráfica, possuindo interface amigável com o operador, com telas ilustrativas do processo. Além disso, a robustez do software permitiu, com a permissão de acesso, o acompanhamento da fermentação via *internet* de qualquer outro computador e o envio de mensagens tipo “torpedo” (SMS) sobre o *status* do processo a um número de telefone móvel cadastrado. As patentes destes softwares estão em processo de registro.

- Capítulo 3: Ensaio experimental

Neste capítulo são apresentados os procedimentos realizados para a execução do processo fermentativo extrativo bem como a discussão dos resultados obtidos. Para a realização dos ensaios experimentais foram utilizadas as configurações propostas no CAPÍTULO I (Montagem e Instrumentação do Sistema Fermentativo) sendo a Interface Homem Máquina (IHM) desenvolvida para a supervisão e o controle do processo conforme descrito no CAPÍTULO II. (Elaboração das Rotinas de Comunicação, dos Softwares Supervisórios e Implementação de Controladores no ).

## OBJETIVOS

Dentro deste contexto, o presente trabalho teve como objetivo principal o desenvolvimento experimental de um sistema fermentativo em nível de bancada, composto de um biorreator contínuo acoplado a um tanque *flash* com a finalidade de retirar o etanol produzido e avaliar seu desempenho frente ao processo contínuo tradicional. Para isso as seguintes etapas foram cumpridas:

- Dimensionamento e montagem do evaporador *flash* a vácuo.
- Montagem do sistema composto pelo fermentador, sistema de filtração e o tanque *flash*.
- Instrumentação do protótipo, bem como a programação do sistema supervisorio no qual foram monitorados, registrados e controlados os dados do processo em tempo real.
- Realização de análises preliminares para determinação das melhores faixas de operação do estudo em questão.
- Obtenção dos dados experimentais em sistema contínuo de fermentação alcoólica acoplada ao tanque *flash*, com reciclo de células e com extração parcial de etanol.



## **REVISÃO BIBLIOGRÁFICA GERAL**



## **1. A IMPORTÂNCIA DO ETANOL NOS AGRONEGÓCIOS BRASILEIROS**

### **1.1. O Proálcool**

A produção de etanol no país começou a ter grande destaque na década de 70, mais exatamente após a primeira grande crise do petróleo em 1973, quando o preço do barril de petróleo foi elevado abruptamente. Neste contexto, em 1975 foi criado o PROÁLCOOL, um programa federal, administrado pelo Ministério da Indústria e Comércio através da CENAL – Comissão Executiva Nacional do Álcool, que tinha por objetivo o aumento da produção de safras agroenergéticas e a capacidade industrial de transformação, visando a obtenção de álcool para substituir o petróleo e seus derivados, em especial a gasolina (Santos et al. 2000). A primeira meta do programa era chegar a uma produção de 3 bilhões de litros de álcool em 1980. Na safra de 1974 e 1975, anteriormente à definição do programa, a produção tinha sido de 625 milhões de litros. Para atrair o empresariado envolvido na produção e processamento da cana, o governo utilizou-se de políticas específicas como o crédito subsidiado concedido aos projetos aprovados pelos órgãos executivos do programa.

Em 1979, após o segundo choque do petróleo, o Brasil, de forma mais ousada, lançou a Segunda Fase do Proálcool, possuindo uma meta de produção de 7,7 bilhões de litros em cinco anos. A intenção do Estado, ao implementar o Proálcool, era de aumentar a produção de alimentos e exportáveis do setor rural, buscando a estabilidade interna e também equilíbrio nas contas externas. Também tencionava transferir para a agricultura a responsabilidade de tentar superar a crise do petróleo que afetara profundamente o Brasil, já que este era grande importador do produto.

Neiva (1987) cita que o governo avaliou como positivo o balanço da primeira década do Proálcool. Na safra de 1985 foram produzidos 11 bilhões de litros de álcool. O sistema sucro-alcooleiro gerou 800 mil empregos diretos e 250 mil indiretos. Os carros movidos a álcool e a mistura de álcool à gasolina reduziram os níveis de poluição

ambiental nas grandes cidades. Do ponto de vista estratégico, o álcool carburante foi considerado uma fonte de energia alternativa sob controle do governo brasileiro.

A partir de 1986, os preços do petróleo se estabilizaram, com tendência de queda. A Petrobrás, em alguns casos, chegou a pagar mais caro pelo litro de álcool do que o preço cobrado nos postos de abastecimento. Os preços do diesel e da gasolina foram artificialmente elevados para cobrir parte do déficit, levando o Proálcool a um processo de estagnação. A produção de álcool se estabilizou em 12 bilhões de litros por safra, mas a fabricação de carros a álcool continuou, atingindo, ao fim da década de 80, cerca de 95 % dos veículos comercializados. Em 1994, quando entrou em vigor a lei de proteção ambiental que obrigou a mistura de 22 % de álcool à gasolina, o déficit chegou a um bilhão de litros. Em fins de 1995, o governo federal reviu o Proálcool e decidiu voltar a incrementá-lo, porém se deparou com dois obstáculos: das montadoras que, diante da crise de abastecimento, reduziram drasticamente a fabricação do carro a álcool e dos usineiros que, por sua vez, com uma dívida de 5 bilhões de dólares, preferiram produzir açúcar, cuja cotação internacional estava em alta, em vez de vender álcool a preço baixo para a Petrobrás. No início dos anos 90 a escassez de álcool carburante fez com que o Brasil importasse álcool para abastecer a frota de mais de 4 milhões de veículos.

Segundo Encarnação Júnior (2002), o grande erro deste programa foi ele não ter sido auto-suficiente, isto é, não atingiu sua viabilidade econômica. O custo da produção do álcool foi sempre maior do que o seu preço de venda. Afirma ainda que como o álcool é um produto de uma cultura sazonal e localizada, o programa do álcool nunca poderia ter tido a amplitude nacional que teve, considerando principalmente o tamanho continental do País. Como se sabe, 70 % do álcool produzido no Brasil vem do estado de São Paulo. O restante, do Nordeste (20 %) e de outros estados.

## **1.2. A Influência do Proalcohol na tecnologia de produção do etanol**

Apesar dos problemas e do declínio do programa Proálcool no final da década de 80, o incentivo de sua produção durante o auge do programa geraram muitos estudos e avanços na área da produção do etanol, tanto no sentido de aumentar a quantidade como a qualidade do álcool produzido no país. Segundo Encarnação Júnior (2002), o

custo de produção do etanol tem diminuído sistematicamente, fato marcante no mercado de energia, no qual quase todos os custos são crescentes.

No levantamento apresentado por Ferreira (2002), até 1985, a produção de álcool cresceu consideravelmente, impulsionada pelo ProÁlcool, enquanto que a de açúcar estacionou. A queda do preço do petróleo, em meados da década de 80, levou à estagnação da produção de álcool combustível, somente rompida a partir dos primeiros anos da década de noventa, quando também cresceu a produção de açúcar, efeitos aparentemente relacionados com a fase ascendente do Plano Real.

A evolução da produtividade na agroindústria da cana de açúcar também se apresentou positiva no mesmo período. Entre os anos de 1975 e 2000, a produção de cana por hectare cresceu de 35 para 65 ton/ha, enquanto que a de açúcar aumentou de aproximadamente 0,075 para 0,13 ton/ton cana e o teor de ART subiu de 0,08 para 0,14 t.ART/t cana. Os ganhos de produtividade refletiram-se também nos custo de produção do etanol que apresentou expressiva diminuição.

Este contexto econômico em torno da produção de etanol também impulsionou o surgimento de várias investigações científicas com o intuito de aprofundar o conhecimento da produção de etanol por via fermentativa, estudando as tecnologias existentes e propondo o desenvolvimento de outras novas para o aumento da produtividade das indústrias sucro-alcooleiras. Dentre estes trabalhos, pode-se citar os estudos de Andrietta (1994), Alves (1996), Carvalho (1996), Alves (1996), Costa et al. (1998), Atala (2000), dentre outros.

Segundo Ferreira (2002), há ainda possibilidade para o aumento da produtividade da lavoura e conseqüente abaixamento do custo de produção para a indústria. Porém para isto seria preciso a definição de uma política energética clara e permanente, que levasse em consideração os efeitos do uso do álcool sobre: a geração de empregos, o balanço de comércio exterior, o desenvolvimento tecnológico, o abatimento do carbono atmosférico e a possibilidade da co-geração.

### **1.3. Perspectivas para o Etanol**

Conforme citado anteriormente o Brasil produz 12,5 bilhões de litros de etanol combustível e é o maior produtor e consumidor deste produto no mundo. Além disso, até o final de 2003, o uso do álcool combustível no Brasil propiciou uma economia de US\$ 55 bilhões acumulados em 27 anos. Reportagens recentes como: Agência-Udop (2004), Carvalho (2004), Cunha (2004) e Agência-Brasil (2004) mostram o interesse do governo atual em incentivar o aumento de sua produção, sua exportação, bem como incentivos fiscais para estocagem do mesmo.

Além do retorno da utilização do etanol em carros bi-combustíveis outros campos apontam prósperas aplicações do etanol, como na área de produção de energias renováveis. Segundo Peres (2004), Campos (2003) e Jannuzi (2003) o interesse pela geração de energia a partir de fontes renováveis, principalmente alternativas (energia solar, eólica e biomassa) vem crescendo continuamente no país.

Dentro deste contexto também, destaca-se a utilização do etanol no ciclo de produção de bio-combustível (biodiesel), em sistemas de geração de energia elétrica através de células a combustível operando com hidrogênio e mais recentemente na produção de produtos petroquímicos ocasionado pelo elevado valor do barril de petróleo no mercado internacional.

#### **1.3.1. ETANOL NO BI-COMBUSTÍVEL**

Conforme Carnicelli (2004), o aumento de consumo de álcool combustível ganhou força com o lançamento, em março de 2003, do primeiro veículo bi-combustível, movido a álcool e gasolina (puros ou misturados em qualquer proporção). Em fevereiro de 2003, 3.770 carros novos movidos a álcool foram comercializados e em fevereiro de 2004, com a soma das vendas do bi-combustíveis, esse número passou para 18.431, um aumento de 388 %. A participação de veículos desse segmento nas vendas gerais passou de 3,4 % em fevereiro de 2003 para cerca de 19 % em setembro de 2004.

### 1.3.2. ETANOL NA PRODUÇÃO DE BIOMASSA

Jannuzi (2003) cita que a utilização de biomassa para a geração de energia é bastante interessante para o país, especialmente na direção de usos com maior conteúdo tecnológico como geração de eletricidade, produção de vapor e combustíveis para transporte. O etanol da cana de açúcar se destaca nesta área, já que a indústria da cana mantém o maior sistema de energia comercial de biomassa no mundo através da produção de etanol e do uso quase total de bagaço para a geração de eletricidade.

### 1.3.3. ETANOL NO BIODIESEL

Segundo Campos (2003), o biodiesel surge como uma fonte alternativa de diminuição da dependência dos derivados de petróleo e como um novo mercado para as oleaginosas, com perspectivas de redução da emissão de poluentes. Cesar (2003) explica que o biodiesel é obtido por meio da reação química de óleos vegetais com etanol. Assim, o álcool extraído da cana-de-açúcar tem tudo para ser incorporado à matriz energética brasileira: além de possuir características de ser totalmente renovável, menos poluente que o diesel do petróleo, o país já possui indústrias de produção de etanol.

Neste contexto foi criado o Programa Brasileiro de Bio-combustíveis (PROBIODIESEL), coordenado pelo Ministério da Ciência e Tecnologia/ Secretaria de Política Tecnológica Industrial que compreende em ações de viabilização das tecnologias de adição do etanol e de óleos vegetais ao óleo diesel derivado do petróleo. O projeto estima que dentro de um prazo aproximado de três anos o país já esteja utilizando um *blend* chamado B5, composto por 5 % de biodiesel e 95 % de diesel comum, para abastecer picapes, ônibus, caminhões e demais veículos hoje movidos apenas pelo óleo convencional. No futuro, a idéia é que o B5 dê lugar ao B20, *blend* cuja formulação conta com a presença de 20 % de biodiesel.

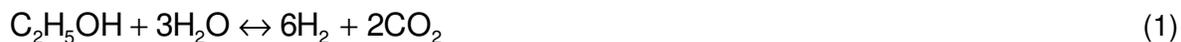
Lima (2004) cita que a Agência Internacional de Energia (IEA) afirmou que o álcool brasileiro pode fazer do País o maior fornecedor de bio-combustível no mundo nos próximos dez anos por ser o país com maior potencial de oferecer o produto a um custo

mais baixo. A perspectiva da IEA é de que até 2020 pelo menos 10 % da gasolina consumida no mundo e 3 % do diesel sejam substituídos por álcool. A maior parte deste volume, entre 60 % a 70 %, devem vir da cana-de-açúcar. A perspectiva é de que o Brasil exporte em dez anos até dez bilhões de litros de álcool, frente a um bilhão exportado em 2003 e 1,5 bilhão previstos para 2004. A IEA destaca como principais mercados consumidores o europeu e o japonês, além do mercado chinês, que possuem programas para incentivar a substituição de gasolina e diesel como forma de melhorar as condições ambientais.

#### 1.3.4. ETANOL PARA PRODUÇÃO DE HIDROGÊNIO

Outra aplicação promissora para o etanol está em sistemas de geração de energia elétrica com sua utilização como fonte de hidrogênio para células combustíveis. Segundo Oliveira (2003) as células a combustível funcionam como uma bateria ou uma pilha, transformando energia química em energia elétrica, quebrando as moléculas de hidrogênio que reagem com o oxigênio do ar. Na forma estacionária são parecidas e fazem as funções de um gerador, mas em tamanho reduzido. A diferença mais importante é que fazem isso de forma silenciosa e não emitem poluentes.

Segundo Silva (2002), o processo de produção de hidrogênio que envolve a reforma do etanol consiste em fazê-lo reagir com água na forma de vapor, conforme mostra a equação (1). Para que a reação ocorra são necessários, além de catalisadores, alta temperatura. O hidrogênio produzido deve ser purificado pela remoção do CO<sub>2</sub> através da passagem do gás por colunas que contêm materiais que reterão os gases indesejáveis, liberando o H<sub>2</sub> com adequada pureza para ser utilizado nas células combustíveis.



A obtenção do hidrogênio do etanol é uma opção já investigada no país. Segundo a reportagem da Agência-Brasil (2003), pesquisadores brasileiros já concluíram o desenvolvimento de uma célula a combustível que utiliza o álcool da cana-de-açúcar

para obter o hidrogênio necessário para a produção de energia elétrica. Com tecnologia totalmente nacional, o equipamento deve ser comercializado a partir de 2005 e coloca o país no rol daqueles que conseguem produzir energia por meio da quebra de moléculas de hidrogênio.

## **2. PRODUÇÃO DE ETANOL VIA FERMENTAÇÃO ALCOÓLICA**

A produção de etanol por via fermentativa é o processo mais utilizado e aplicado pelas indústrias produtoras desta matéria prima. No Brasil, a cana de açúcar se destaca, pela sua disponibilidade e custo, como principal meio utilizado na fermentação, pois se trata de uma rica fonte de carbono com elevada concentração de açúcares de sacarose, seguido pela glicose e frutose.

Em outros países, como EUA e o continente Europeu o álcool é produzido a partir do milho ou beterraba, porém este processo torna sua produção economicamente inviável para utilização como combustível, por apresentar um custo elevado frente às condições brasileiras. A *Saccharomyces cerevisiae* é o principal microorganismo utilizado nestes processos devido à sua maior produtividade, adequação ao meio e robustez.

### **2.1. Inibição pelo etanol**

Alves (1996) em seu estudo comenta que o etanol foi o primeiro fator a ser reconhecido como inibidor da fermentação alcoólica e que as leveduras dos gêneros *Saccharomyces* e *Schizosaccharomyces* são consideradas as de melhor resistência ao efeito tóxico do etanol. Os fatores que influenciam na sensibilidade do microrganismo ao etanol são a temperatura, a aeração e a composição do meio, agindo direta ou indiretamente sobre as propriedades da membrana plasmática provocando modificações na membrana lipídica e nos sistemas de transporte de soluto e ação de algumas enzimas.

Luong (1985) observou que o etanol apresentava um efeito significativo sobre a velocidade de crescimento celular em concentrações acima de 15 g/L e que a máxima concentração de etanol a partir da qual as células cessam o crescimento (Pm) era de

aproximadamente 100 g/L. Verificou também que a capacidade de produção de etanol por *Saccharomyces cerevisiae* era completamente inibida a uma concentração de etanol de 105 g/L. Daugulis & Swaine (1987) apresentaram em seu estudo, uma faixa de valores relatados na literatura para Pm que varia de 87,5 a 140 g/L de etanol, para sistemas utilizando diversas linhagens de levedura. Entretanto a análise desses valores deve ser cuidadosa, uma vez que eles dependem do tipo de microrganismo, do seu estado fisiológico, do meio de cultura e da temperatura.

## **2.2. Processos Contínuos**

Segundo Carvalho (1996) com o esgotamento tecnológico do processo batelada alimentada, Melle–Boinot, a fermentação alcoólica contínua se firmou como uma alternativa industrial viável. Siqueira (1997) explica que os sistemas contínuos são caracterizados por possuir uma linha de retirada do vinho e outra de alimentação do substrato no tanque de fermentação. A fermentação contínua pode ainda ser concebida com ou sem recirculação de células. A separação de biomassa no mosto pode ser realizada por vários métodos, como por exemplo, a centrifugação, a filtração, a separação por membranas, etc.

Andrietta (1994) cita as vantagens dos processos fermentativos contínuos como sendo:

- maior produtividade;
- maior uniformidade do produto;
- maior adaptabilidade ao controle automático.

Siqueira (1997) comenta alguns pontos negativos da fermentação contínua:

- dificuldade de manutenção de um meio estéril por muito tempo;
- ocorrência de mutantes não interessantes ao processo de fermentação especialmente quando estes são conduzidos por longos períodos de tempo.

Segundo Andrietta et al. (1994), o processo de fermentação contínua começou a ser utilizado industrialmente no Brasil no final da década de 70, mas somente

na metade da década de 80 é que realmente se consolidou como uma alternativa à produção de etanol.

Alves (1996) afirma que o processo contínuo possui maior produtividade que o processo descontínuo, devido à ausência de paradas para carga, descarga e limpeza dos tanques de fermentação e também pelas células estarem mais adaptadas ao meio.

### **2.3. Estratégias de remoção contínua de etanol**

Segundo Luong (1985), o etanol que se acumula no meio fermentativo inibe a atividade metabólica do microrganismo. A utilização de técnicas de extração do etanol do meio fermentativo assim que ele é produzido, melhora o desempenho do processo. Nos últimos anos vários esquemas combinando fermentação com sistema de separação foram propostos: Ramalingham & Finn (1977) e Cysewski & Wilke (1978) utilizaram fermentação sob vácuo, Christen et al. (1990) estudaram o método de pervaporação, Daugulis et al. (1994) acoplaram um sistema de extração líquido – líquido ao fermentador, Ishida & Shimizu (1996) usaram um sistema de destilação *flash* a pressão atmosférica ao processo fermentativo e Maiorella et al. (1984a) acoplaram à fermentação um sistema de destilação *flash* a vácuo.

Silva (1997) comenta que dentro da realidade brasileira, o sistema que acopla o fermentador a um evaporador *flash* apresenta a maior quantidade de aspectos positivos. Além de este sistema ser o que mais se ajusta às unidades brasileiras, pode-se operar o *flash* a uma temperatura que elimine a necessidade de trocadores de calor no estágio fermentativo, o que reduz drasticamente os custos fixos e de manutenção. A remoção parcial do etanol produzido até níveis de 40 g/L no meio fermentativo, reduz significativamente o poder inibitório exercido na atividade metabólica do microrganismo, por outro lado, garante a ação anti-séptica do meio. O uso do evaporador *flash* possibilita usar altas concentrações de açúcares no meio de alimentação do reator, o que tem como consequência maior produção de etanol, reduzindo o custo da destilação e menor produção de vinhaça.

O evaporador *flash* equivale a um estágio de uma coluna de destilação. O sistema opera em pressões reduzidas (vácuo) facilitando a separação da mistura etanol-água, em temperaturas baixas.

Em um processo usando altas concentrações de açúcares, a eliminação do produto inibidor é essencial para conseguir alta produtividade. Maiorella et al. (1984b) analisaram alternativas econômicas no processo de produção de etanol por via fermentativa comparando onze esquemas, considerando como ponto principal o custo total para a produção por litro de etanol e a produtividade. A Tabela 1 apresenta os valores dos 11 processos estudados com relação ao custo e a produtividade, levando como referência o processo batelada.

Tabela 1: Valores finais de custo e produtividade no processo de produção de etanol

Processos	Custos Finais	Produtividade
Batelada	1	1
CSTR	0,967	1,195
CSTR com reciclo	0,925	3,602
CSTR com reciclo parcial	0,938	3,042
CSTR com 2 reatores em série	0,961	1,140 <sup>a</sup>
Colunas de pratos perfurados	0,987	0,763
Reator Tubular	0,926	4,466
Torre	0,918	7,364
Membrana Seletiva	0,891	8,339
Extração Líquido - Líquido	0,828	5,822
<i>Flash</i> à vácuo	0,838	10,423

<sup>a</sup> valor médio entre os dois reatores

#### 2.4. Processo Biostil x Processo Extrativo a *Flash*

Entre os novos processos desenvolvidos, destaca-se o processo BIOSTIL desenvolvido na década de 80, pela similaridade com o processo proposto neste projeto. Através do trabalho de Garlick (1983) verifica-se que os principais objetivos do processo BIOSTIL eram a operação com mostos concentrados e redução da vinhaça. No entanto,

este processo apresentou problemas sérios que o inviabilizaram comercialmente. Um deles foi a característica do mosto que era altamente tóxico devido ao reciclo de vinhaça para diluir o melaço concentrado. Adicionalmente, o mosto apresentava alta osmolaridade devido à presença de sólidos solúveis não fermentescíveis em concentrações relativamente altas. Estes dois fatores resultaram em um processo com baixa produtividade.

Comparativamente ao processo BIORSTIL, o processo proposto neste projeto trabalha com baixo teor alcoólico, pois este é extraído continuamente durante a fermentação, ao contrário do processo BIORSTIL que fazia a destilação após o término da fermentação implicando em maior inibição pelo etanol. Ambos processos usam mostos concentrados, porém neste projeto não há reciclo de vinhaça fato que reduz a toxicidade e pressão osmótica e conseqüentemente aumenta a produtividade.

O microrganismo usado neste projeto já foi testado em mostos contendo uma concentração inicial de açúcares redutores totais de aproximadamente 40 °BRIX. Nesta concentração o microrganismo estava presente a uma elevada pressão osmótica ocasionada pela presença dos açúcares e, mesmo assim, apresentou atividade metabólica. Esta elevada pressão osmótica não será obtida no trabalho proposto, pois a concentração de substrato no reator deverá permanecer entre 2 a 10 °BRIX embora a concentração de substrato na alimentação seja concentrada.

### **3. CONTROLE DE PROCESSOS**

Devido às necessidades de implementação de alguns controladores convencionais em algumas partes do processo fermentativo desenvolvido neste trabalho, são apresentados neste item um breve levantamento bibliográfico sobre os mesmos bem como sobre a metodologia de sintonia utilizada para a configuração. Basicamente utilizou-se no sistema os controladores convencionais tipo liga-desliga e controladores do tipo PID, sintonizado pela metodologia de Aström & Hägglund (1984).

O comportamento dos diversos controladores convencionais pode variar, dependendo das ações implementadas em cada um deles. Segundo Ogata (1985), as características básicas das ações dos tipos de controladores, para um sistema com um sinal de saída  $y(t)$  e um sinal de erro atuante de  $e(t)$ , estão assim relacionadas:

### 3.1. Controle de duas posições

Conhecido como liga-desliga (*on-off*) este tipo de controle caracteriza-se pelo elemento atuante possuir apenas duas posições fixas que são, em muitos casos, a posição de ligado e desligado do sistema. Este tipo de controle é simples e econômico, e por esta razão muito aplicado em processos industriais. A resposta a este controle é oscilatória e a amplitude de oscilação de saída pode ser reduzida diminuindo-se o intervalo diferencial entre as ações de ligar e desligar. Porém uma diminuição excessiva deste diferencial aumenta a frequência das operações da chave podendo gerar diminuição da vida útil do componente. Sendo  $e(t)$  a função erro da variável controlada, representada pela diferença entre o valor lido e de *set-point*, o sinal  $y(t)$  assume valores constantes, mínimo e máximo ( $M_1$  e  $M_2$ ).

$$y(t) = M_1 \text{ para } e(t) > 0 \quad (2)$$

$$y(t) = M_2 \text{ para } e(t) < 0 \quad (3)$$

### 3.2. Controladores PID

Os controladores PID são mais avançados, atuando no sistema em função da magnitude e do comportamento do erro apresentado pelo processo.

No controlador tipo proporcional (P) o controle é feito através de uma ação proporcional ao erro caracterizado pela diferença entre o *set-point* e o nível atual da variável. A resposta produzida apresenta um desvio máximo elevado, um período de oscilação moderado e, o que é mais importante, um desvio residual máximo (*off-set*). Além disso, a oscilação do sistema só cessa após um período de tempo significativo. O controle proporcional integral (PI) contempla ações do tipo proporcional e do tipo integral.

A ação integral (I) é proporcional à integral do erro. Como vantagem deste tipo de controle, o processo não apresenta desvio residual. No entanto, esta eliminação do desvio residual é obtida às custas de um sobre sinal (*overshoot*), um período de oscilação maior e um período de tempo mais longo para cessar a oscilação, em comparação com o controle proporcional. No controlador proporcional-derivativo (PD), a ação derivativa (D) é proporcional à taxa de variação do erro. Geralmente este controle leva o sistema ao regime permanente num tempo mais curto, com a menor oscilação e com o menor desvio mínimo. No entanto ele apresenta um desvio residual significativo, embora menor do que no caso do controle proporcional.

O controle PID é essencialmente um compromisso entre as vantagens do PI e PD. O controle PI melhora a estabilidade relativa e o erro estacionário, enquanto que a ação derivativa serve para reduzir o desvio máximo e para eliminar parte da oscilação eventualmente provocada pelo controle PI.

Na área de modelagem simulação e controle de processo é usual a utilização de funções laplacianas para a descrição do processo. O método de Transformada de Laplace proporciona uma maneira eficiente de resolver equações diferenciais lineares com coeficientes constantes. Neste contexto, a função que relaciona duas variáveis de um processo físico: a causa (função perturbação ou variável de entrada) e o efeito (resposta ou variável de saída); é chamada função de transferência.

A Tabela 2 mostra as equações em função do tempo representativas dos controles P, PI, PD e PID, suas respectivas funções de transferência,  $G_C(s)$ , e as constantes dos controladores proporcional, integral e derivativo, que são respectivamente o ganho proporcional, o tempo integral ou *reset time* e o tempo derivativo ( $K_c$ ,  $\tau_i$ , e  $\tau_d$ ). A Figura 1 mostra um esquema das respostas típicas destes controladores, após uma perturbação degrau no sistema.

Tabela 2 - Funções dos controladores PID.

Controle	$C(t)$	$G_C(s)$
P	$c(t) = K_c e(t)$	$G_{C-P} = K_c$ (4)
PI	$c(t) = K_c e(t) + \frac{K_c}{\tau_i} \int_0^t e(t) dt$	$G_{C-PI} = K_c \left( 1 + \frac{1}{\tau_i s} \right)$ (5)
PD	$c(t) = K_c \left\{ e(t) + \tau_d \frac{de(t)}{dt} \right\}$	$G_{C-PD} = K_c (1 + \tau_D s)$ (6)
PID	$c(t) = K_c \left\{ e(t) + \frac{1}{\tau_i} \int_0^t e(t) dt + \tau_d \frac{de(t)}{dt} \right\}$	$G_{C-PID} = K_c \left( 1 + \frac{1}{\tau_i s} + \tau_D s \right)$ (7)

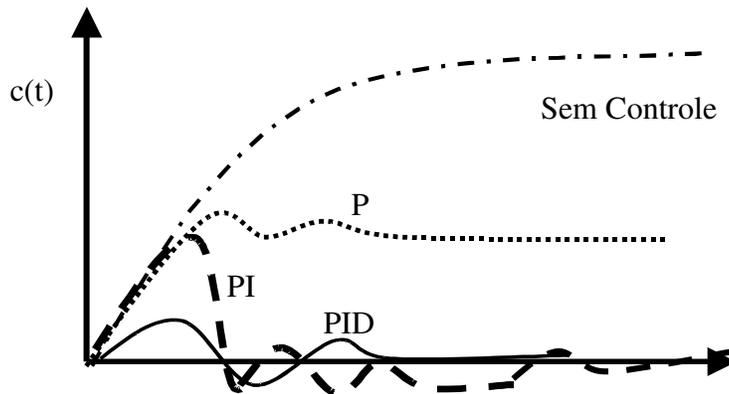


Figura 1 – Respostas típicas de controles tipo *Feedback* após perturbação degrau

As ações dos controladores são acopladas em série ao processo  $G_p(s)$  no sistema em malha fechada, conforme mostra o diagrama de blocos da Figura 2.

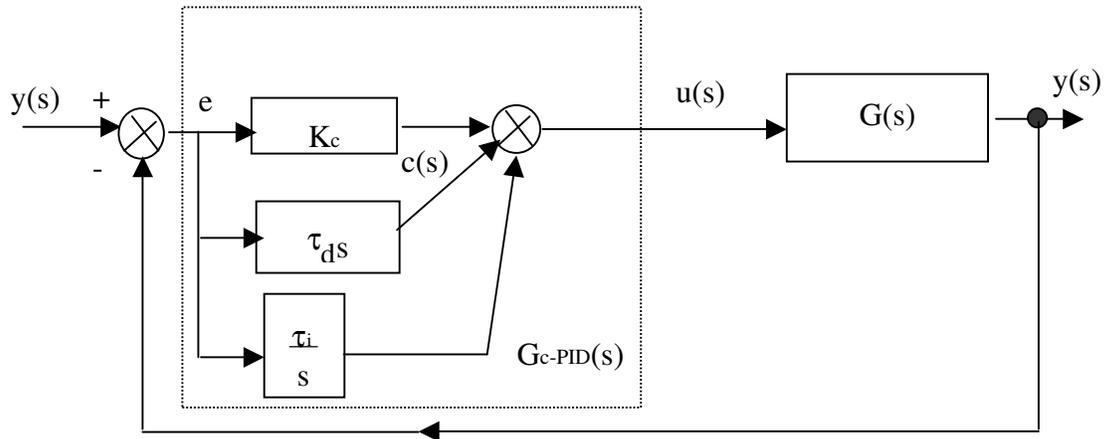


Figura 2 – Diagrama de blocos mostrando a implementação do controlador PID no sistema

No projeto de controladores do tipo PID, para se obter a característica de resposta desejada, dependendo da priorização do comportamento da correção em cada processo, devem-se observar as seguintes diretrizes:

- Obter a resposta do sistema em malha aberta e definir o que deve ser melhorado;
- Adicionar o controlador proporcional para melhorar o tempo de subida;
- Adicionar um controlador derivativo para melhorar o sobre-sinal máximo;
- Adicionar um controlador integral para eliminar o erro do regime;
- Ajustar cada uma das ações de controle  $K_c$ ,  $\tau_d$  e  $\tau_i$  até que se obtenha a resposta desejada.

A eficácia do controlador não depende necessariamente da implementação das três ações de controle (P, PI e PID). Cada processo tem um comportamento distinto, necessitando de controles dedicados para cada caso.

### 3.2.1. MÉTODOS DE SINTONIA DE CONTROLADORES PID

Segundo Coughanowr & Koppel (1978), dentre as metodologias de sintonia dos controladores PID, destacam-se a metodologia da “Curva de Reação do Processo” primeiramente proposta por Cohen & Coon e a metodologia conhecida como “Sintonização da Malha”, proposta por Ziegler-Nichols e aplicada para sistemas que podem tornar-se instáveis.

O método da “Curva de Reação do Processo” consiste em sua obtenção através da aplicação, em malha de controle aberta, de pequenas perturbações do tipo “degrau” em uma variável manipulada, registrando-se a curva da variável monitorada *versus* tempo. Deve-se admitir que não ocorrem variações na carga durante o teste. Além disso, todos os componentes dinâmicos da malha, exceto o controlador, devem ser incluídos entre o ponto de aplicação da perturbação na variável manipulada e o ponto de registro da resposta. Através desta curva determinam-se alguns parâmetros gráficos utilizados na estimativa dos parâmetros de sintonia de um controlador PID. A desvantagem da aplicação desta metodologia está no fato que nem todos os processos podem sofrer perturbações em malha aberta, como é o caso de controles de nível, além de apresentar, na prática, uma certa dificuldade na definição da intensidade da perturbação a ser aplicada no processo de sintonia.

Para sistemas que podem tornar-se instáveis Ziegler-Nichols propôs uma metodologia conhecida como “Sintonização da Malha” que consiste em, com o sistema em malha fechada, perturbar o *set-point* e incrementar o valor de  $K_c$  (constante proporcional do PID), considerando apenas o controlador proporcional, ou seja, com  $\tau_i = \infty$  e  $\tau_d = 0$ , até que o sinal de saída exiba uma oscilação sustentada. Este valor de  $K_c$  é chamado de valor de ganho crítico ( $K_{cr}$ ) e o período de oscilação correspondente, determinado graficamente, é chamado de período crítico ( $P_{cr}$ ). Assim como na metodologia anteriormente citada, as constantes do PID são calculadas por relações matemáticas, utilizando os parâmetros gráficos encontrados.

A metodologia de sintonia utilizada neste trabalho foi a proposta por Aström & Hägglund (1984) que consiste em obter esta oscilação sustentada em torno de um valor de referência. Para isto, com o sistema em malha aberta, a variável manipulada é chaveada em dois valores convenientemente escolhidos, numa freqüência constante. A Figura 3 ilustra o comportamento da variável manipulada e a reação do processo a este chaveamento. Neste caso, o ganho crítico pode ser calculado como mostra a equação (8), onde  $2h$  é a amplitude de chaveamento e  $2l$ , a amplitude, pico a pico, da oscilação observada. Este método também é conhecido como “bang-bang”.

$$K_{cr} = \frac{4.h}{\pi.l} \quad (8)$$

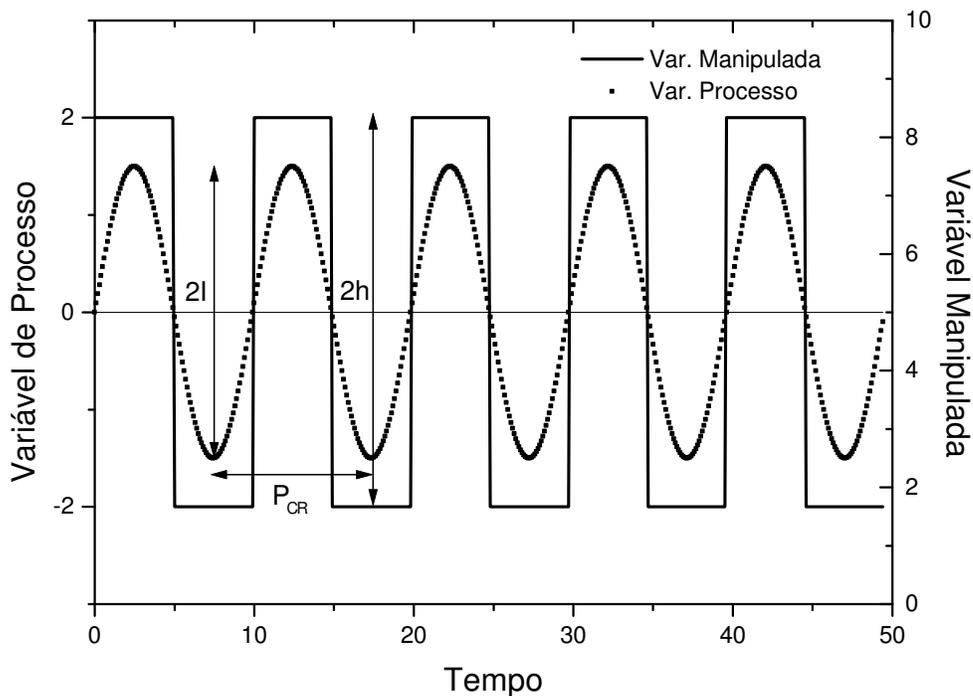


Figura 3 – Determinação do período crítico, conforme metodologia Aström & Hägglund (1984).

Neste caso, as constantes do PID são calculadas com as mesmas relações propostas por Ziegler-Nichols, no método de “sintonização da malha”, conforme mostrado na Tabela 3.

Tabela 3 - Constantes de Ziegler-Nichols para de sintonia dos controladores

Modos de controle	Constantes		
	$K_c$	$\tau_i$	$\tau_d$
Proporcional (P)	$0,50 K_{cr}$	$\infty$	0
Proporcional-integral (PI)	$0,45 K_{cr}$	$P_{cr}/1,20$	0
Proporcional-integral-derivativo (PID)	$0,60 K_{cr}$	$0,50 P_{cr}$	$0,125 P_{cr}$

Esta metodologia vem sendo utilizada com sucesso por alguns trabalhos na área de controle de processos em diversas áreas, inclusive na alimentícia, como pode ser visto nos trabalhos de Berto (2004), Silva (2003) e Berto et al. (2004).

#### 4. AUTOMAÇÃO INDUSTRIAL

Silveira & Santos (1998) definem automação industrial como um conceito e um conjunto de técnicas por meio das quais se constroem sistemas ativos capazes de atuar com eficiência pelo uso de informações recebidas do meio sobre o qual atuam. Na automação industrial freqüentemente observa-se que novas técnicas de controle são introduzidas em um processo. Segundo Pupo (2002), em automação industrial busca-se a eliminação da intervenção humana em um processo de produção, quer seja na operação das máquinas da linha de produção ou no controle de processos que envolvam variáveis mensuráveis, a partir das quais uma eventual atuação seja necessária para obtenção de produto ou resultado final. O termo automatização, por sua vez, está relacionado à sugestão de movimento automático, repetitivo, mecânico e é sinônimo de mecanização. Por ser caracterizada como uma ação cega, sem correção ou comparação com um valor de referência, diz-se que este tipo de controle se dá por malha aberta.

O processo de automação em diversos setores da atividade humana trouxe uma série de benefícios à sociedade, pois geralmente reduz custos e aumenta a produtividade do trabalho. Este aumento possibilita mais tempo livre e maior qualidade de vida para a maioria dos trabalhadores. Além disso, a automação pode livrar os

trabalhadores de atividades monótonas, repetitivas ou mesmo perigosas. Porém, apesar dos benefícios, a automação vem causando alguns problemas aos trabalhadores, sendo um dos principais o aumento do índice de desemprego, principalmente nas áreas que atuam profissionais de baixa qualificação. Assim torna-se necessária a constante a reciclagem dos trabalhadores para novas funções e aprendizado constante das novas tecnologias do mercado.

Segundo Silveira & Santos (1998), quando se pretende medir uma determinada grandeza, a instrumentação eletrônica proporciona dispositivos que se caracterizam por serem digitais ou analógicos. Um sinal é dito analógico quando varia continuamente no tempo e, portanto é conhecido também como sinal de tempo contínuo. Já os sinais digitais variam bruscamente com o tempo e também são conhecidos como sinais de tempo discreto. Esta variação discreta estabelece a marcação de uma quantidade finita de valores dentro de um intervalo qualquer. Os circuitos digitais operam informações com base no processo de tomada de decisões de dois níveis: alto ou baixo, 0 ou 1, e portanto, empregam circuitos de chaveamento (transistores, resistores e diodos), enquanto que os analógicos utilizam sistemas mais robustos (capacitores, indutores, resistores de precisão).

Durante a década de 50, os dispositivos eletromecânicos foram os recursos mais utilizados para efetuar controles lógicos e de intertravamento nas linhas de produção e em máquinas isoladas e, na década 70 surge a primeira geração de CLPs (Controladores Lógicos Programáveis). Segundo Pupo (2002) o CLP foi criado para automatizar o acionamento seqüencial de relés em linhas de manufatura, controle e automação de processos do tipo liga/desliga. Eram então equipamentos isolados e dedicados a uma tarefa específica. Os CLP's evoluíram e hoje incorporam recursos de controle analógico em processos contínuos, estão integrados aos outros equipamentos da fábrica na hierarquia de controle e podem ser facilmente re-configurados através de programação remota em redes industriais proprietárias.

Rodrigues (1999) cita que o final da década de 70 apresentou um panorama divergente em termos de comunicação de dados em redes por computadores: de um lado o alto crescimento causado por investimentos no setor e de outro a tendência à

heterogeneidade de padrões entre fabricantes impossibilitando a interconexão entre sistemas de fabricantes distintos. Neste quadro, os fabricantes começaram a rumar para objetivos comuns como:

- Interoperabilidade: capacidade que os sistemas abertos possuem de troca de informações entre eles, mesmo provenientes de fabricantes diferentes;
- Interconectividade: maneira através da qual é possível conectar computadores de fabricantes distintos;
- Portabilidade de aplicação: capacidade de um software de rodar em plataformas diferentes.

Neste contexto, a ISO (*International Organization for Standardization*) definiu o Modelo de Referência para Interconexão de Sistemas Abertos (*Reference Model for Open Systems Interconnection – RM OSI*) que visou definir um padrão de arquitetura aberta baseada em camadas. A utilização deste ambiente aberto proporcionou além dos objetivos acima citados, a liberdade de escolha entre soluções de diversos fabricantes, acesso mais rápido a novas tecnologias a preços mais baixos e a redução de investimentos em novas máquinas devido aos sistemas e softwares de aplicação serem portáteis para os vários tipos de máquinas existentes.

Atendendo à normalização, e às necessidades do mercado, atualmente os fabricantes de componentes, sensores e atuadores desenvolvidos para a automação de plantas desenvolvem produtos compatíveis entre si, que podem ser operados por um mesmo sistema supervisor. Segundo Moraes & Castrucci (2001) citado por Pupo (2002), os sistemas supervisórios ou IHM (Interface Homem Máquina) surgiram da necessidade de uma interface amigável eficiente e ergonômica, entre sistemas de automação complexos e a equipe encarregada de sua produção. No caso dos CLP's, os IHM's podem ser utilizados para enviar sinais de operação simples como liga-desliga e monitorar uma variável de processo. Segundo Moraes (2001), os IHM's operam de duas formas distintas:

- Modo de desenvolvimento: criação de telas gráficas e animações representativas do processo;
- Modo *Run Time*: janela animada que mostra o andamento do processo. Tem capacidade de armazenar dados, gerar gráficos, tendências, e possuem telas criadas hierarquicamente e compatíveis com a operação do processo.

A evolução da automação industrial, componentes, atuadores, sensores e dos sistemas supervisórios vem sendo continua, sempre acompanhando os progressos da área de informática principalmente. Estes avanços permitiram recentemente o surgimento de tecnologias como *Fieldbus*, de redes de computadores (*Networks*) com comandos via *Ethernet* e/ou *internet*.

A tecnologia *Fieldbus* foi impulsionada principalmente pela necessidade de eliminação da quantidade de cabos que se tinha no processo automatizado. Segundo Franco (2003), esta tecnologia engloba o controle de processos distribuído no campo, ou seja, no próprio sensor e atuador, evitando assim problemas de comunicação e falhas nos equipamentos de controle.

Segundo Ni. (2001) com o surgimento da *Ethernet* foi possível o desenvolvimento redes de trabalho (*Networks*), que permitem o rápido fluxo de informação entre os vários níveis de uma indústria, possibilitando a maior rapidez nas tomadas de decisões. Um processo conectado a uma rede *Ethernet* possibilita a supervisão, controle e tomadas de decisão de uma planta de processamento de qualquer computador conectado a rede. De outro lado, a rede *internet*, com alguns sistemas supervisórios e de controle modernos torna possível a execução desta tomada de decisão de qualquer outro computador conectado à rede.



## **CAPÍTULO I. Montagem e Instrumentação do Sistema Fermentativo**



## I.1. Resumo

Este capítulo aborda questões relacionadas com a montagem e a instrumentação do processo fermentativo extrativo. A montagem do sistema fermentativo partiu de um protótipo inicialmente concebido que, após realizações de ensaios e testes preliminares, foi sendo modificado até sua quarta versão. Dos problemas apresentados cabem citar: a cavitação de bomba helicoidal, o travamento da bomba de vácuo e o transbordamento do fermentador e do tanque *flash*. Para a instrumentação do protótipo experimental, foram utilizados transmissores de pressão e de vácuo, termopares, medidores de vazão de líquido e de gás, válvulas solenóides, válvulas com atuador eletrônico, controladores programáveis de velocidade, bombas peristálticas microprocessadas, turbidímetro, entre outros. O acondicionamento e a conversão dos sinais fornecidos, sendo eles analógicos e digitais de entrada e saída, foram realizadas com equipamentos fabricados pela *National Instruments* modelos *Field Point 1600* e *Enet-232/4*. Esta instrumentação permite a implementação de controles e a monitoração de todas as variáveis do processo fermentativo extrativo. Testes com solução de etanol em água e com meio fermentativo foram realizados demonstrando a funcionalidade e a operacionalidade do processo fermentativo extrativo, utilizando a quarta versão do protótipo.

## **I.2. Introdução**

A evolução contínua da área de controle de processos vem acontecendo principalmente em função da automação industrial, aliada aos expressivos avanços na área de informática. Os sistemas para controle de processos são desenvolvidos de forma a maximizar a produção e minimizar seus custos. Além disso, visam à eliminação de possíveis riscos envolvidos na produção diminuindo o contato direto dos operadores com as máquinas de produção, função esta agora que pode ser feita remotamente, via comandos por computadores.

Segundo Pupo (2002), a automação de uma indústria sempre é indicada quando se detecta a necessidade de tornar a empresa mais produtiva. Em alguns casos pode acarretar na substituição da mão de obra ou mesmo na extinção de uma função dentro da fábrica, porém em outros casos, pode promover reciclagem profissional do funcionário que trabalhava na operação do processo e máquinas antes de sua automação.

A automação de uma planta industrial é realizada através da implementação de sensores, atuadores, comandados por sistemas remotos. As medidas dos sensores e a tomada de decisão dos atuadores são realizadas por sinais que transitam entre o sistema supervisor e a planta. Uma planta automatizada, com aquisição de variáveis do processo em tempo real, e munida de estratégias de controles bem configuradas, proporciona benefícios tanto ao produtor com redução de queixas, devoluções, reprocessos e custos, como ao consumidor final que dispõe de um produto mais padronizado.

Apesar do surgimento de grande número de pesquisas sobre o aprimoramento da produção de etanol, impulsionado principalmente pelo programa Proálcool, atualmente, as usinas produtoras de álcool combustível no Brasil não são caracterizadas por grandes investimentos em automação e controle. Esta discrepância pode estar relacionada tanto à desaceleração do incentivo à produção do etanol ocorrida no final da década de 90 como também pelo próprio desconhecimento dos reais benefícios da implementação de novas tecnologias no processo produtivo. Com as

perspectivas atuais da aplicação de etanol em: motores bi-combustíveis, biodiesel, células de hidrogênio e outras fontes alternativas de energia, é esperado um maior investimento das usinas tanto na pesquisa como na implementação de novas tecnologias, aliadas com a automação e controle do processo produtivo.

Dentro deste contexto, este trabalho teve como objetivo aliar o aprimoramento de novas tecnologias de produção à automação do processo produtivo de etanol combustível. Para isto, recursos atuais disponíveis na área de automação e controle foram utilizados num protótipo experimental de produção de etanol via fermentativa com extração contínua do álcool produzido pelo acoplamento de um tanque *flash* no sistema.

Este capítulo aborda toda a etapa de montagem do protótipo experimental, detalhando os equipamentos, sensores e atuadores utilizados no sistema. Devido à proposta de implementação do tanque *flash* para retirada contínua do etanol do sistema não ter tido precedentes experimentais, várias adaptações precisaram ser realizadas na primeira versão do protótipo proposta até que o mesmo atingisse resultados positivos. No total foram realizadas 3 grandes modificações no primeiro sistema, totalizando quatro protótipos experimentais. Dentro deste contexto, este capítulo detalha as fases de montagem e os problemas encontrados em cada protótipo até a construção de sua versão final viabilizando a produção do etanol com extração contínua.

### **I.3. Material e Métodos**

#### **I.3.1 Equipamentos**

Para a montagem do sistema fermentativo extrativo, foram necessários os seguintes equipamentos:

- Fermentador;
- Sistema de Filtração;
- Tanque *Flash*;
- Bomba Helicoidal;
- Bomba peristáltica;
- Sistema de vácuo;
- Sistema de condensação.

##### **I.3.1.1.FERMENTADOR**

O biorreator utilizado foi do tipo “*BioFlo III System*” produzido por *New Brunswick Corporation*. Este biorreator consiste em um vaso de vidro *Pirex* de aproximadamente 3 litros de volume útil, montado sobre uma base de controle que possibilita controlar e monitorar algumas variáveis de processo como temperatura, pH, agitação, aeração, oxigênio dissolvido, nutrientes, vazão e adição de antiespumante.

O resfriamento do fermentador foi feito através de circulação da água da rede a temperatura ambiente em seu encamisamento, ou em casos onde ocorreu uma maior liberação de calor, pela circulação de água a temperaturas inferiores, obtidas por um banho térmico.

### I.3.1.2.SISTEMA DE FILTRAÇÃO

As células foram recicladas através de um sistema de microfiltração tangencial projetado e construído pela *Millipore Co.*, modelo *Ceraflow*. A microfiltração é uma técnica usada para a separação de partículas em suspensão, baseada em sua dimensão.

Segundo Carvalho (1996), o micro-filtro é uma fina membrana permeável, suportada em material cerâmico, que retém partículas de um certo tamanho e permeia outras pequenas partículas dissolvidas ou suspensas, incluindo o solvente. Portanto, a característica de retenção de uma membrana é função direta do diâmetro do poro. Membranas inorgânicas são estáveis a altas temperaturas e sob fortes tensões, o que significa que estas podem ser repetidamente esterilizadas no local e são ideais para operação em altas pressões.

Este sistema de filtração é constituído por duas unidades de filtração, cada uma com 22,8 cm de comprimento, um elemento filtrante do tipo inorgânico externo feito de alumina de alta pureza, de 0,22  $\mu\text{m}$  de poro e 0,0372  $\text{m}^2$  de área filtrante, montados internamente numa carcaça de aço inox 316. O conjunto filtrante possui válvulas diafragmas modelo 4196-862-H em aço inox 316, que controlam a passagem de fluído pelo sistema de filtração.

O princípio da filtração se baseia no gradiente de pressão entre a parte interna do filtro e a parte externa, de modo que o permeado migre através dos poros do elemento filtrante.

### I.3.1.3.TANQUE *FLASH*

O tanque *flash* é um equipamento onde a extração do etanol do caldo fermentativo ocorre, através da diferença de pressão entre a alimentação e o volume do tanque, na temperatura do processo fermentativo.

O vácuo do tanque *flash* deve estar dentro da faixa de 90 a 150 mmHg e, devido à diferença de volatilidade de um componente em relação ao outro, o etanol e parte da água do caldo fermentativo evaporam. O líquido que permanece no tanque *flash*, contendo o caldo de fermentação com concentração menor de etanol, retorna ao fermentador através de uma bomba helicoidal.

Pode-se considerar que a dinâmica do tanque *flash* é bastante rápida em comparação com a fermentação. Assim, pode-se assumir uma condição de estado pseudo – estacionária no evaporador *flash*.

O tanque *flash* foi adaptado de um reator *Chemap* contendo um volume de total de 2,8 litros com 13,5 cm de diâmetro e conseqüentemente uma altura de 20 cm. Este reator possui uma vedação específica para trabalhar com altas e baixas pressões. Consta de uma linha de alimentação de caldo fermentativo proveniente do sistema de filtração, de uma linha de retirada do evaporado devido ao vácuo e de uma linha de retorno ao fermentador conforme apresentado na Figura I. 1.

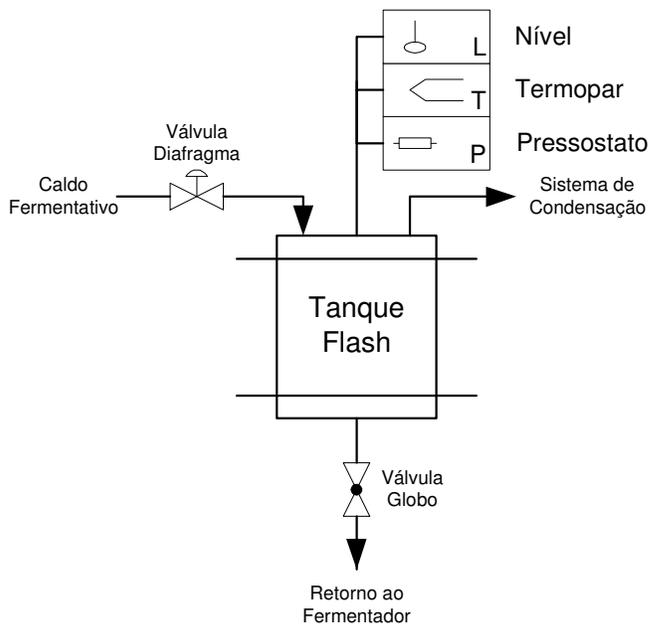


Figura I. 1 – Montagem e Instrumentação do Tanque *Flash*

#### I.3.1.4. BOMBA HELICOIDAL

No processo fermentativo extrativo foram utilizadas duas bombas helicoidais de deslocamento positivo do tipo “*Nemo*” fabricada pela “*Netzsch do Brasil*”, modelo 2.NEL.20.A., acionada por um motor de indução trifásico “*Eberle*” 1,5 C.V. modelo S-80.B4.

Uma delas foi usada para realizar a circulação do caldo fermentativo pelos orifícios do filtro, com pressão suficiente para forçar a permeação do solvente, e para enviar caldo fermentativo para o tanque *flash*. Este motor foi submetido a um controlador programável de velocidade tipo *Baldor Serie 11 Inverter Drive*.

A segunda bomba foi utilizada para o retorno do caldo de fermentação do tanque *flash* para o fermentador, cujo motor foi submetido a um controlador programável de velocidade, fabricado pela *Danfoss*, modelo VLT-Micro, com sentido de rotação invertido. Esta inversão de rotação é indicada para o uso da bomba de sucção de vasos a baixa pressão, como é o caso do tanque *flash*.

### I.3.1.5.BOMBA PERISTALTICA

Para o controle da vazão da entrada de meio fermentativo, da saída do permeado (fluido que passa pelo filtro livre de células) e da purga do sistema foram utilizadas bombas peristálticas micro-controladas produzidas pela *Masterflex* modelo L/S. Esta bomba permite uma série de controles entre eles, da vazão de bombeamento e do volume adicionado ou retirado com um erro inferior a 5 %.

### I.3.1.6.BOMBA DE VÁCUO

O vácuo do tanque *flash* foi fornecido através de uma bomba de vácuo de ar de compressão de dois estágios produzido pela Marconi modelo MA 760. Sua capacidade de sucção é de 10.000 litros/hora garantindo o vácuo do sistema independente da vazão utilizada no tanque *flash*.

A Figura I. 2 apresenta o esquema do sistema de vácuo, onde a bomba é acionada por um Relê de estado sólido com comando de 0-10 V. No processo, a válvula agulha de sucção da atmosfera permanece totalmente fechada, sendo a sucção realizada somente do lado do tanque *flash*. Foi utilizada também uma válvula de proteção contra retorno para impedir que o vácuo seja quebrado quando a bomba estiver desligada.

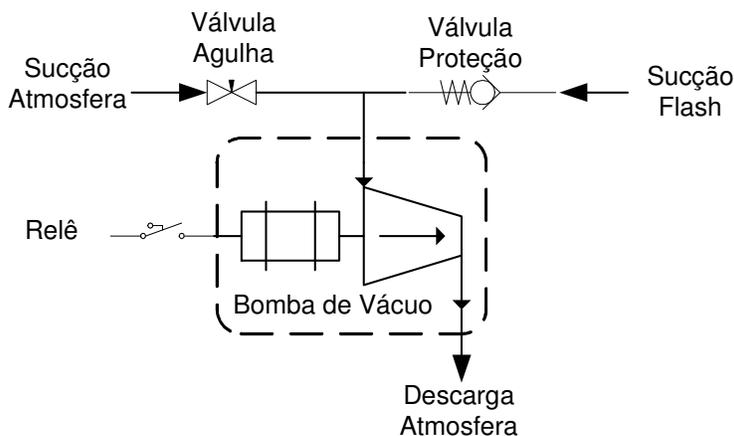


Figura I. 2 – Montagem e instrumentação do sistema de vácuo

### I.3.1.7.SISTEMA DE CONDENSAÇÃO

O sistema de condensação foi realizado através de uma armadilha de vácuo (*trap*) ultratermostatizado conforme apresentado na Figura I. 3, produzido pela Marconi LTDA modelo MA-055. Este equipamento é ideal para condensar vapores voláteis de uma evaporação sob vácuo ou não, servindo como um ótimo protetor da bomba de vácuo.

O *trap* possui uma unidade de refrigeração com compressor hermético operando a uma temperatura de trabalho de  $-25^{\circ}\text{C}$ .

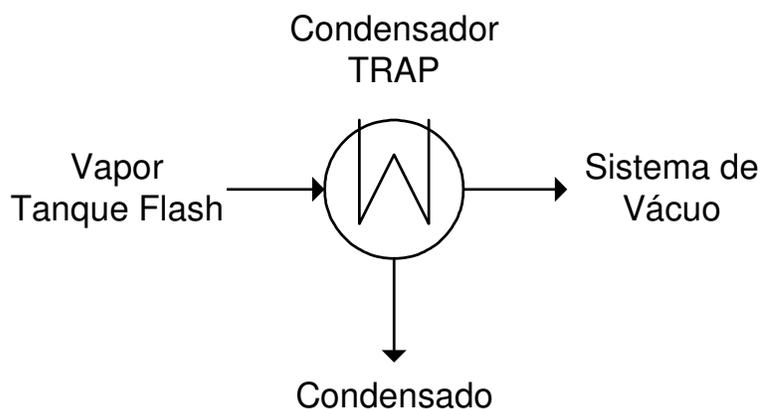


Figura I. 3 – Esquema do sistema de condensação *trap*.

### I.3.2 Instrumentação

Para a instrumentação do processo fermentativo extrativo, houve a necessidade da colocação de instrumentos de medida, de atuação e de acondicionamento e conversão de sinais analógicos e digitais.

#### I.3.2.1. INSTRUMENTOS DE MEDIDAS E DE ATUAÇÃO

Os sensores utilizados assim como os sinais fornecidos pelos mesmos foram:

#### a) TRANSMISSOR DE PRESSÃO

Os transmissores de pressão foram utilizados para a medida de pressão do sistema de filtração e para a medida de vácuo do tanque *flash*.

Os transmissores de pressão e de vácuo apresentam faixa de operação de 0-100 PSI e 0-760 mmHg respectivamente, sendo produzidos pela Markare LTDA, modelo MTP-101. O equipamento foi alimentado com uma tensão de 24 VDC sendo o sinal de saída é de 4-20 mA, proporcional a pressão ou vácuo do sistema.

#### b) TERMOPAR

O termopar utilizado para medida da temperatura do tanque *flash* foi do tipo K produzido pela *Cole Parmer*.

#### c) MEDIDOR DE NÍVEL

O nível do tanque *flash* e do fermentador foi controlado através de um chaveador tipo bóia produzido pela *Madison Co.* modelo M5000. Quando o nível atingia o nível baixo o contato era aberto e, quando atingia o nível alto o contato era fechado, fornecendo uma corrente de cerca de 1 mA que era observado pelo sistema supervisorio que tomava as adequadas medidas de controle.

#### d) MEDIDOR DE VAZÃO MAGNÉTICO

A medida da vazão de entrada do tanque *flash* foi realizada através de um medidor de vazão magnético produzido pela *Conault* com medidores modelo IFS 4000 KC *Wafer* e conversor de sinal modelo IFC 090. Este medidor de vazão foi calibrado para um faixa de operação de 0 a 1200 L/h sendo o sinal de saída proporcional a 4-20 mA.

#### e) MEDIDOR DE VAZÃO DE CO<sub>2</sub>

Para a medida de gás carbônico (CO<sub>2</sub>) produzido durante a fermentação foi utilizado um medidor gás de placas planas, com compensação de temperatura, produzido pela Cole Parmer modelo 32907-62. O sinal digital fornecido pelo equipamento obedece ao protocolo RS232C.

#### f) TURBIDÍMETRO

Para a medida de turbidez do processo fermentativo foi utilizado um turbidímetro fabricado pela *Mettler Toledo* modelo FSC 402. A leitura foi realizada numa escala de 0-100 % de turbidez sendo o sinal proporcional de 4-20 mA.

#### g) VÁLVULAS SOLENÓIDES

As válvulas solenóides utilizadas para o acionamento da bomba de vácuo foram produzidas pela Asco, sendo a válvula de sucção da atmosfera do tipo normalmente aberta e a válvula de sucção do tanque *flash*, normalmente fechada. Estas válvulas foram alimentadas com uma tensão de 110 V e acionadas por um relê de contato com tensão de 24 VDC.

A válvula solenóide usada para adicionar antiespumante foi produzida pela Cole Parmer modelo 01367-52 com diâmetro de orifício de 1/16", acionada com tensão de 24 VDC. Este diâmetro de orifício permitiu passar um volume baixo de antiespumante, suficiente para quebrar a espuma formada.

#### h) VÁLVULAS COM ATUADOR ELETRÔNICO

O controle da vazão e pressão da entrada do tanque *flash* e na linha de retorno ao fermentador foi realizado através de válvulas com atuador eletrônico produzidas pela *Johnson Controls* modelo VA-7450. Estas válvulas foram alimentadas

com uma tensão de 24 VDC sendo a abertura proporcional a um sinal de 0-10 VDC, ou seja, o posicionamento varia de totalmente fechado (0 V) para totalmente aberto (10 V) comandado pelo sistema de supervisão.

#### i) CONTROLADOR PROGRAMÁVEL DE VELOCIDADE

O controle de rotação da bomba helicoidal e conseqüentemente da vazão fornecida ao sistema de filtração, foi realizado através de um controlador programável de velocidade fabricado pela *Baldor* modelo *Inverter Drive Series 11* com controle externo via sinal de tensão de 0-10 V sendo proporcional à rotação da bomba de 0-60 Hz. O controle da rotação da bomba helicoidal de retorno do caldo fermentativo do tanque *flash* para o fermentador foi realizado por um controlador programável de velocidade semelhante ao citado anteriormente, fabricado pela *Danfoss* modelo VLT-Micro.

#### j) SISTEMA DE PROTEÇÃO DE PARADA DE ENERGIA

Para manutenção do sistema em casos de falta de energia, foi utilizado um *No-Break* produzido pela *Powerware*, modelo *Prestige Series 9* de 1800 VA. A monitoração do equipamento foi realizada por porta serial via protocolo RS232C.

### **I.3.3 Acondicionamento e Conversão de Sinal**

Uma vez de posse de todos os equipamentos com seus respectivos sinais, foi necessário realizar o acondicionamento e a conversão para a comunicação com o sistema supervisão de monitoramento e controle de processo.

A Tabela I. 1 apresenta uma lista dos equipamentos utilizados na montagem dos protótipos assim como os sinais fornecidos e o número de portas utilizadas. O total de sinais acondicionados para a monitoração e controle do processo foram 20, subdivididos em sinais do tipo (quantidade): digital serial (4), entrada analógica de

0-20 mA (6), saída analógica de 0-10 V (4), termopares (2) e saída digital chaveadora (4 relês).

Como os equipamentos foram montados em uma sala com condições de temperatura e umidade não controladas e geralmente elevadas, o computador contendo o sistema supervisorio de monitoramento e controle de processo ficou em outra sala em condições adequadas para seu funcionamento.

Tabela I. 1 – Lista de equipamentos, tipo de sinal e quantidade de portas usadas na montagem do protótipo.

Equipamentos	Canais	Sinal
Fermentador	1	Sinal digital serial RS 232-C
Bombas Peristálticas (3 bombas)	1	
Medidor de Vazão de CO <sub>2</sub>	1	
Dispositivo de Proteção de Parada	1	
Turbidímetro	1	Entrada analógica 0-20 mA
Transmissor de Pressão/Vácuo	2	
Medidor de Vazão Magnético	1	
Bóia de Nível (Reator/ <i>Flash</i> )	2	
Controlador Programável de Velocidade	2	Saída analógica 0-10 V
Válvulas com Atuador Eletrônico	2	
Temperaturas ( <i>Flash/Sala</i> )	2	Termopar
Relê de estado Sólido (Bomba de Vácuo)	1	Saída Digital (Relê) 24 VDC
Válvula Solenóide (Vácuo/Antiespumante)	3	

Para transmitir os sinais até o sistema supervisorio foi utilizado o protocolo TCP/IP, padrão de transmissão de *internet*. Para isto, foi necessária a conversão dos sinais para este protocolo de comunicação.

Os sinais digitais baseados no protocolo de comunicação serial RS232C, foram convertidos em padrão TCP/IP pela utilização do conversor *Enet-232/4* produzido pela *National Instruments*, conforme apresentado na Figura I. 4 a. Este equipamento possui entrada para 4 portas seriais. O protocolo RS232C apresenta uma possibilidade de conexão entre equipamentos de até 15 metros, enquanto que o padrão TCP/IP pode conectar um equipamento com um HUB a uma extensão de 100 metros, possibilitando seu monitoramento à longa distância.



Figura I. 4 – Equipamentos utilizados no acondicionamento e conversão de sinais: Conversor *Enet-232/4* (a); *Field Point* 1600 (b)

Os demais sinais também foram convertidos padrão TCP/IP pela utilização do conversor *Field Point* 1600 produzido pela *National Instruments*, conforme apresentado na Figura I. 4 b, sendo os sinais acondicionados por módulos *Field Point* conforme apresentado na Tabela I. 2 respeitando o tipo de sinal de entrada e saída.

Tabela I. 2 – Módulos *Field Point* usados para acondicionamento de sinais.

Módulo <i>Fied Point</i>	Sinal	Número de Canais	Tipo
FP-AI-111	0-20 mA	16	Entrada analógica
FP-TC-120	Termopar	8	Entrada analógica
NI FP-AO-210	0-10 VDC	8	Saída analógica
FP-DO-403	Relê 5 a 30 VDC	16	Saída digital

## **I.4. Resultados e Discussão**

Devido ao fato de não ter sido encontrado na literatura pesquisada, nenhum sistema semelhante a este, a etapa de montagem do protótipo experimental foi a que demandou mais tempo. Diversas foram as alterações realizadas em relação ao projeto inicial até ser atingido o protótipo final. Neste contexto, este capítulo discute a etapa de montagem de cada protótipo, assim como os problemas surgidos e as soluções encontradas.

### **I.4.1 Protótipo-1**

O primeiro protótipo desenvolvido foi montado conforme o esquema da Figura I. 5 e experimentalmente como mostrado na Figura I. 6. Neste processo, o líquido que saía do fermentador era enviado para o sistema de filtração e, logo em seguida, para o tanque *flash*. Através da bomba de retorno, o líquido do tanque *flash* retornava para o fermentador, fechando assim, um ciclo do processo.

Durante os testes realizados com o protótipo 1 foi utilizada uma solução de alcoólica de 90 g/L de etanol diluído em água, simulando assim, o processo fermentativo contínuo extrativo. Neste teste, houve o problema da cavitação da bomba helicoidal do tanque *flash* o qual discuto a seguir.

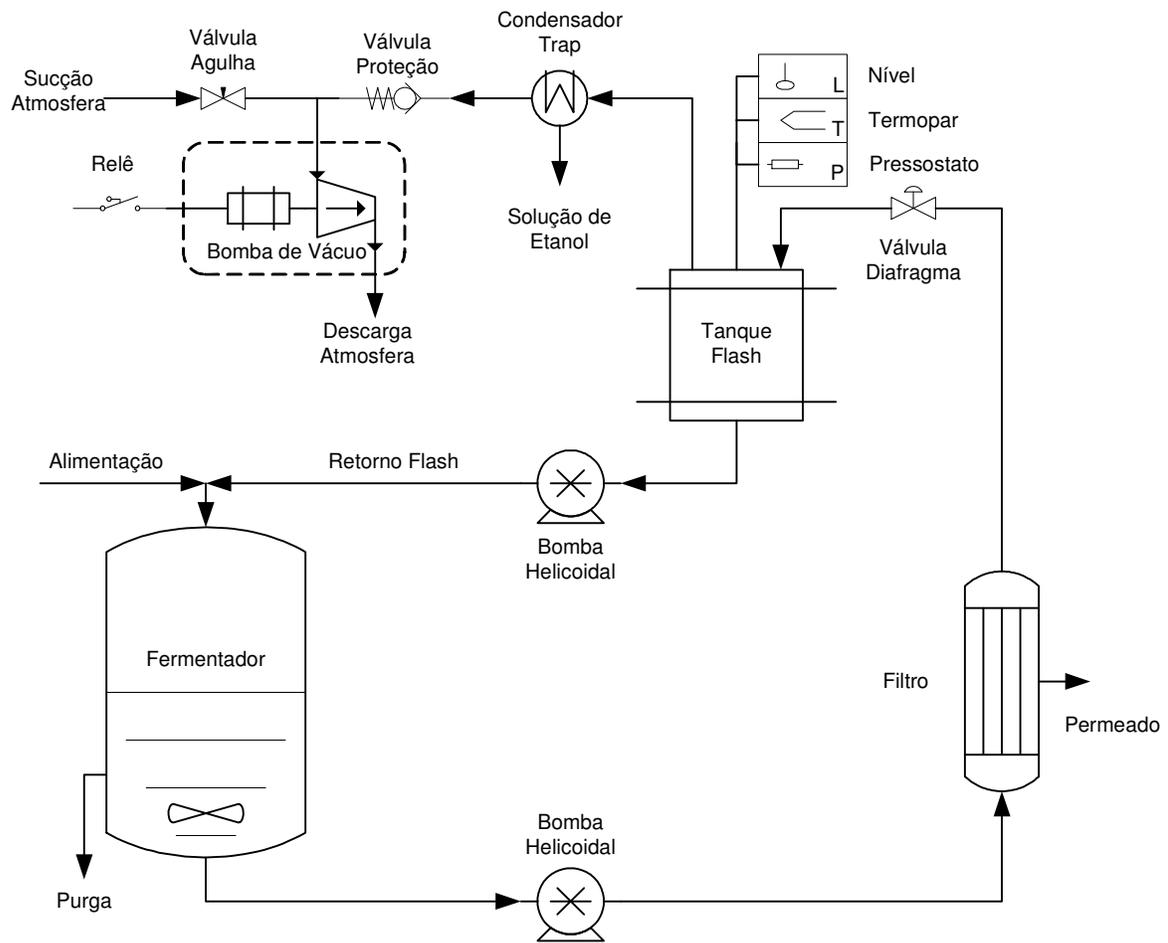


Figura I. 5 – Esquema de montagem do protótipo-1.

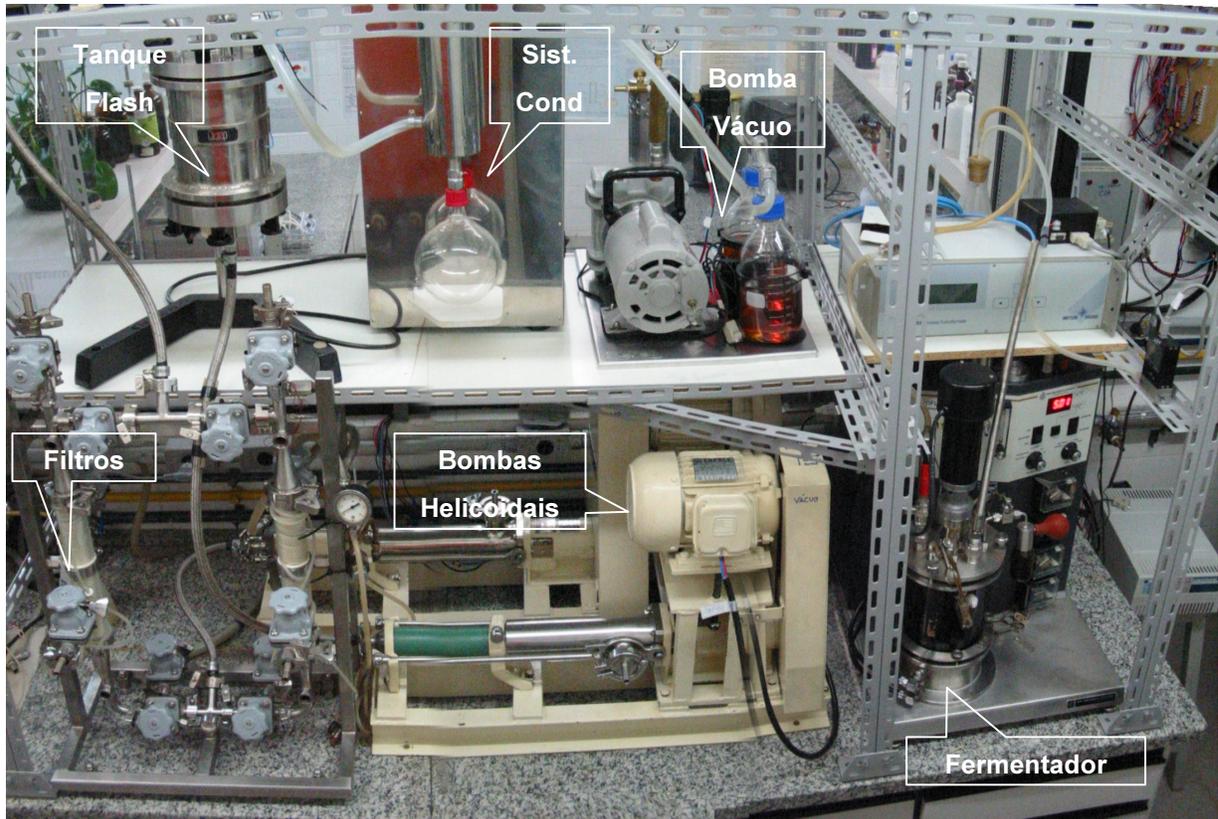


Figura I. 6 – Foto da montagem do protótipo-1.

#### I.4.1.1. TESTE 1 – SOLUÇÃO ETANOL-ÁGUA: PROBLEMA DE CAVITAÇÃO DA BOMBA HELICOIDAL DO FLASH.

##### a) PROCESSO

Através das bombas helicoidais, a solução alcoólica foi bombeada para o sistema de filtro e para o tanque *flash* retornando logo em seguida para o fermentador. No início, o tanque *flash* era operado com pressão atmosférica. O vácuo foi formado pelo acionamento da bomba de vácuo sendo aumentado em degraus de 50 mmHg. Este aumento escalonado do vácuo teve por objetivo fornecer um conhecimento dinâmico do processo sob diversas condições.

A vazão inicial da bomba de circulação era de aproximadamente 1000 L/h o que fornecia uma pressão suficiente para que ocorresse a permeação do líquido no sistema de filtração. Durante o teste, foi alimentada a uma vazão de 6 mL/min, uma solução de etanol em água com uma concentração de aproximadamente 100 g/L de etanol, simulando assim, a fase de fermentação contínua.

#### b) PROBLEMA APRESENTADO

Na pressão atmosférica o sistema operava perfeitamente, mas com a diminuição da pressão no *flash*, a bomba de sucção do tanque começou a apresentar problemas de cavitação. Isso obrigou que a vazão de circulação do caldo fermentativo através do sistema de filtração e do tanque *flash* fosse diminuída.

Em vácuo próximo a 200 mmHg, a vazão era tão baixa, cerca de 200 L/h, que a pressão no sistema de filtração era insuficiente para a permeação do vinhoto.

#### c) SOLUÇÃO ENCONTRADA

Para solucionar este problema foi realizada uma divisão de linha logo após o sistema de filtração onde parte do caldo fermentativo era enviada para o tanque *flash* e a outra parte retornava para o fermentador. Com isso, foi realizado o segundo protótipo experimental.

### **I.4.2 Protótipo-2**

O segundo protótipo foi montado conforme apresenta a Figura I. 7 diferenciando-se do protótipo 1 pela adição da linha de divisão do fluxo na saída do sistema de filtração.

Esta divisão de linha possibilitou que no sistema de filtração a vazão permanecesse elevada e conseqüentemente com pressão suficiente para permear o vinhoto. A vazão no tanque *flash* foi reduzida de modo a não ocorrer o problema de cavitação da bomba helicoidal pela linha de retorno ao fermentador, ocorrido no primeiro protótipo. Porém, problema foi detectado no sistema, caracterizado pelo travamento da bomba de vácuo.

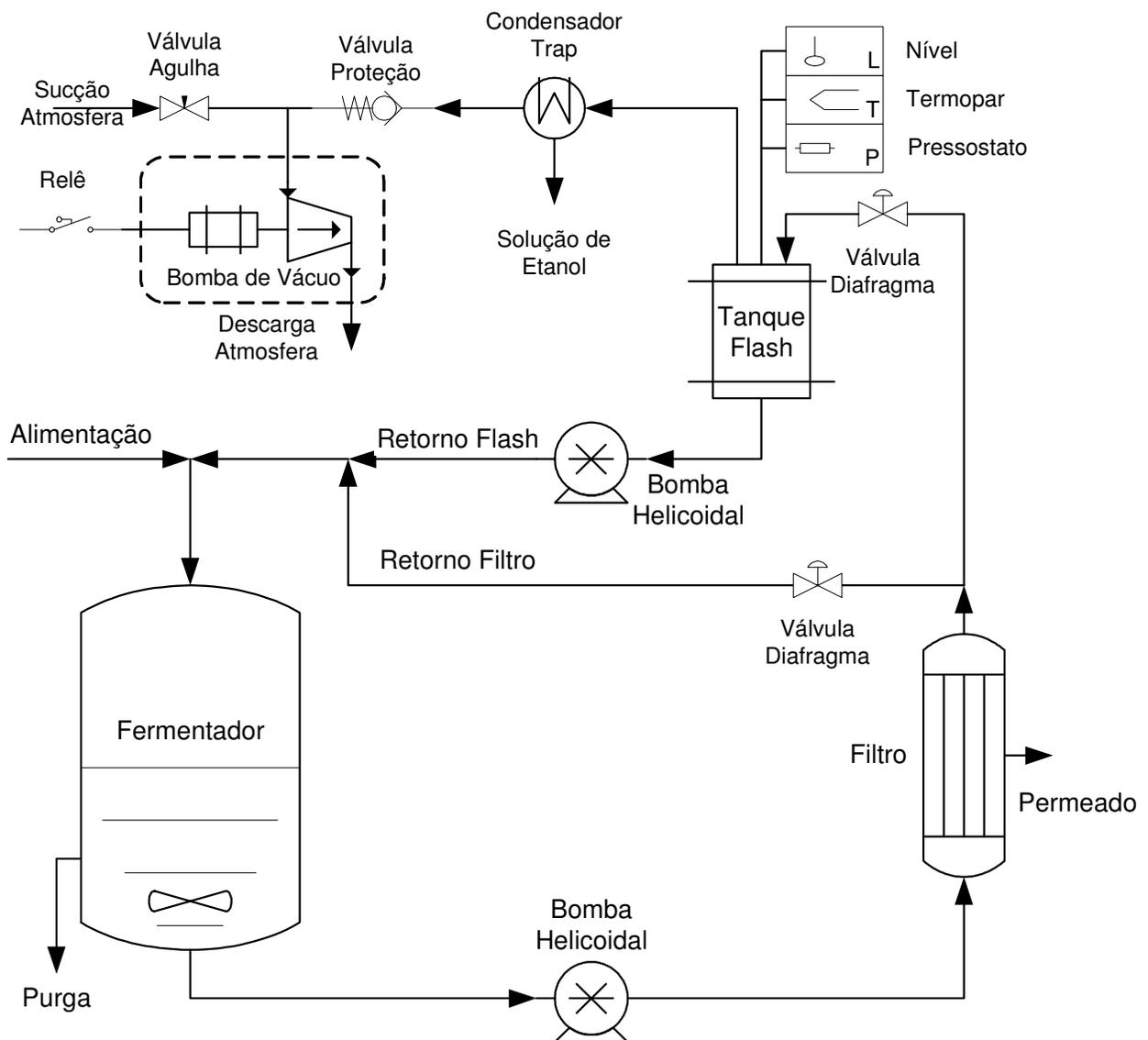


Figura I. 7 - Esquema de montagem do protótipo-2.

#### I.4.2.1. TESTE 1 – SOLUÇÃO ETANOL-ÁGUA: PROBLEMA DE TRAVAMENTO DA BOMBA DE VÁCUO

##### a) PROCESSO

Através das bombas helicoidais, a solução alcoólica foi bombeada para o sistema de filtro e então separada em duas linhas. A maior parte do caldo fermentativo, aproximadamente  $2/3$  da vazão, retornou para o fermentador e o restante foi enviado para o tanque *flash*, retornando logo em seguida para o fermentador.

Os testes realizados foram semelhantes ao protótipo 1 onde no início, o tanque *flash* era operado com pressão atmosférica. O vácuo foi formado pelo acionamento da bomba de vácuo sendo aumentado em degraus de 50 mmHg.

Nestes testes, a vazão inicial da bomba de circulação era de aproximadamente 1000 L/h o que fornecia uma pressão suficiente para ocorrer a permeação do líquido no sistema de filtração. Durante o teste, uma solução de etanol em água com uma concentração de aproximadamente 100 g/L de etanol foi alimentada a uma vazão de 6 mL/min, simulando assim, a fase de fermentação contínua.

##### b) PROBLEMA APRESENTADO

Nesta versão do protótipo, conseguiu-se diminuir a pressão para níveis inferiores a 200 mmHg sem que apresentasse problemas de cavitação da bomba helicoidal de retorno ao fermentador, porém, com vácuo de aproximadamente 150 mmHg, a bomba de vácuo travava e não acionava.

Colocando o tanque *flash* em níveis de vácuo intermediários, entre 400 e 600 mmHg, a bomba de vácuo voltava a operar normalmente até atingir o vácuo de 150 mmHg travando novamente. O problema de travamento de bomba foi apresentado mesmo trocando a bomba de vácuo por outro modelo.

### c) SOLUÇÃO ENCONTRADA

Para solucionar este problema foram realizadas alterações no mecanismo de acionamento da bomba de vácuo através da implementação de duas válvulas solenóides conforme a Figura I. 8.

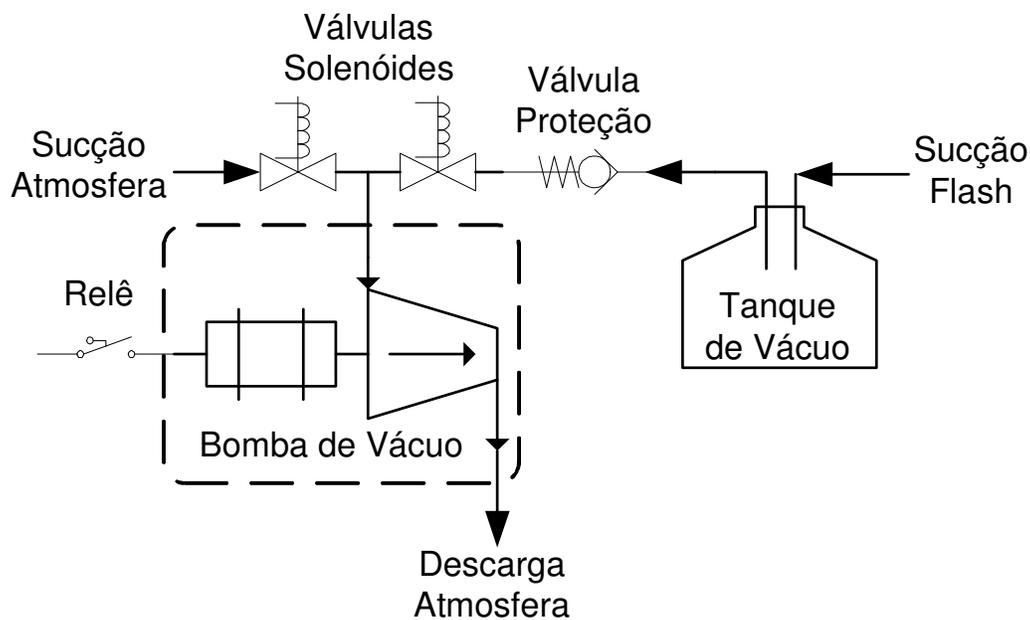


Figura I. 8 – Alterações realizadas no sistema de vácuo.

As alterações realizadas nos protótipos diferem principalmente em relação a montagem inicial, Figura I. 2, pela substituição das válvulas agulhas por válvulas solenóides. As válvulas solenóides são acionadas através de relês (24 VDC) de modo sincronizado e com intervalo de 1 segundo entre uma ação e outra, conforme apresenta a Tabela I. 3.

Tabela I. 3 – Esquema de acionamento e desligamento do sistema de vácuo.

Etapas		BV	VSSA (NA)	VSSF (NF)	Ação
Liga	1	L	D	D	Liga bomba de vácuo
	2	L	L	D	Fecha sucção da atmosfera
	3	L	L	L	Abre sucção do <i>flash</i>
Desliga	1	L	L	D	Fecha sucção do <i>flash</i>
	2	L	D	D	Abre sucção da atmosfera
	3	D	D	D	Desliga bomba de vácuo

BV: Bomba de Vácuo

VSSA: Válvula solenóide de sucção da atmosfera

VSSF: Válvula solenóide de sucção do *flash*

NA: Normalmente aberta

NF: Normalmente Fechada

L: Liga

D: Desliga

Inicialmente, o conjunto da bomba de vácuo e das válvulas solenóides estava desativado e, quando o vácuo do sistema ultrapassava o limite superior fixado no programa de controle do processo, o sistema era acionado.

A bomba começava succionando da atmosfera, pois a válvula solenóide de sucção da atmosfera é do tipo normalmente aberta. Após um segundo, a válvula solenóide de sucção da atmosfera era fechada, ocorrendo assim, o vácuo no compartimento da bomba. No próximo segundo, ocorria a abertura da válvula solenóide de sucção do tanque *flash* até que o vácuo do sistema passasse pelo limite inferior.

O desligamento ocorria de modo inverso, desligando primeiramente a válvula solenóide de sucção do *flash* e no próximo segundo a válvula de sucção de atmosfera deixando-a aberta. Com isso o compartimento da bomba de vácuo ficava à pressão atmosférica e logo em seguida ocorria o desligamento da bomba terminando assim, um ciclo de operação.

Este procedimento permitiu que a bomba de vácuo não travasse mais, pois quando a bomba de vácuo era acionada, succionava ar da atmosfera fazendo o êmbolo partir sem esforço. O tempo de 1 segundo entre uma ação e outra, foi o suficiente para garantir a funcionalidade do sistema.

#### I.4.2.2. TESTE 2 – SOLUÇÃO ETANOL/ÁGUA

Com a divisão de linha descrita anteriormente e as alterações realizadas no sistema de vácuo, foi montada a nova configuração onde conseguiu ter uma baixa vazão do caldo fermentativo através do tanque *flash* com uma pressão elevada para realizar a filtração do vinhoto.

No teste, foi alimentada uma solução de etanol em água a uma concentração de aproximadamente 140 g/L de etanol com uma taxa de 8 mL/min, simulando assim, a fase de fermentação contínua.

O sistema operou corretamente, sem maiores problemas recolhendo através do condensador de etanol uma solução rica em álcool com uma taxa de 180 mL/h e uma concentração final de 55 °GL.

A Figura I. 9 apresenta o perfil da concentração de etanol no reator, do vácuo no tanque *flash* e da vazão de destilado recolhido durante o processo *flash*. Esta figura permite verificar que a concentração de etanol no reator diminuiu de 140 g/L no início do processo para cerca de 45 g/L ao final de 8 horas. O vácuo associado para esta extração foi de 93-94 mmHg e a vazão de condensado de aproximadamente 3 mL/min.

Os resultados encontrados permitiram adquirir um banco de conhecimento do sistema, sendo a etapa seguinte, a realização de testes com o processo fermentativo extrativo.

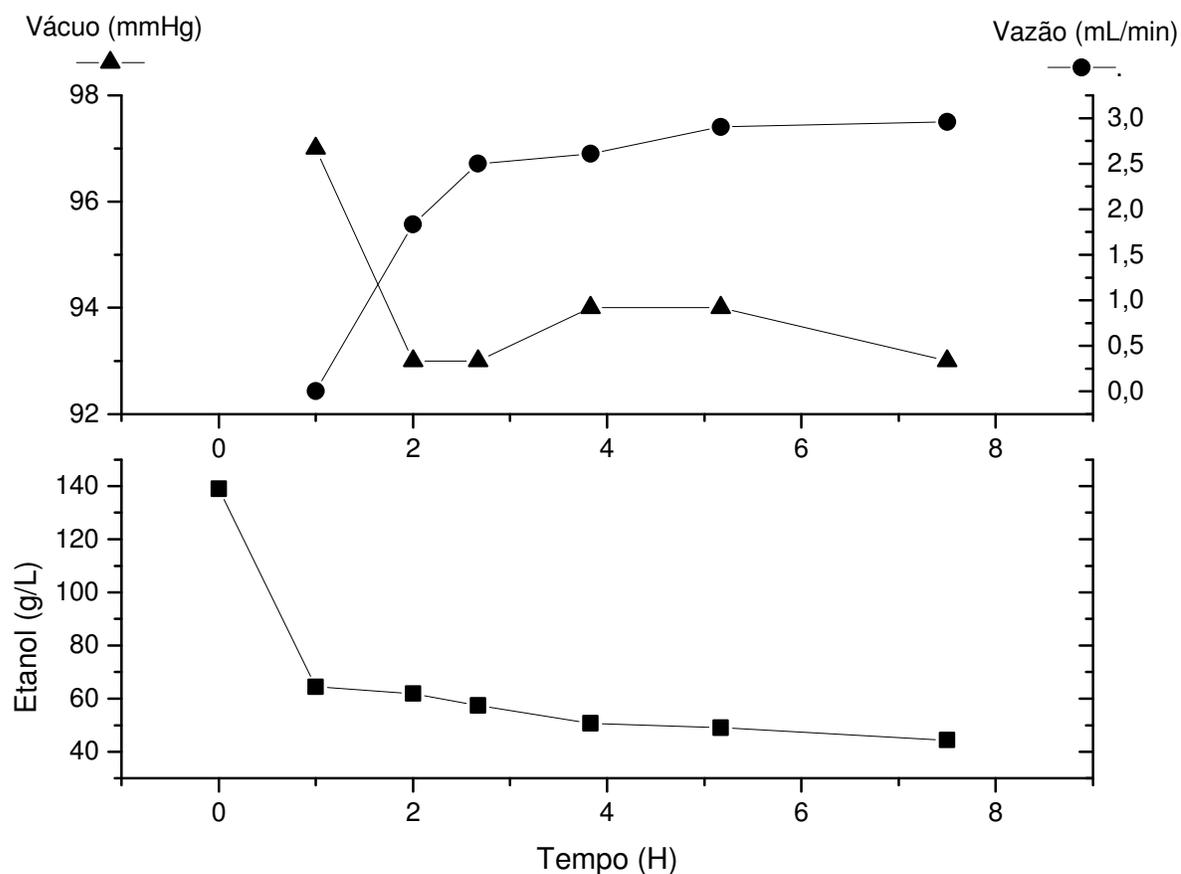


Figura I. 9 – Perfil da concentração de etanol, do vácuo e da vazão no sistema *flash*.

#### I.4.2.3. TESTE 3 – MEIO DE MELAÇO DE CANA: PROBLEMA DE CONTROLE DA LINHA DE DIVISÃO DE FLUXO

##### a) PROCESSO

Esta fermentação foi realizada com as alterações sofridas em relação ao protótipo inicial as quais promovem a divisão do fluxo da saída do ultrafiltro em duas linhas, uma de retorno ao fermentador e outra de alimentação ao tanque *flash* e as alterações do sistema de vácuo.

O meio utilizado na fermentação foi o melaço de cana de açúcar diluído em água com concentração de 180 g/L com uma taxa de alimentação de 8 mL/min e a levedura utilizada foi a *Saccharomyces cerevisiae* comercial da marca Mauri.

Esta divisão de linha era realizada por duas válvulas operadas manualmente (válvulas diafragmas), conforme apresentado na Figura I. 7. A manipulação destas válvulas não era uma tarefa fácil dificultando assim o ajuste da vazão e da pressão no tanque *flash* e do sistema de filtração.

Com o decorrer da fermentação o sistema se tornou instável necessitando de um controle mais preciso da divisão de fluxo, interrompendo prematuramente os testes com o processo fermentativo.

#### b) PROBLEMA APRESENTADO

Analisando o problema surgido durante os testes com o processo fermentativo extrativo, verificou-se que o acionamento da bomba de vácuo acarretava um forte desvio do meio fermentativo para o tanque *flash*.

Por outro lado, um pequeno fechamento da válvula de alimentação do tanque *flash*, acarretava em uma diminuição drástica do nível do tanque, ocorrendo vazamento pelo fermentador. O inverso também era observado: com uma pequena abertura da válvula ocorria um grande desvio do meio para o tanque *flash* provocando o transbordamento do mesmo pela linha de vácuo.

#### c) SOLUÇÃO ENCONTRADA

A solução encontrada para resolver o problema da linha de divisão de fluxo foi trocar as válvulas manuais por válvulas com atuador acionado eletronicamente e a colocação de um medidor de vazão magnético com a finalidade de se ter um maior controle do processo, surgindo assim, a necessidade de montar o terceiro protótipo.

### I.4.3 Protótipo-3

A Figura I. 10 apresenta o esquema de montagem do protótipo 3 onde difere do protótipo 2 pela substituição das válvulas manuais por válvulas com atuação eletrônica e pela adição de um medidor de vazão magnético.

O medidor de vazão magnético foi utilizado para medir a vazão de entrada do tanque *flash*. As válvulas com atuação eletrônica foram posicionadas na linha de retorno para fermentador e na linha de entrada do tanque *flash*.

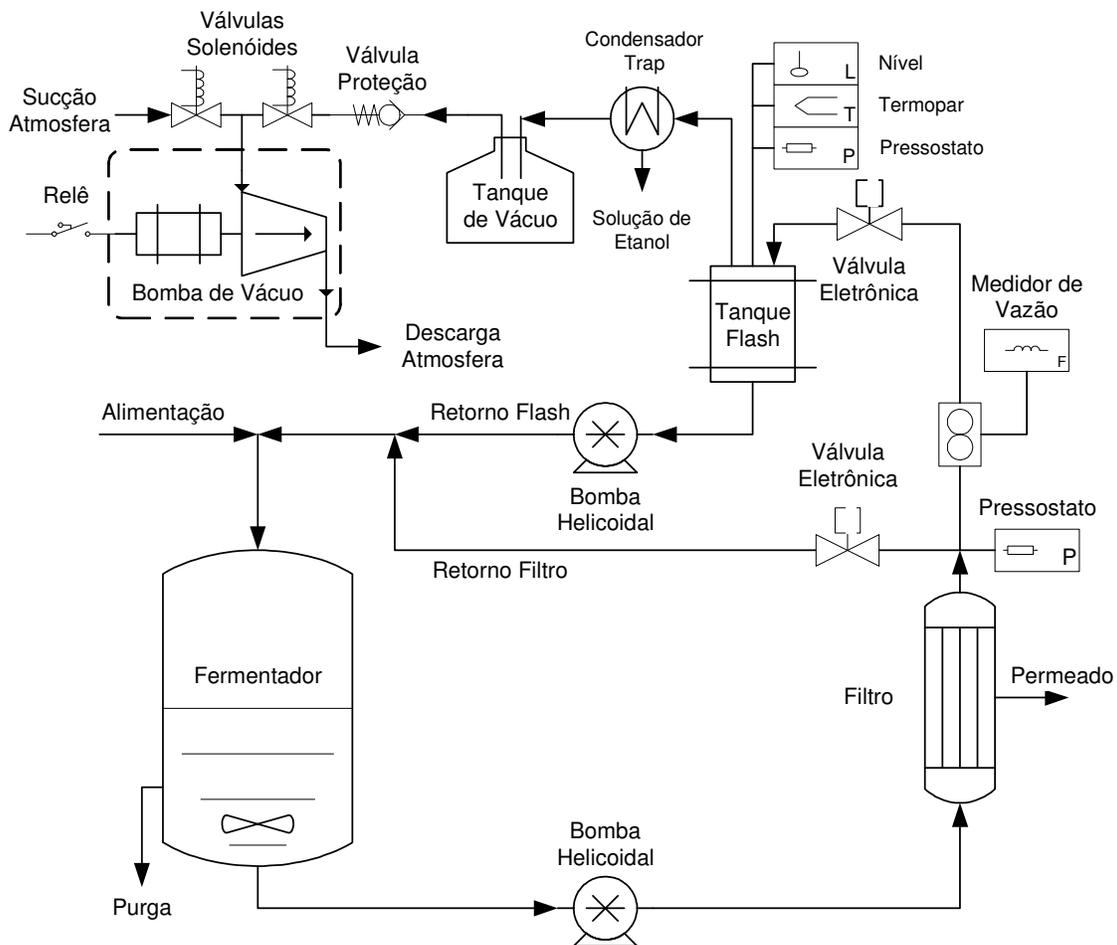


Figura I. 10 - Esquema de montagem do protótipo-3.

Com esta nova modificação tornou-se necessária a implementação de controles PID para controlar a pressão do sistema de filtração e a vazão do tanque *flash*, bem como a determinação das constantes dos controladores as quais são apresentadas no capítulo II deste trabalho.

Para efeito comparativo, a Figura I. 11 apresenta a montagem experimental do primeiro protótipo sendo, a região demarcada, o lugar onde foi instalada a linha de divisão de fluxo conforme apresentado na Figura I. 12.

A Figura I. 13 apresenta em detalhes, a instrumentação realizada na seção de divisão da linha, logo após a saída do filtro, onde é possível observar o pressostato, o divisor de fluxo, a válvula com atuador eletrônico e o medidor de vazão, que mede a vazão de entrada no tanque *flash*.

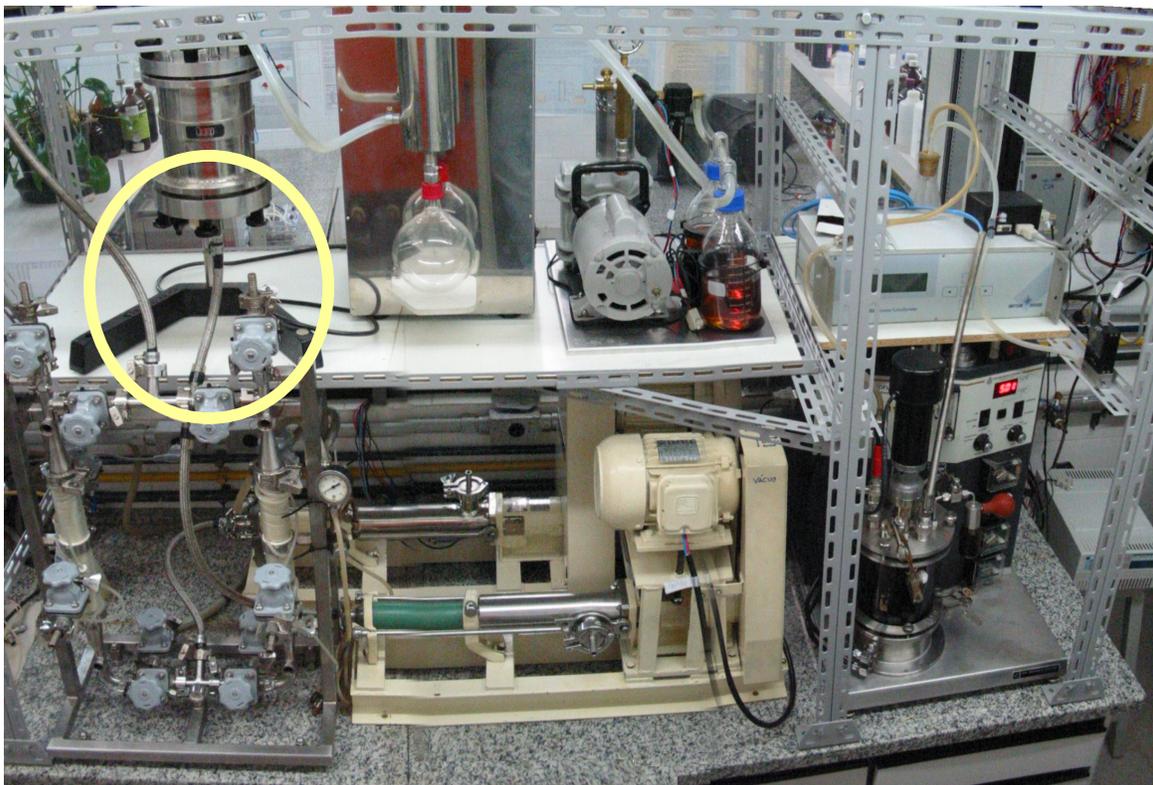


Figura I. 11 – Montagem experimental do primeiro protótipo.

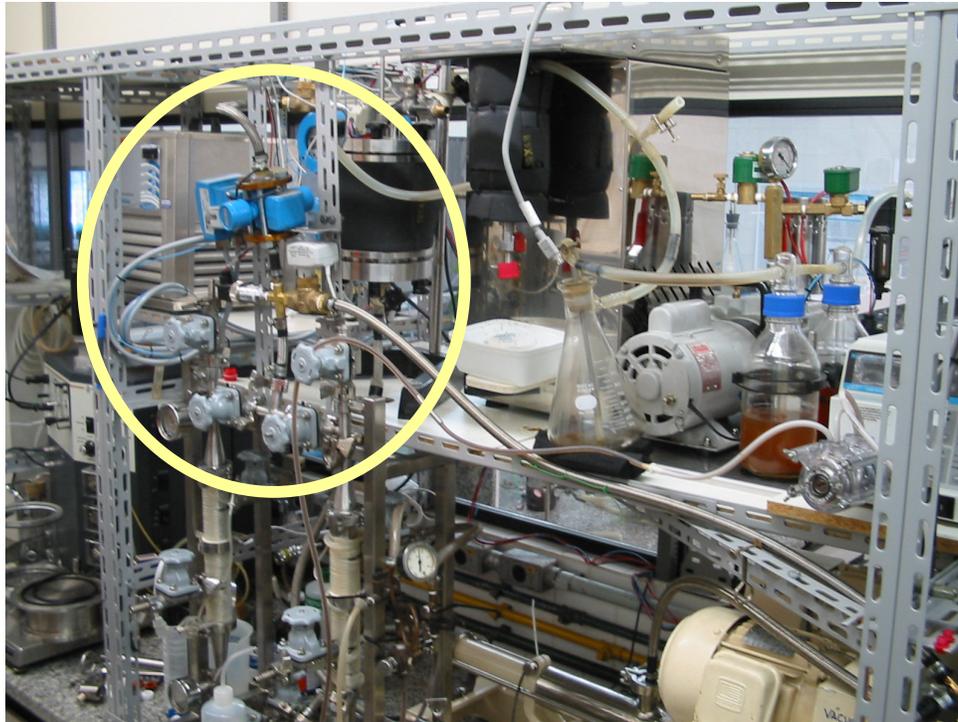


Figura I. 12 - Montagem experimental do terceiro protótipo.

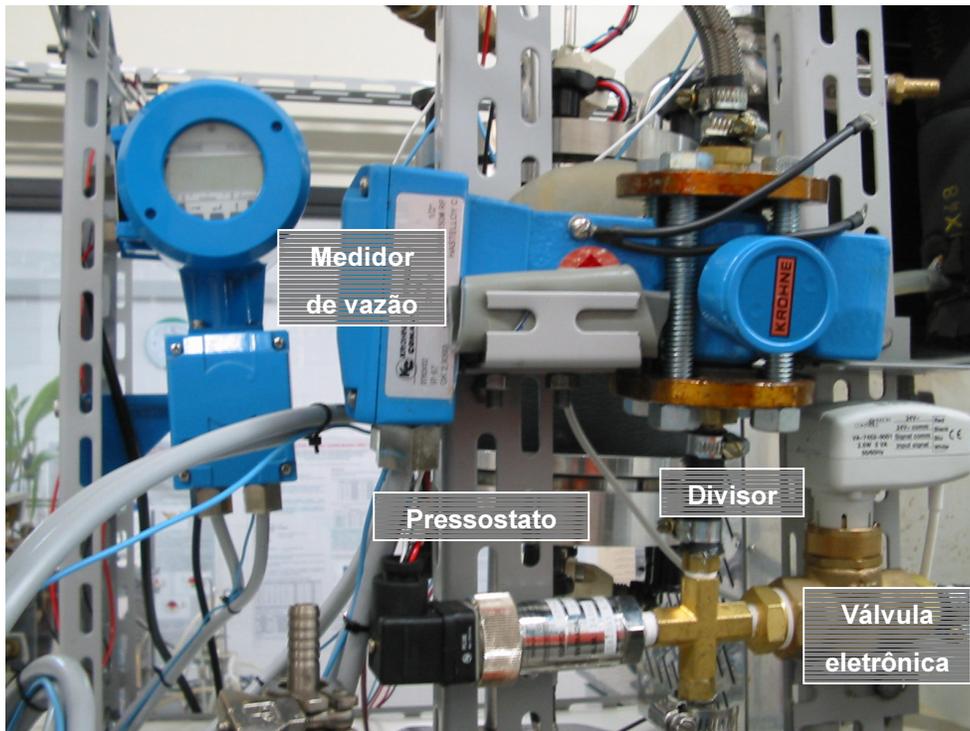


Figura I. 13 – Detalhes da instrumentação realizada na seção de divisão da linha.

Estas ações permitiram um controle mais rigoroso no sistema de divisão de linha, mantendo o processo em condições estáveis sem perturbações no nível do fermentador e no nível do tanque *flash* pelo acionamento do sistema de vácuo.

Após a solução de todos os problemas encontrados e com a base de conhecimento adquirido foi realizada uma fermentação alcoólica contínua, visando alcançar a etapa de extração pelo tanque *flash*.

Neste teste, conseguiu-se operar o *flash* sendo recolhido cerca de 100 mL de solução etanol/água operando com vácuo de cerca de 130 mmHg. Porém, este vácuo não foi suficiente para a extração desejada. Quando aumentado, ocorreu o transbordamento do tanque *flash*, desestabilizando, por conseguinte o sistema fermentativo extrativo.

#### I.4.3.1. TESTE 1 – MEIO COM MELAÇO DE CANA: PROBLEMA DE TRANSBORDAMENTO PELO TANQUE *FLASH*

##### a) PROCESSO

Este teste foi realizado com o objetivo de ser a primeira fermentação. Foi utilizado como meio de fermentação melaço de cana de açúcar diluído em água e o microrganismo foi a levedura *Saccharomyces cerevisiae*.

O processo fermentativo foi dividido em três etapas sendo elas:

- Batelada: o meio fermentativo passava por todos os equipamentos do processo (fermentador, bombas, filtro e *flash*) em condições brandas de pressão e vazão sem nenhuma linha de entrada e saída do sistema. Para o sistema projetado a fase batelada teve uma duração de aproximadamente 3 dias.

- Contínuo: nesta etapa ocorreu a alimentação de substrato e retirada de permeado, realizando a concentração celular por meio de reciclo pelo ultrafiltro, até a obtenção da concentração celular desejada, para então ser ligada a bomba de purga, cuja finalidade foi manter a concentração celular no nível desejado. Estas condições foram mantidas por um período de tempo suficiente para atingir uma condição pseudo-estacionária. Para uma concentração celular de aproximadamente 10 % v/v de células no reator, esta etapa teve duração de aproximadamente 5 a 6 dias.
- Extração *Flash* a Vácuo: Após a realização das etapas anteriores ligou-se a bomba de vácuo do tanque *flash*. Em todos os casos não se conseguiu finalizar esta etapa por problemas que serão apresentados a seguir.

Esta fermentação foi a que se conseguiu chegar mais próximo do processo extrativo *flash* a vácuo. Após a solução dos problemas encontrados e com a base de conhecimento que se adquiriu durante outros testes, esta fermentação chegou na terceira etapa, ou seja, na fase onde foi ligado o vácuo do tanque *flash*, recolhendo cerca de 100 mL de solução etanol/água e operando com vácuo de cerca de 130 mmHg.

Para se ter uma melhor visualização de algumas variáveis monitoradas do processo as Figura I. 14 e Figura I. 15 apresentam o perfil da vazão de alimentação do tanque *flash*, da produção de gás carbônico do processo, do vácuo do tanque *flash* e da pressão do sistema de filtração.

A região compreendida com a letra A representa a fase batelada que ocorreu somente no reator. Logo após o término da produção de CO<sub>2</sub>, foi alimentado mais meio e acionado o sistema de reciclo de forma que a fermentação passou a ocorrer no reator e no sistema de filtração (região B). Com o término da produção de CO<sub>2</sub>, foi alimentado mais meio e a fermentação batelada ocorreu em todo o processo, incluindo reator, bombas helicoidais, filtro e tanque *flash* (região C).

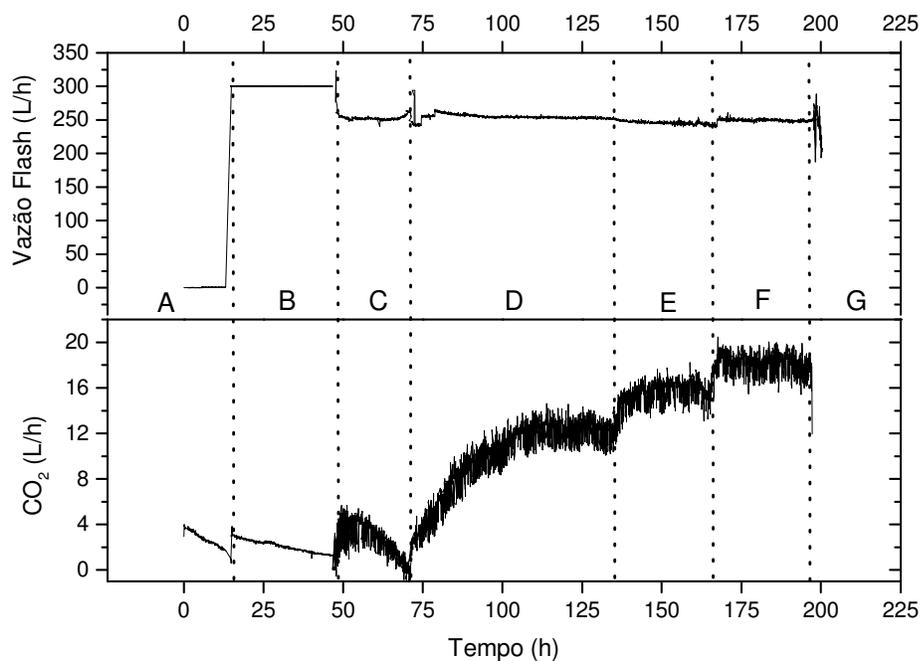


Figura I. 14 – Perfil da vazão de alimentação do tanque *flash* e da produção de CO<sub>2</sub> durante o processo fermentativo.

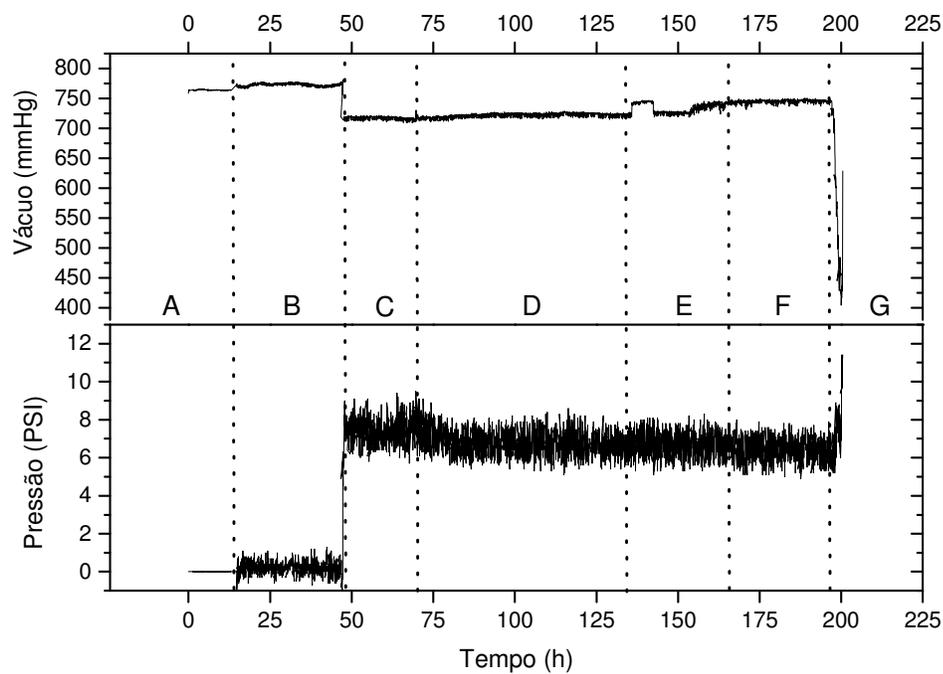


Figura I. 15 – Comportamento do vácuo do tanque *flash* e da pressão do sistema de filtração durante o processo fermentativo.

Com o término da fermentação batelada, foi iniciada a fermentação contínua com uma vazão de alimentação correspondente a 4,25 mL/min ( $D=0,05$ ) e sem purga (região D). Nesta fase, ocorreu uma concentração de biomassa no reator e a vazão de alimentação correspondeu à metade do valor desejado de 8,5 mL/min. Quando a produção de  $\text{CO}_2$  estabilizou-se, a vazão de alimentação foi aumentada para 7 mL/min (região E). Nesta etapa a concentração de biomassa foi de aproximadamente 6 % v/v. Finalmente, a região F representa uma vazão de alimentação de 8,5 mL/min, uma vazão de permeado de 8 mL/min e uma vazão de purga de 0,5 mL/min. A concentração de biomassa no final desta etapa se estabilizou em 14 % v/v e então foi dado início a fase *flash* (região G).

Como dito anteriormente, a fase *flash* recolheu cerca de 100 mL de uma solução etanol/água e, após o transbordamento do *flash*, coletou-se todo o material e mediu-se a concentração de etanol, por índice de refração (solução mais meio). A concentração de etanol foi de aproximadamente 90 g/L enquanto a mesma no reator foi de 80 g/L. No final da fase contínua a concentração de etanol era de 85 g/L. Isso demonstra uma concentração do teor de etanol na saída do tanque *flash*.

#### b) PROBLEMA APRESENTADO

Como dito anteriormente, o vácuo de 130 mmHg não era suficiente para a extração desejada, sendo então aumentado para níveis de 95 mmHg. Isto fez que ocorresse o transbordamento do tanque *flash*, desestabilizando todo o processo.

Antes da parada geral desta fermentação, diversas foram as tentativas de solucionar o problema, como diminuição da vazão no tanque, aumento da rotação da bomba helicoidal que retirava o líquido do tanque *flash* para o fermentador, verificação do funcionamento adequado do controle do sistema de divisão de linha e do tanque *flash*, no entanto nenhuma destas alternativas resultou a estabilidade do processo.

Com isso, esta fermentação foi interrompida, pois a desestabilização acarretou em uma perturbação muito grande no processo devido à perda de cerca de 50 % do volume do sistema.

Numa posterior checagem de todos os elementos do sistema de controle, verificou-se que a bóia nível do tanque *flash* não estava respondendo corretamente, pois mostrava nível baixo mesmo ocorrendo transbordamento pelo *flash*.

Este fato pode ser explicado pela enorme expansão do meio devido à liberação de gás carbônico e pela presença de biomassa e açúcares no caldo fermentativo, formando assim uma emulsão. Com isso, a bóia de nível acusava nível baixo mesmo estando transbordando.

Este fato não foi observado nos testes com a solução etanol/água, pois não havia a formação do gás carbônico no meio e, conseqüentemente, formação de espuma.

### c) SOLUÇÃO ENCONTRADA

Como solução foram testados dois procedimentos para manter o nível constante no tanque *flash*.

O primeiro foi utilizando o controle de nível do fermentador, pois um aumento do nível do tanque *flash* representava uma diminuição do nível do fermentador e vice-versa. No reator, a alimentação de substrato novo, era controlada por uma bóia que detectava a diminuição do nível no mesmo, acionando a bomba de alimentação. Utilizando o nível do reator como referência, com o passar do tempo, o nível do tanque *flash* aumentava ou diminuía devido à diferença de volume bombeado pela purga, pela alimentação e pelo permeado.

O segundo procedimento foi realizado através de alterações no protótipo 3 entre a saída do tanque *flash* e a entrada do sistema de condensação pela colocação de um sistema de pré-condensação com adição de antiespumante.

As alterações realizadas neste segundo procedimento permitiram resolver o problema de transbordamento do tanque *flash* resultando no protótipo 4.

#### **I.4.4 Protótipo-4**

As alterações realizadas no protótipo 4 estão concentradas entre a saída do tanque *flash* e a entrada do condensador *trap*. A Figura I. 16 apresenta um esquema das alterações realizadas em comparação com o processo no protótipo 3 conforme a Figura I. 17.

Para evitar o problema de transbordamento, foi colocado um pré-condensador logo na saída do tanque *flash*. Este pré-condensador teve a finalidade de servir como um tipo de tanque pulmão, que armazenava a espuma formada não a deixando passar para o sistema de condensação *trap*, retornando por gravidade ao tanque *flash*. Além disso, a presença de uma serpentina interna mantinha o sistema na mesma temperatura do tanque *flash* e tinha a função de condensar o vapor que estava acima da condição de equilíbrio etanol/água. Essa condensação evitou que o caldo fermentativo perdesse excesso de água devido à evaporação mantendo a condição de equilíbrio dada pelo vácuo e temperatura do sistema.

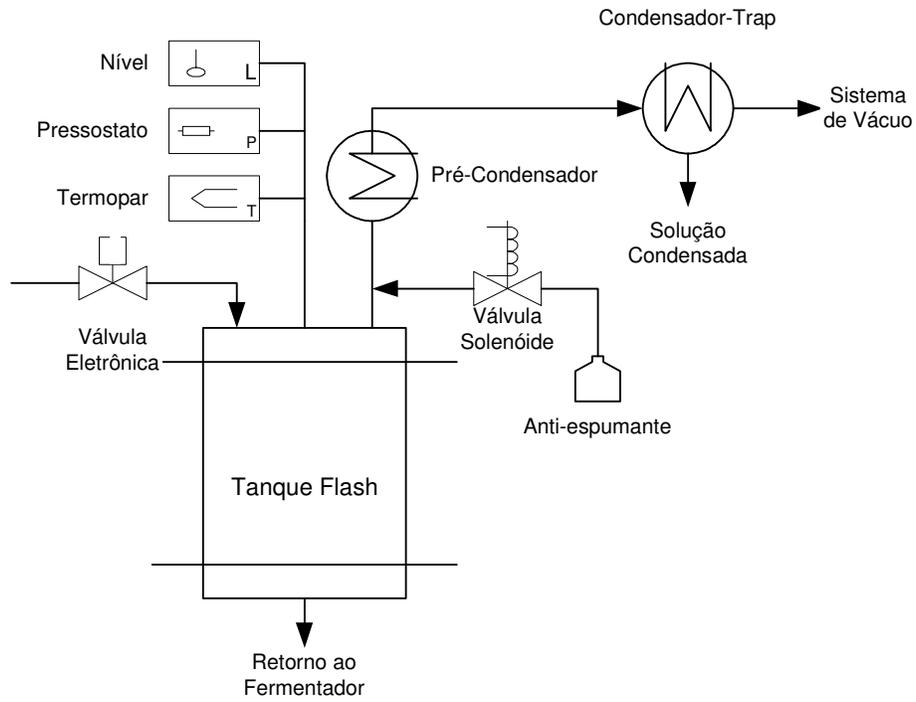


Figura I. 16 – Sistema de pré-condensação e adição de antiespumante.

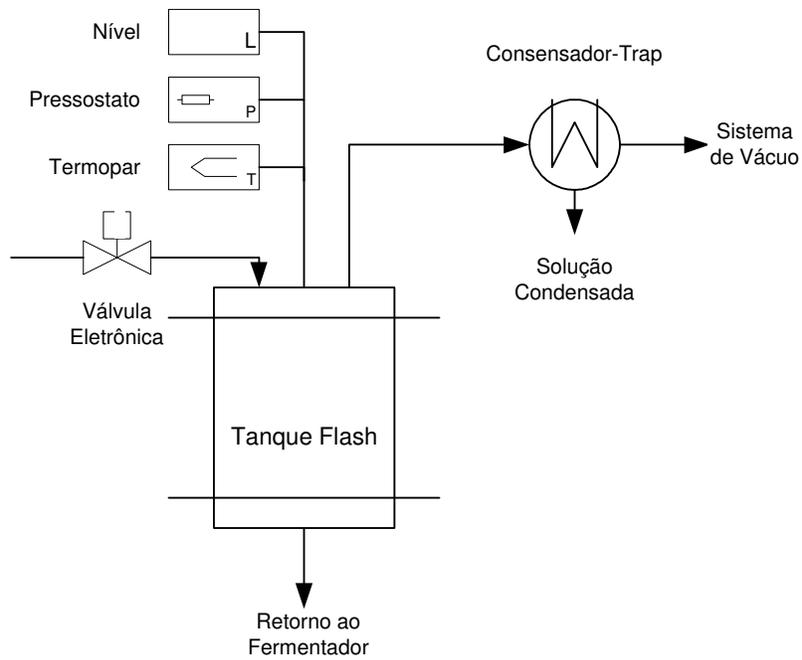


Figura I. 17 – Esquema do Tanque *Flash* e sistema de condensação.

Outra alteração realizada foi a colocação de um mecanismo de adição de antiespumante. Este mecanismo consistiu de uma válvula solenóide e de um reservatório que contendo o reagente. Através de acionamento temporizado controlado pelo programa de supervisão, a válvula solenóide abria por um tempo muito pequeno (20 ms) fazendo que, por diferença de pressão, o antiespumante fosse succionado para o tanque *flash* em quantidade suficiente para quebrar a espuma e a emulsão formada.

Este procedimento resolveu o problema de transbordamento do tanque *flash* e possibilitou um melhor controle do evaporado do mesmo, onde a solução condensada no *trap* foi mais homogênea com o decorrer do tempo.

Assim, o protótipo 4 é apresentado na Figura I. 18. O mesmo foi utilizado para a realização dos testes com o processo fermentativo e para a aquisição dos dados experimentais.

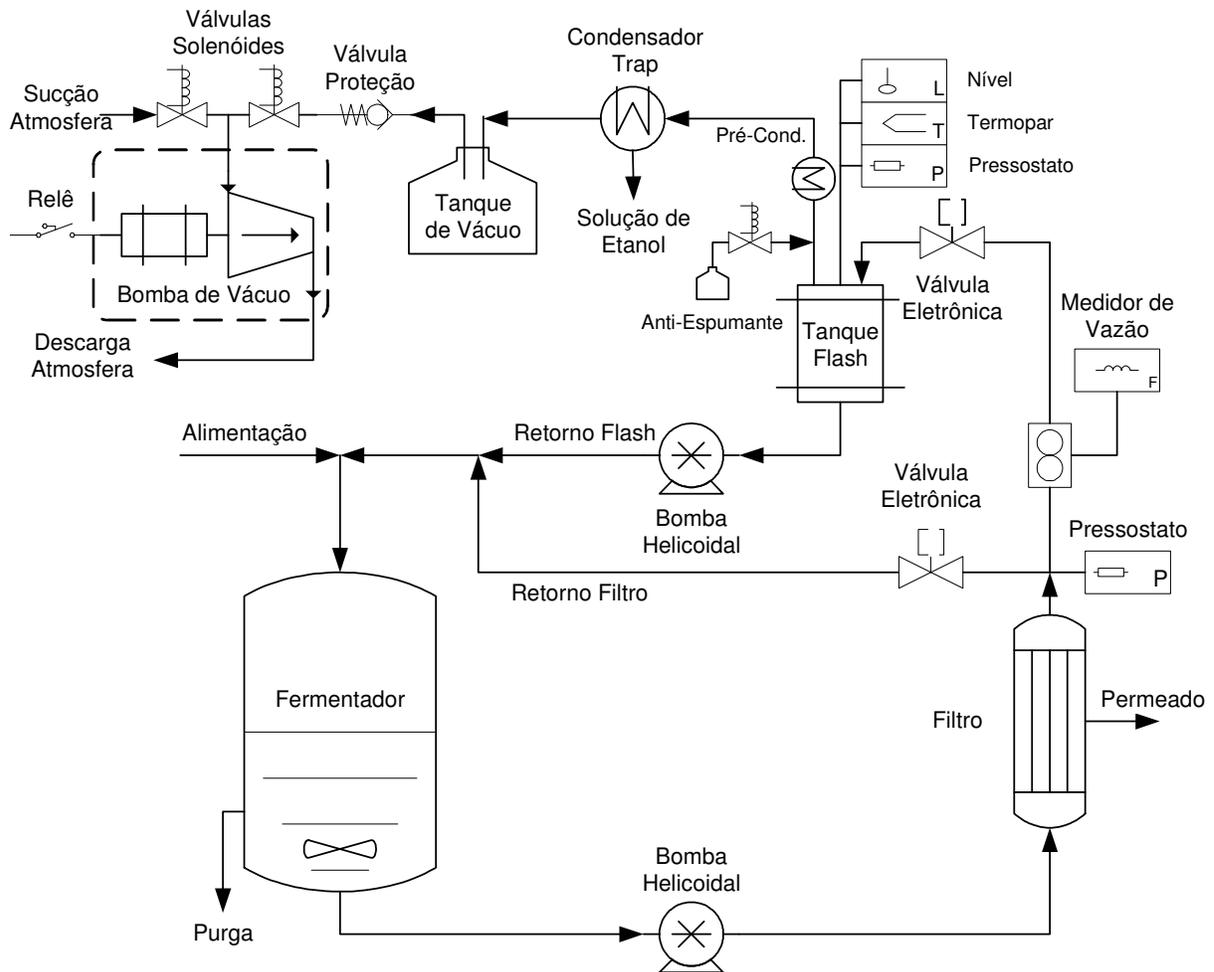


Figura I. 18 – Esquema de montagem do protótipo-4.

A configuração proposta ainda necessita de alguns ajustes pra a melhoria do seu desempenho, mas foi a melhor conseguida com os recursos materiais e financeiros e tempo disponíveis.

#### I.4.4.1. TESTE EXPERIMENTAL COM O PROTÓTIPO-4

Com a colocação do pré-condensador logo na saída do tanque *flash*, cuja finalidade foi servir como tanque pulmão e de condensar o vapor que estava acima da condição de equilíbrio etanol/água, e da implementação do mecanismo de adição de antiespumante, com a finalidade de quebrar a espuma e a emulsão formada, foi realizado um teste experimental com o protótipo-4 conforme dados apresentados na Figura I. 19.

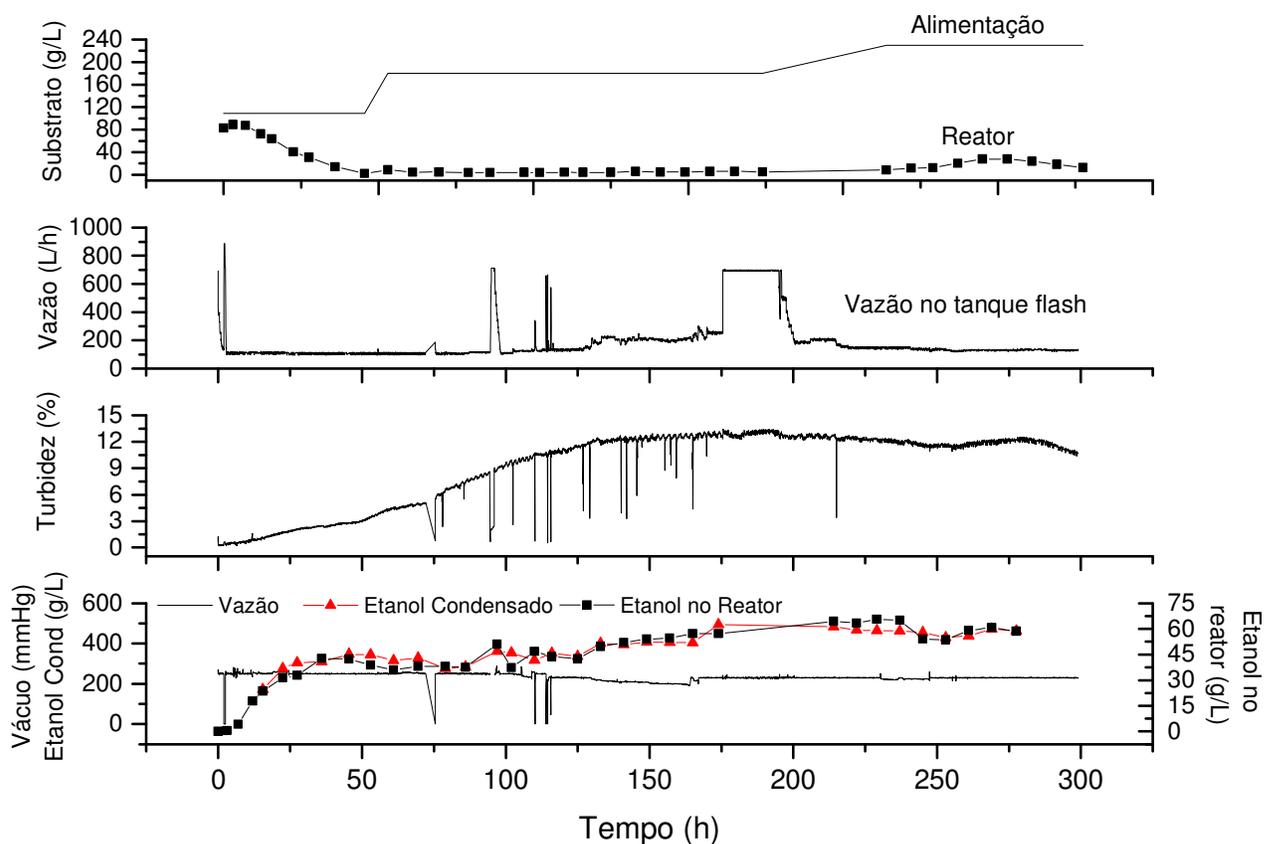


Figura I. 19 – Dados experimentais obtidos do teste com o protótipo-4.

Neste teste, o volume do sistema foi completado com solução de melão de açúcar diluído inicialmente a uma concentração de 180 g/L e então inoculado com a levedura *Saccharomyces cerevisiae*.

O sistema de extração a vácuo foi acionado desde a fase batelada. Nesta primeira etapa, houve o consumo total de substrato monitorado pela leitura de turbidez e logo em seguida foi iniciada a fase contínua com reciclo total de células. Esta fase teve a finalidade de realizar a concentração celular do processo até níveis de aproximadamente 10 % em volume do reator. Quando o volume ocupado pelas células no reator atingiu o patamar desejado, foi acionada a purga do processo e mantido as condições em estado estacionário por três tempos de residência com duração de 10 horas cada.

Após a finalização desta etapa, foi alterada a concentração de substrato na alimentação para 220 g/L e mantida a concentração celular no reator de 10 % do volume do processo e, então, um novo estado estacionário foi alcançado. Neste teste ocorreu a conversão total do substrato quando a alimentação era de 180 g/L e parcial para a alimentação de 220 g/L, sobrando açúcares em concentração inferiores a 30 g/L.

A concentração de etanol no reator permaneceu na fase estacionária entre 50 e 60 g/L e na solução condensada entre 350 e 450 g/L. Com a finalidade de adquirir confiança no processo como um todo, o vácuo do sistema permaneceu em níveis de 200 mmHg, valor este, acima do utilizado nos testes de etanol-água (100 mmHg). Neste contexto ressalta-se a presença dos sólidos solúveis e a composição do melão que promovem a evaporação do etanol em condições de pressão mais branda quando comparado com a solução etanol-água.

Durante a fermentação ocorreram problemas de formação de espuma que foram solucionados de imediato. Com isso o teste serviu para a realização de ajustes finos das variáveis envolvidas e teve a finalidade de fornecer informações sobre o comportamento dinâmico do sistema fermentativo extrativo. Os resultados obtidos no teste do Protótipo-4 motivaram a realização do ensaio fermentativo apresentado e discutido no Capítulo III.

## I.5. Conclusão

Para a montagem e instrumentação do processo fermentativo extrativo foram realizadas diversas alterações no protótipo concebido inicialmente, que possibilitaram o desenvolvimento de ensaios experimentais. Assim, conclui-se que:

A colocação de uma linha de retorno do caldo fermentativo ao fermentador, logo após o sistema de filtração, fez que parte do fluido fosse direcionada para o tanque *flash* e a outra parte retornasse ao fermentador. Com isso, a bomba de circulação operou com vazão suficiente para promover a permeação do caldo pelo sistema de filtração, e a bomba de retorno operou com uma vazão adequada sem que ocorresse problema de cavitação.

A colocação da linha de retorno do caldo fermentativo ao fermentador, por sua vez, necessitou de uma instrumentação adicional através da colocação de medidor de vazão magnético e de válvulas com atuador eletrônico para o controle e o monitoramento da vazão e da pressão do tanque *flash* e do sistema de filtração. Sem esta instrumentação, a operação desta linha durante o processo fermentativo se tornava inoperante ocorrendo transbordamento do caldo fermentativo hora pelo fermentador, hora pelo tanque *flash*.

A bomba de vácuo também necessitou de uma instrumentação adicional através da colocação de válvulas solenóides. Este procedimento fez que a bomba partisse em condições mais brandas, succionando ar da atmosfera para então realizar vácuo no tanque *flash*, succionando ar e gás carbônico. Esta operação necessitou de um acionamento em etapas evitando assim que ocorresse o travamento da bomba de vácuo a partir de um dado nível de vácuo do tanque *flash*.

A adição de antiespumante diretamente no tanque *flash* e a montagem do sistema de pré-condensação possibilitaram a realização de ensaios fermentativos em condições de vácuo próximas aos testes com solução de etanol e água. Esta adição promoveu a quebra da espuma e da emulsão formada no interior do tanque *flash*. O sistema de pré-condensação permitiu a obtenção de condensado mais homogêneo, sem o excesso de vaporização de água do caldo fermentativo.

**CAPÍTULO II. Elaboração das Rotinas de Comunicação, dos Softwares  
Supervisórios e Implementação de Controladores no Processo.**



## II.1. Resumo

Este capítulo aborda a configuração das rotinas de comunicação entre os equipamentos, sensores e atuadores envolvidos no protótipo experimental, bem como a configuração do software supervisor e dos controles implementados em algumas fases do processo. O software supervisor foi montado no programa *LabVIEW* 6.1 que consta de uma ferramenta utilizada tanto para a configuração de equipamentos com sinais analógicos e digitais, para a supervisão e aquisição de dados, quanto para a configuração de controladores a serem implementados no processo. Através de uma interface amigável, foi possível a construção de telas ilustrativas do processo bem como o acompanhamento e aquisição do comportamento das variáveis do processo em tempo real. Este capítulo também detalha a configuração dos controladores citados no primeiro capítulo deste trabalho, cuja necessidade foi verificada durante os ensaios preliminares das versões dos protótipos experimentais. Após a conclusão das rotinas de comunicação, configuração dos controladores, aquisição de dados em tempo real, apresentados neste capítulo, o protótipo experimental ficou apto para iniciar os ensaios experimentais, que são apresentados no terceiro capítulo deste trabalho.

## II.2. Introdução

Segundo Jamal (1994), no passado havia uma enorme discrepância entre os tempos requeridos para a instrumentação de um sistema e para construir um software dedicado a um processo em particular. Atualmente a tecnologia computacional está mudando radicalmente os sistemas de instrumentação oferecendo maior precisão e flexibilidade, sendo o software utilizado a principal chave desta evolução.

Para Natale (2000), os softwares de programação servem de suporte para programadores elaborarem softwares aplicativos para as mais diversas áreas. Dentre os softwares de programação mais conhecidos, pode-se citar Basic, Pascal, Delphi, C++, etc; ditas linguagens de alto nível, que exigem do programador certo grau de conhecimento e poder para utilizá-las.

Moore (1995) cita que os sistemas de aquisição de dados, instrumentação e controle evoluíram de tal modo que atualmente, softwares com linguagens gráficas permitem o desenvolvimento mais rápido de programas além de possuírem velocidades de execução compatíveis com as linguagens mais tradicionais como Pascal ou C. Alguns destes softwares são classificados como softwares de Autoria, ou seja, geram softwares aplicativos, já direcionados para um trabalho em multimídia.

Segundo Moore (1995), nesta nova concepção de software, o *LabVIEW* é um ambiente de programa gráfico, com grande versatilidade e recursos que foi desenvolvido para facilitar a instrumentação, controle, análises e aquisição de dados. Com este software é possível desenvolver programas que se adaptam a um grande número de aplicações na área de otimização, instrumentação e controle.

Atualmente este software encontra-se na versão 7.1, mas a literatura científica mostra que sua utilização vem sendo realizada desde as versões iniciais, como nos trabalhos de Jamal (1994), Rijillart et al. (1994), Moore (1995), Horng (2002) e Rocha & Ferreira (2002). De uma maneira geral, os usuários deste software o consideram uma ferramenta versátil e de fácil compreensão e aplicação e observa-se, através da evolução

das versões, um interesse do fabricante em solucionar as deficiências e dificuldades encontradas pelos usuários.

Segundo Kraub et al. (1999), o *LabVIEW* é um sistema de programação universal, contendo uma interface gráfica (Painel de Controle) e um código de programação gráfica (Diagrama de Blocos). O programa desenvolvido dentro do *LabVIEW* é chamado de VI (*virtual instrument*) e consiste nas janelas do Painel e Diagrama. Os componentes como displays, botões, elementos de controle são posicionados pelo usuário no Painel enquanto os conectores correspondentes aparecem simultaneamente na janela do Diagrama. Funcionando como um editor de circuitos esquematizados, os conectores correspondentes aos elementos posicionados no Painel são ligados a outros elementos como funções, cartões de entrada e saída de sinais e operações matemáticas por meio de linhas conectoras. O grande número de elementos de controle e indicadores torna fácil e prática a construção das interfaces gráficas. Os recursos para implementação de controladores no processo pelo *LabVIEW* são robustos incluindo, além dos *toolboxes* de controladores convencionais como o PID, aplicativos para controles *Fuzzy* e Rede Neural, como observado no trabalho de Horng (2002).

Devido à maior facilidade de aplicação e interface amigável com o usuário, o *LabVIEW* foi o software escolhido para a aquisição e monitoramento de dados, bem como acionamento de equipamentos, supervisão e controle do processo fermentativo proposto neste trabalho.

Dentre os trabalhos que utilizaram o mesmo software, destaca-se na área de processos fermentativos o trabalho de Rocha & Ferreira (2002) que o utilizou para aquisição de dados, e implementação de controladores, via rede *ethernet*, para monitorar a glicose e acetato em sistema FIA, durante fermentação com alta densidade celular utilizando *E.coli* recombinante.

Devido à importância e originalidade deste trabalho, este capítulo aborda com detalhes a configuração do sistema de aquisição de dados, os controles implementados no processo e a construção do supervisor utilizado para monitorar, supervisionar e atuar no processo fermentativo.

Destaca-se, dentro deste contexto, que o sistema foi montado utilizando recursos de rede *ethernet* e que sistemas de segurança foram desenvolvidos de modo a alertar problemas durante a fermentação via mensagens automáticas do tipo *torpedo* (SMS) para um celular cadastrado, bem como permitir o acionamento e tomadas de decisão de qualquer microcomputador ligado à rede *internet* através de um código de acesso.

### **II.3. Material e Métodos**

A elaboração das rotinas de comunicação, dos softwares supervisórios e da implementação de controladores no processo, foi realizada utilizando o software *LabVIEW* 6.1 da *National Instruments*. Os instrumentos e equipamentos utilizados para este propósito são descritos no Capítulo I.

O *LabVIEW* é uma linguagem de programação gráfica baseada em fluxogramas estruturados. Este software permite desenvolver programas que se adaptam a um grande número de aplicações na área de otimização, instrumentação e controle.

#### **II.3.1 Monitoração e Controle de Processos**

A programação em *LabVIEW* não exige um conhecimento muito aprofundado do programador podendo este dedicar mais esforço no processo como um todo.

Este item detalha a configuração e a sintonia dos controladores implementados no processo, citados no Capítulo I deste trabalho, transcritos a seguir:

#### II.3.1.1. CONTROLE DO NÍVEL DO FERMENTADOR

Do tipo liga/desliga, este controle teve como finalidade manter o nível do meio no fermentador constante. A variável manipulada neste caso foi a vazão de alimentação.

#### II.3.1.2. CONTROLE DO NÍVEL DO TANQUE *FLASH*

Neste caso foram implementados dois controladores. O primeiro foi do tipo liga/desliga que, através do acionamento da bomba helicoidal de sucção manteve o nível deste tanque dentro do limite desejado. O segundo controle foi a adição de antiespumante no sistema, em intervalos de tempo definidos pelo operador.

#### II.3.1.3. CONTROLE DO VÁCUO DO TANQUE *FLASH*

Este controle foi implementado através de comandos seqüenciados de acionamento das válvulas solenóides de sucção da atmosfera do processo e da bomba de vácuo do sistema. Teve como objetivo manter o vácuo do sistema mais homogêneo e evitar o travamento da bomba de vácuo.

#### II.3.1.4. CONTROLE DA PRESSÃO DO SISTEMA DE FILTRAÇÃO

O controle da pressão no sistema de filtração tem como finalidade promover a permeação do caldo fermentativo através do filtro. Para este controle, um duplo PID/*feedback* foi implementado no sistema no qual a pressão fornecida por um transmissor de pressão localizado logo após a saída do filtro, na linha de divisão de fluxo, foi a variável de controle, e a vazão da bomba helicoidal de circulação e a abertura da válvula de retorno ao fermentador foram as variáveis manipuladas. A sintonia dos parâmetros do PID foi realizada conforme metodologia proposta por Aström & Hägglund

(1984) que consiste em obter uma oscilação sustentada em torno de um valor de referência.

#### II.3.1.5. CONTROLE DA VAZÃO DE ENTRADA NO TANQUE *FLASH*

Neste caso, um controle PID/*feedback* do tipo duplo SISO foi implementado para manter a vazão de entrada do tanque *flash* constante. Neste controle, a vazão de entrada fornecida por um medidor de vazão magnético foi a variável controlada enquanto que duas foram as variáveis manipuladas: a abertura da válvula de entrada do tanque *flash* e a rotação da bomba helicoidal de entrada. A sintonia dos parâmetros do PID também foi realizada conforme metodologia proposta por Aström & Hägglund (1984).

### II.3.2 Interfaces Homem Máquina

A construção de uma IHM no *LabVIEW* é realizada pela inserção de chaves de comandos, botões e displays no painel de controle. Para exemplificar esta construção, a Figura II. 1 apresenta o painel de controle de um programa desenvolvido em *LabVIEW* para monitoração e controle de um fermentador BioFlo 3000. Neste caso, o painel de controle é também conhecido como a Interface Homem Máquina (IHM) e foi montado de acordo com as necessidades dos usuários do Laboratório de Engenharia de Bioprocessos. Nesta interface são modificadas as condições operacionais e são monitoradas as variáveis do processo.

O Diagrama de Blocos correspondente à IHM exemplificada anteriormente é apresentada na Figura II. 2. Neste diagrama, os dispositivos colocados no painel de controle são ligados dentro de uma estrutura de programação gráfica em fluxogramas estruturados.

No item II.4.2 Interfaces Homem Máquina (IHM) são apresentadas as interfaces construídas para este processo fermentativo extrativo à vácuo.

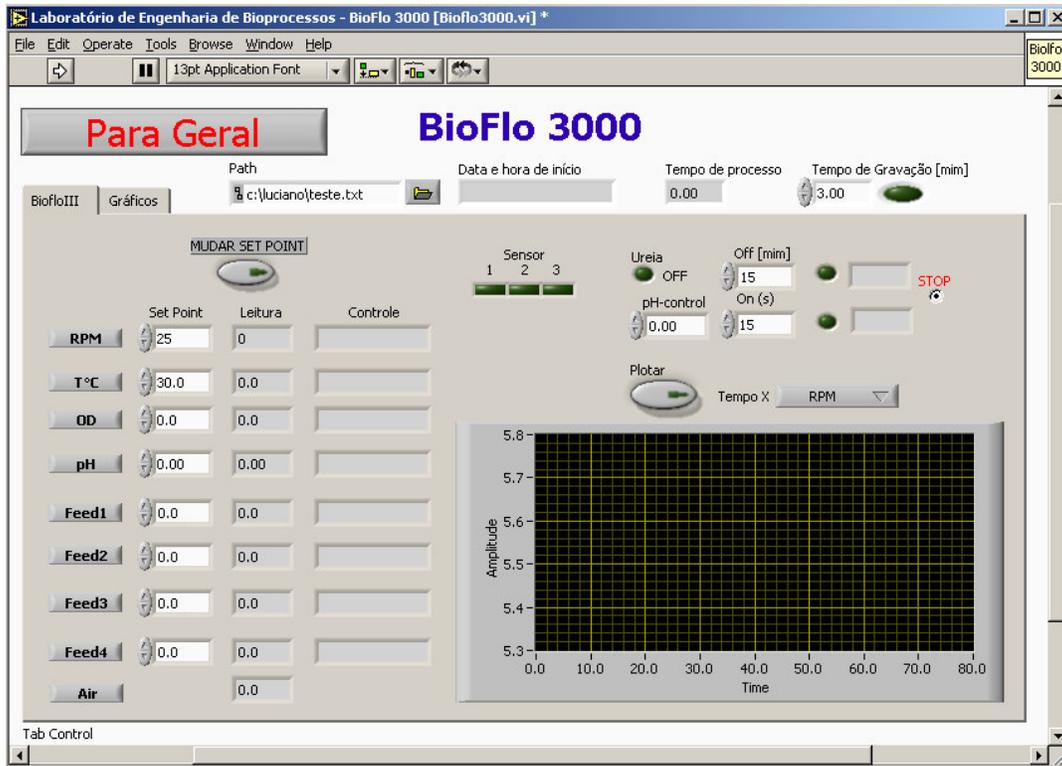


Figura II. 1 – Painel de Controle (Interface Homem Máquina)

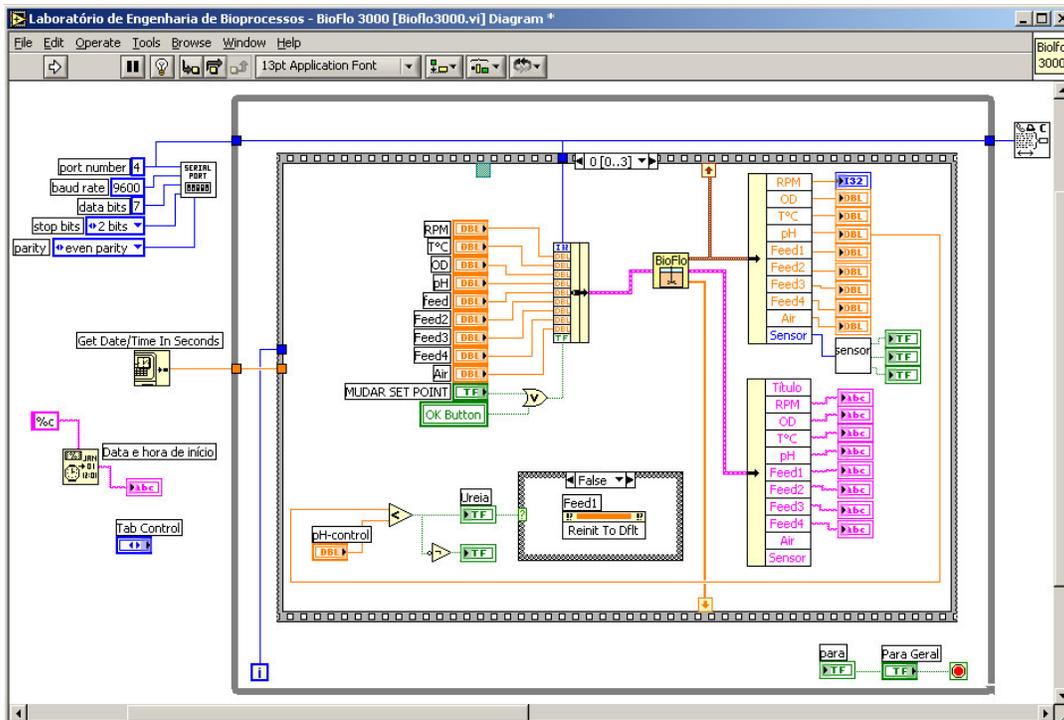


Figura II. 2 – Diagrama de Blocos (Programação)

## II.4. Resultados e Discussão

### II.4.1 Monitoração e Controle do Processo

#### II.4.1.1. CONTROLE DE NÍVEL DO FERMENTADOR

O controle de nível do fermentador foi realizado através de uma bóia chaveadora que aciona a bomba de alimentação de meio de fermentação. Quando o nível encontrava-se baixo, e permanecia nesta condição por um determinado tempo, definido pelo operador, a bomba peristáltica de alimentação era acionada e adicionava um volume pré-determinado a uma vazão um pouco superior a vazão da bomba de permeado e de purga do processo.

Com isso, o nível do fermentador permaneceu praticamente constante. A bomba de permeado e de purga funcionaram continuamente e eram responsáveis pela manutenção da taxa de diluição ou tempo de residência do processo.

#### II.4.1.2. CONTROLE DE NÍVEL NO TANQUE *FLASH*

O controle de nível do fermentador foi realizado conforme o esquema apresentado na Figura II. 3. Para controlar o nível do tanque *flash*, foi manipulada a vazão da bomba helicoidal de sucção.

O único dispositivo que dava informações sobre o nível do tanque *flash* era uma bóia chaveadora que fechava o contato quando o nível estava alto e abria quando o nível estava baixo. Com isso, não era possível saber o nível exato no interior do tanque *flash*. A única informação disponível era o momento em que o nível passava pelo máximo ou pelo mínimo.

Para manter o nível constante, pelo menos numa pequena faixa de variação, foi proposto um esquema de controle onde a rotação da bomba de sucção variava

percentualmente em torno de uma condição padrão (*set-point*) até atingir os limites de máxima e mínima rotação permitidos.

A bóia de nível foi utilizada como variável de controle fornecendo um sinal de verdadeiro (nível alto) e falso (nível baixo) e a rotação da bomba de sucção foi a variável manipulada. As variáveis de entrada foram:

- *Set-Point* (SP): velocidade de rotação da bomba e conseqüentemente vazão de sucção desejada;
- Amplitude: condições de máxima e mínima rotação (+/-DP);
- Variação: definida como uma porcentagem de variação de aumento ou diminuição da rotação da bomba de modo a manter o nível entre o limite de máximo e o mínimo. Dependendo da porcentagem aplicada, a variação da rotação da bomba se aproxima de um perfil degrau (variação maior que 30 %), triangular (variação entre 10 e 30 %) e senoidal (variação menor que 10 %).

A Figura II. 4 apresenta o fluxograma de controle do nível do tanque *flash*. A rotação da bomba de vácuo aumenta, até atingir o limite superior, a medida que o nível se encontra alto. Este aumento de rotação tem a finalidade de aumentar a retirada de líquido do tanque *flash* visto que a vazão da entrada é constante. Quando o nível se encontra baixo, a rotação da bomba helicoidal diminui, até o limite inferior de rotação, fazendo que o nível do tanque aumente. Este procedimento era realizado continuamente durante todo o processo fermentativo.

A adição de antiespumante teve a finalidade de quebrar a espuma e a emulsão formada durante o processo fermentativo. Esta adição era realizada freqüentemente pelo acionamento da válvula solenóide por um tempo de aproximadamente 0,2 segundo e independentemente do estado da bóia de nível. Quando a concentração de biomassa atingia valores próximos a 5 % v/v, esta adição se tornava necessária.

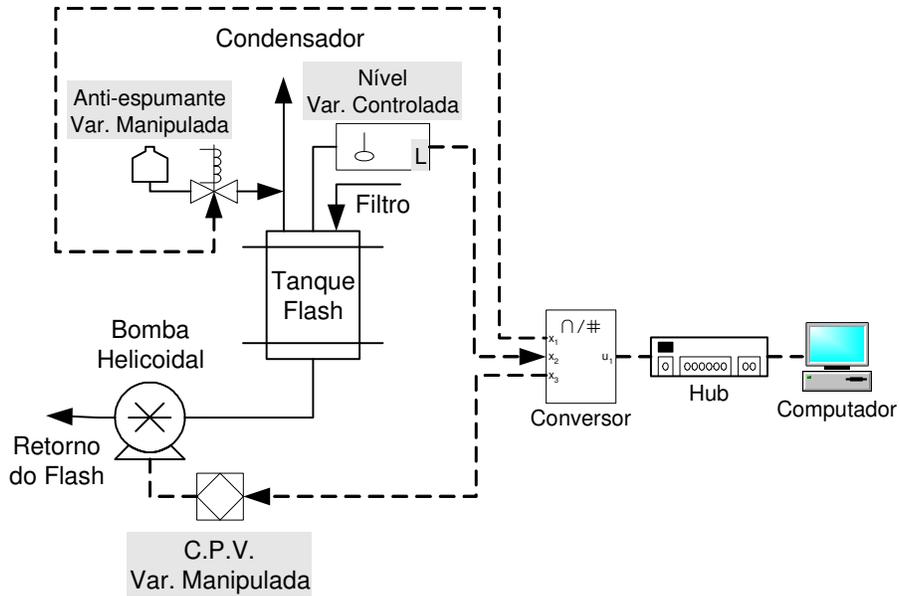


Figura II. 3 – Variáveis controladas e manipuladas para o controle do nível do tanque *flash*.

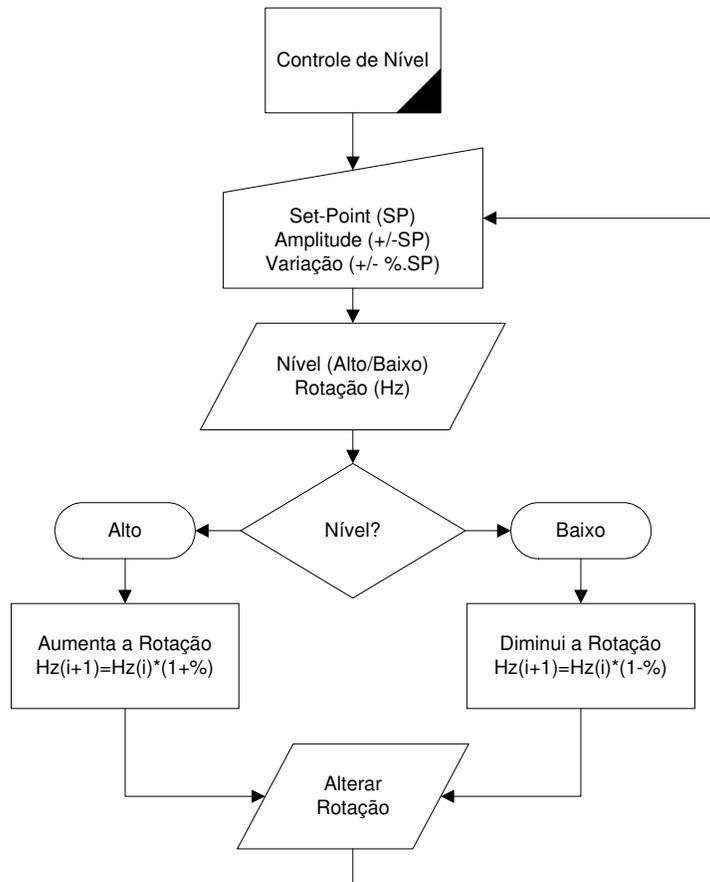


Figura II. 4 – Fluxograma de controle do nível do tanque *flash*.

### II.4.1.3. CONTROLE DO VÁCUO DO TANQUE FLASH

A Figura II. 5 apresenta o esquema de controle de vácuo do tanque *flash*. Para esta finalidade, a medida de vácuo fornecida pelo transmissor de pressão do tanque *flash* foi a variável controlada e as variáveis manipuladas foram as válvulas solenóides, de sucção da atmosfera e de sucção do processo, e o relê de acionamento da bomba de vácuo.

Conforme apresentado no item I.4.2.1.c) (Solução Encontrada) do capítulo I As válvulas solenóides são acionadas através de relês (24 VDC) de modo sincronizado e com intervalo de 1 segundo entre uma ação e outra.

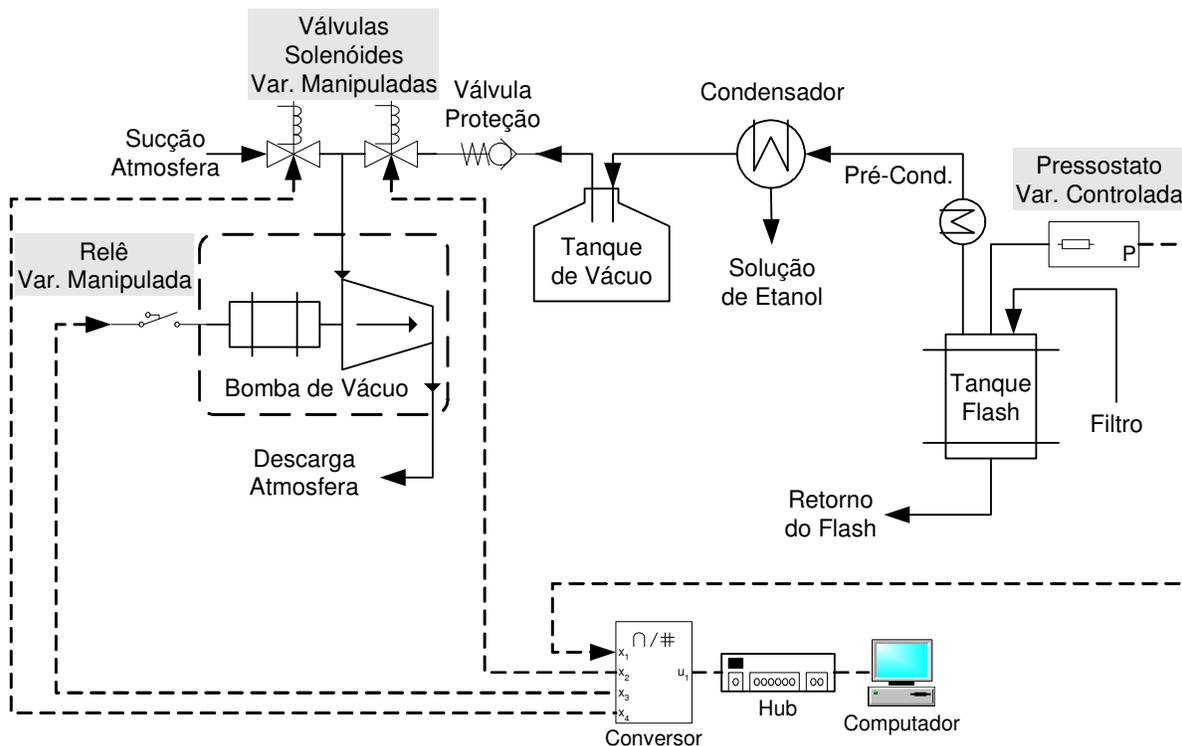


Figura II. 5 – Variáveis controladas e manipuladas para o controle do nível do tanque *flash*

A Figura II. 6 apresenta o fluxograma de controle e acionamento do sistema de vácuo. No início, o conjunto bomba de vácuo e das válvulas solenóides está desligado. Quando o vácuo do sistema ultrapassa o limite superior fixado, ocorre o acionamento da

bomba de vácuo que succiona ar da atmosfera. Após um segundo, a válvula solenóide de sucção da atmosfera é fechada, ocorrendo assim, o vácuo no compartimento da bomba. No próximo segundo, ocorre a abertura da válvula solenóide de sucção do tanque *flash* até que o vácuo do sistema passe pelo limite inferior.

O desligamento ocorre de modo inverso, desligando primeiramente a válvula solenóide de sucção do *flash*, no próximo segundo, ocorre o desligamento da válvula de sucção de atmosfera deixando-a aberta. Com isso o compartimento da bomba de vácuo fica à pressão atmosférica e logo em seguida ocorre o desligamento da bomba de vácuo, terminando assim, um ciclo de operação.

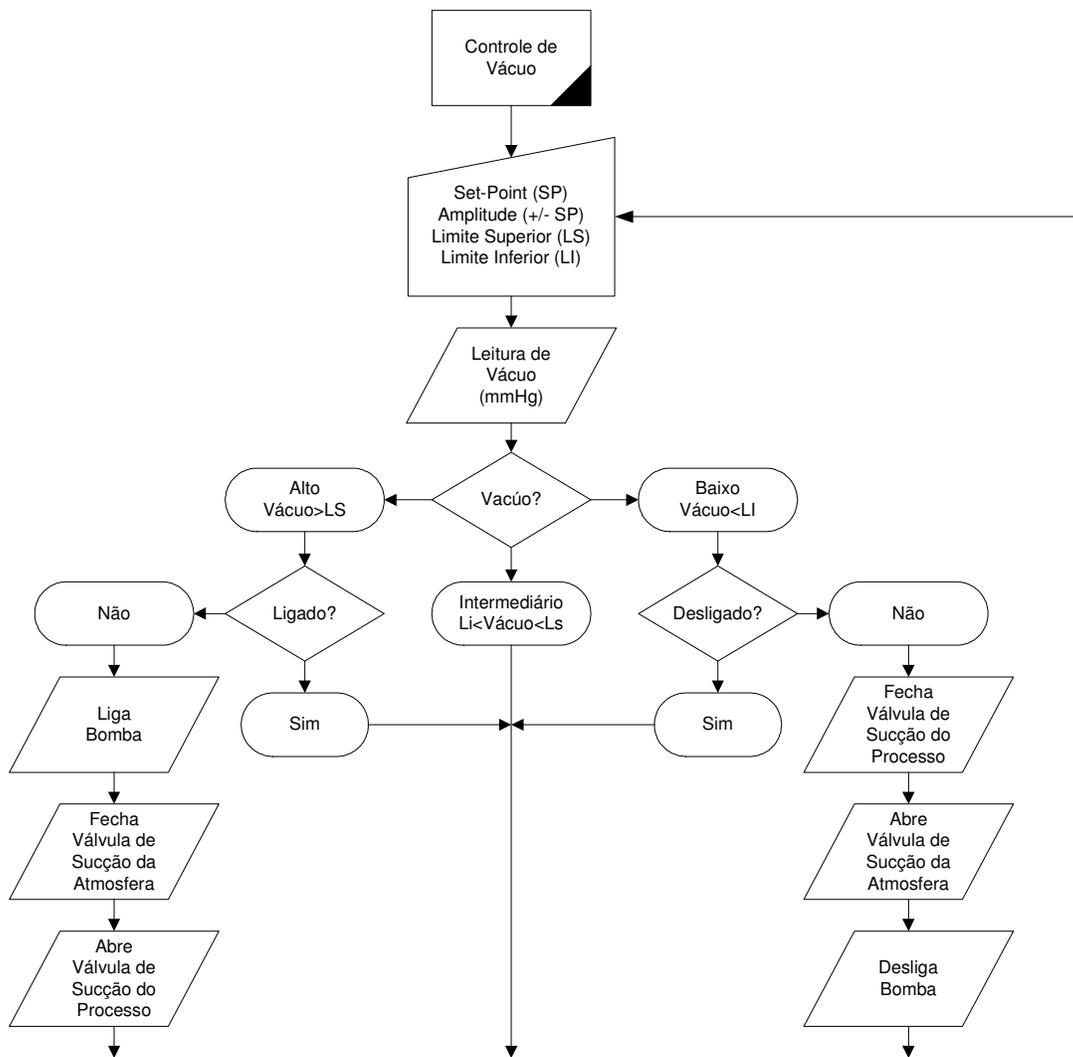


Figura II. 6 – Fluxograma de controle e acionamento do sistema de vácuo.

#### II.4.1.4. CONTROLE DA PRESSÃO DO SISTEMA DE FILTRAÇÃO

A Figura II. 7 apresenta o esquema de controle da pressão do sistema de filtração. A pressão fornecida por um transmissor de pressão localizado logo após a saída do filtro, na linha de divisão de fluxo, foi variável de controle, e as variáveis manipuladas foram: a vazão da bomba helicoidal de circulação e a abertura da válvula de retorno ao fermentador.

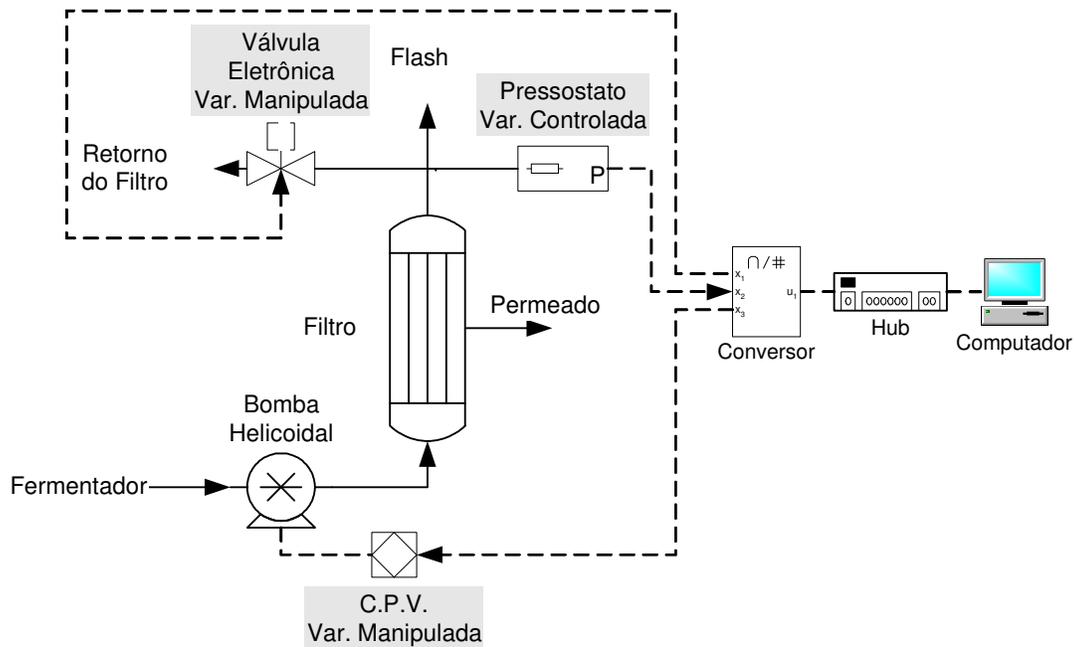


Figura II. 7 – Variáveis controladas e manipulada para o controle da pressão do sistema de filtração.

O controle da pressão no sistema de filtração é importante para promover a permeação do caldo fermentativo através do filtro. Sem este aumento de pressão entre o fermentador e o filtro e uma vazão elevada não é possível promover esta filtração aumentando o tempo de residência no sistema e conseqüentemente diminuindo a produtividade do processo.

A princípio, o controle da pressão seria realizado somente pelo ajuste da abertura da válvula, com atuador eletrônico, na saída do sistema de filtração. Porém, isto não foi possível devido ao fato desta válvula apresentar um corpo com diâmetro da linha

de entrada de ¾", super dimensionado para a linha e vazão onde está localizada, impossibilitando assim, seu ajuste fino. Existe uma certa deficiência no mercado de instrumentos de controle para equipamentos de bancada, como válvulas, com atuador eletrônico, de diâmetro menor.

A variação da abertura da válvula de saída do sistema de filtração e da rotação da bomba helicoidal foi realizada através de um controlador PID *feedback* do tipo duplo SISO (*single input single output* – entrada e saída simples), embora o ideal fosse um controlador do tipo SIMO (*single input multiple output* – entrada simples e múltiplas saídas). Esta escolha facilitou bastante a implementação do controlador.

O controle da pressão do sistema de filtração interfere na vazão de entrada do tanque *flash* e o inverso, também é observado. Para minimizar este problema, o controle PID foi realizado somente na válvula de retorno ao fermentador sendo os parâmetros do controlador ajustados conforme a vazão da bomba de circulação que foi utilizada no controle da vazão de entrada do tanque *flash*.

#### a) SINTONIA DO CONTROLADOR PID

O controle de pressão foi realizado através da válvula que controlava o fluxo do líquido de retorno. Neste caso a bomba helicoidal bombeava o caldo de fermentação através do sistema de filtração e parte deste líquido retornava ao fermentador sem passar pelo tanque *flash*. Foi importante manter uma pressão elevada para que o líquido pudesse permear pela membrana do filtro e essa pressão foi conseguida pela operação da válvula. Quanto mais fechada, maior a pressão do sistema. O sistema foi submetido a pressões de até 40 PSI sem que houvesse problemas de vazamento e rompimentos de tubulações, porém pressão acima de 5 PSI já foi o suficiente para ocorrer uma boa permeação do processo de filtração durante o início do processo contínuo.

A Figura II. 8 apresenta uma das curvas de oscilação sustentada do processo onde a variável manipulada foi a tensão fornecida para a abertura válvula (0 V -Totalmente fechada; 10 V -Totalmente aberta) e a variável de processo foi a

pressão do sistema de filtração. Esta figura apresenta o ensaio da Tabela II.1 no qual a tensão da bomba helicoidal foi mantida em 8 V e a variação imposta na válvula foi de 2 a 4 V (20 % e 40 % de abertura). Todas as oscilações realizadas nesta tabela foram impostas após estabilização do estado estacionário com abertura da válvula na posição de 30 %.

A amplitude da variável manipulada (abertura da válvula,  $h$ ) e a os valores encontrados para a oscilação da variável do processo (pressão do sistema,  $l$ ), freqüência critica de oscilação ( $P_{cr}$ ) e ganho crítico ( $K_{cr}$ ) são apresentadas nas Tabela II. 1 a Tabela II. 3. Nestas tabelas é possível observar que os parâmetros  $\tau_i$  e  $\tau_d$ , permanecem constantes durante todos os ajustes, devido ao tempo de imposição das perturbações ser o mesmo, e que os valores da variável proporcional diminui com o aumento da vazão da bomba helicoidal.

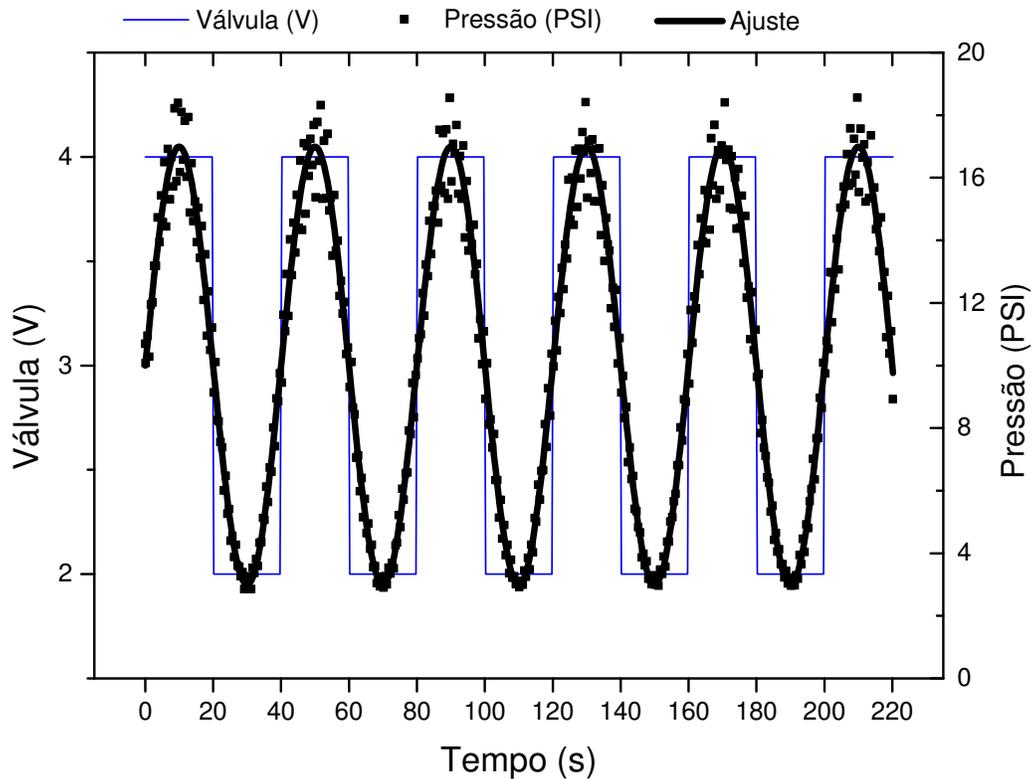


Figura II. 8 – Curva com oscilação sustentada da pressão do sistema fermentativo.

Tabela II. 1– Parâmetros do controlador PID estimados para abertura da válvula de 2 a 4 Volts para tensões da bomba helicoidal de 4 a 10 V.

Parâmetros	Tensão da bomba helicoidal (V)						
	4	5	6	7	8	9	10
I (PSI)	1,292	2,227	3,472	5,059	7,009	9,374	12,126
h (Volts)	2	2	2	2	2	2	2
P <sub>cr</sub> (s)	0,666	0,666	0,666	0,666	0,666	0,666	0,666
K <sub>cr</sub> (Volts/PSI)	1,972	1,143	0,733	0,503	0,363	0,272	0,210
K <sub>c</sub> (Volts/PSI)	1,183	0,686	0,440	0,302	0,218	0,163	0,126
$\tau_i$ (s)	0,333	0,333	0,333	0,333	0,333	0,333	0,333
$\tau_d$ (s)	0,083	0,083	0,083	0,083	0,083	0,083	0,083

Tabela II. 2– Parâmetros do controlador PID estimados para abertura de válvula de 4 a 6 Volts para tensões da bomba helicoidal de 4 a 10 V.

Parâmetros	Tensão da bomba helicoidal (V)						
	4	5	6	7	8	9	10
I (PSI)	0,374	0,663	1,059	1,574	2,218	3,002	3,928
h (Volts)	2	2	2	2	2	2	2
P <sub>cr</sub> (s)	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
K <sub>cr</sub> (Volts/PSI)	6,815	3,842	2,405	1,618	1,148	0,848	0,648
K <sub>c</sub> (Volts/PSI)	4,089	2,305	1,443	0,971	0,689	0,509	0,389
$\tau_i$ (s)	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500	0,500
$\tau_d$ (s)	0,125	0,125	0,125	0,125	0,125	0,125	0,125

Tabela II. 3– Parâmetros do controlador PID estimados para abertura de válvula de 6 a 8 Volts para tensões da bomba helicoidal de 4 a 10 V.

Parâmetros	Tensão da bomba helicoidal (V)						
	4	5	6	7	8	9	10
I (PSI)	0,107	0,196	0,320	0,485	0,695	0,954	1,267
h (Volts)	2	2	2	2	2	2	2
P <sub>cr</sub> (s)	0,666	0,666	0,666	0,666	0,666	0,666	0,666
K <sub>cr</sub> (Volts/PSI)	23,693	12,993	7,953	5,252	3,665	2,670	2,010
K <sub>c</sub> (Volts/PSI)	14,216	7,796	4,772	3,151	2,199	1,602	1,206
$\tau_i$ (s)	0,333	0,333	0,333	0,333	0,333	0,333	0,333
$\tau_d$ (s)	0,083	0,083	0,083	0,083	0,083	0,083	0,083

A Figura II. 9 apresenta a variação da constante proporcional (Kc) em função da tensão da abertura de válvula e da tensão de alimentação do variador de frequência (controlador programável de velocidade). Nesta figura observa-se que o valor de Kc diminui com o aumento da rotação da bomba helicoidal e com o fechamento da válvula de retorno ao fermentador. Todos aos ajustes encontrados apresentaram elevados coeficientes de correlação quando ajustado a uma função de potência.

Com os parâmetros ajustados do controlador PID foram realizados testes para verificar a sua eficiência. A leitura da pressão do sistema sofre muita oscilação devido à própria perturbação causada pela bomba helicoidal de circulação pelo sistema de filtração e também pela vazão do tanque *flash*. Além destes fatos, adiciona-se o problema do super dimensionamento da válvula, citado anteriormente, que foi adquirida por orientação do fabricante e na prática necessitaria de uma de diâmetro menor.

De um modo geral, os valores encontrados controlaram satisfatoriamente o processo, porém exigiram um grande trabalho da válvula que atuava continuamente. Para

minimizar este problema, durante os testes foi diminuído o valor da constante  $K_c$  em 10 vezes, mantendo-se mesmo assim o processo em condições de pressão desejada com uma diminuição considerada da oscilação do atuador (válvula).

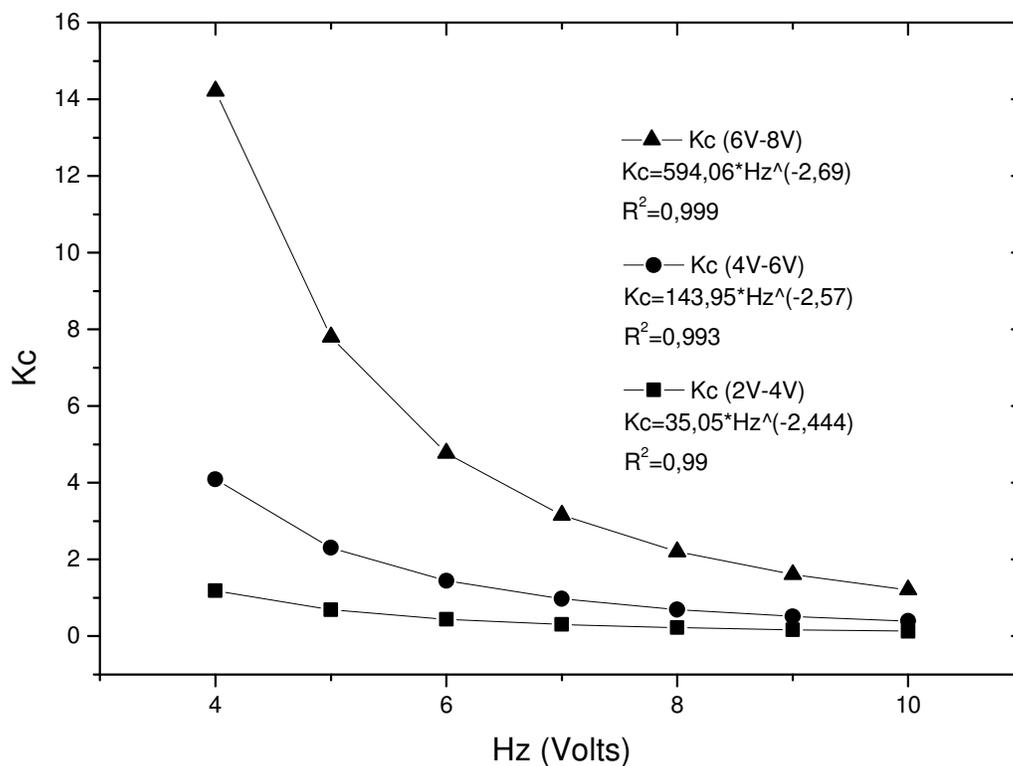


Figura II. 9 – Variação de constante proporcional ( $K_c$ ) em função da abertura da válvula e da rotação da bomba helicoidal.

As condições mais usadas no processo fermentativo é o de abertura de válvula com tensão de 2 a 4 volts.

A Figura II. 10 apresenta os dados adquiridos durante um processo fermentativo. Verifica-se que a pressão oscila em torno do *set-point* durante mais de 5 horas de processo sendo os dados adquiridos a cada 3 minutos.

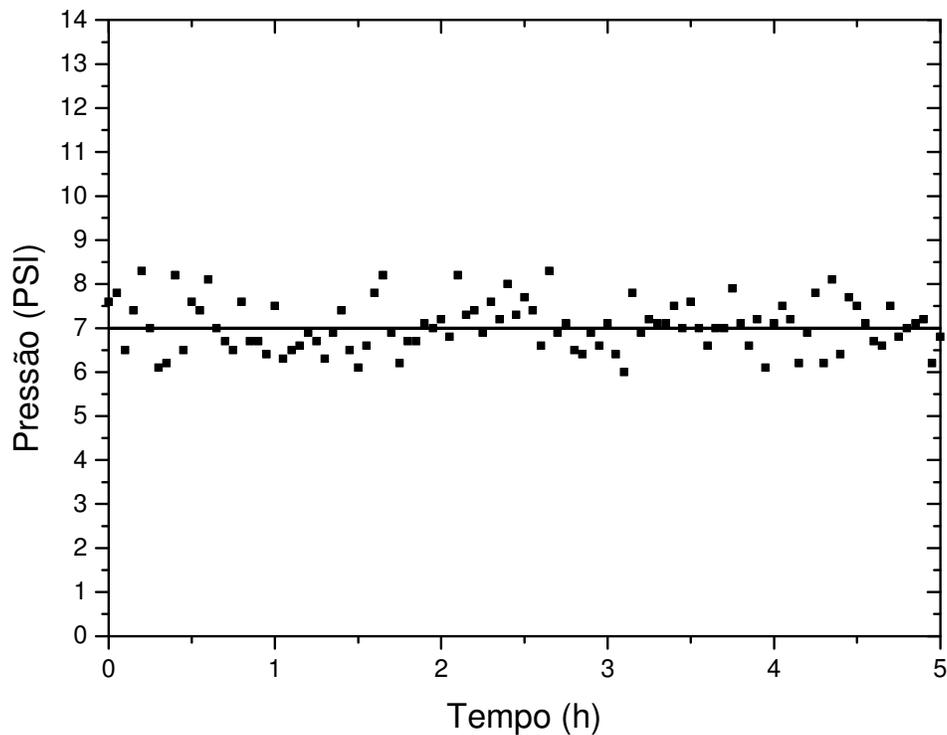


Figura II. 10 – Perfil de flutuação da pressão durante parte do processo fermentativo.

#### II.4.1.5. CONTROLE DA VAZÃO DE ENTRADA NO TANQUE *FLASH*

O controle da vazão de entrada do tanque *flash* foi realizado conforme o esquema apresentado na Figura II. 11. Para este propósito, a medida da vazão foi a variável controlada, fornecida por um medidor de vazão magnético, localizado entre o tanque *flash* e a saída do sistema de filtração. As variáveis manipuladas foram: a abertura da válvula de entrada do tanque *flash* e a rotação da bomba helicoidal de circulação do processo.

Como aconteceu no controle da pressão do sistema de filtração, a princípio a vazão seria controlada somente pelo ajuste da abertura da válvula, com atuador eletrônico, na entrada do tanque *flash*. Porém isto não foi possível devido ao super dimensionamento desta válvula para a linha e vazão onde está localizada. O ajuste fino

do controle da vazão foi realizado com a variação da rotação da bomba helicoidal de circulação.

Assim sendo, com esta válvula, a sensibilidade da abertura em relação à vazão era baixa. Para o controle de uma vazão de entrada do tanque *flash* de aproximadamente 230 L/h com vácuo de 120 mmHg a válvula operava com 14 % de abertura. Quando a válvula estava posicionada com 15 % de abertura, a vazão passava para cerca de 300 L/h e quando posicionada para 13 % de abertura, a vazão diminuía para 190 L/h. Para minimizar esta oscilação, foi realizado um ajuste fino da vazão de entrada do tanque *flash* através da variação de rotação da bomba helicoidal de circulação.

A variação da abertura da válvula de entrada do tanque *flash* e da rotação da bomba helicoidal foi realizada através de um controlador PID *feedback* do tipo SISO.

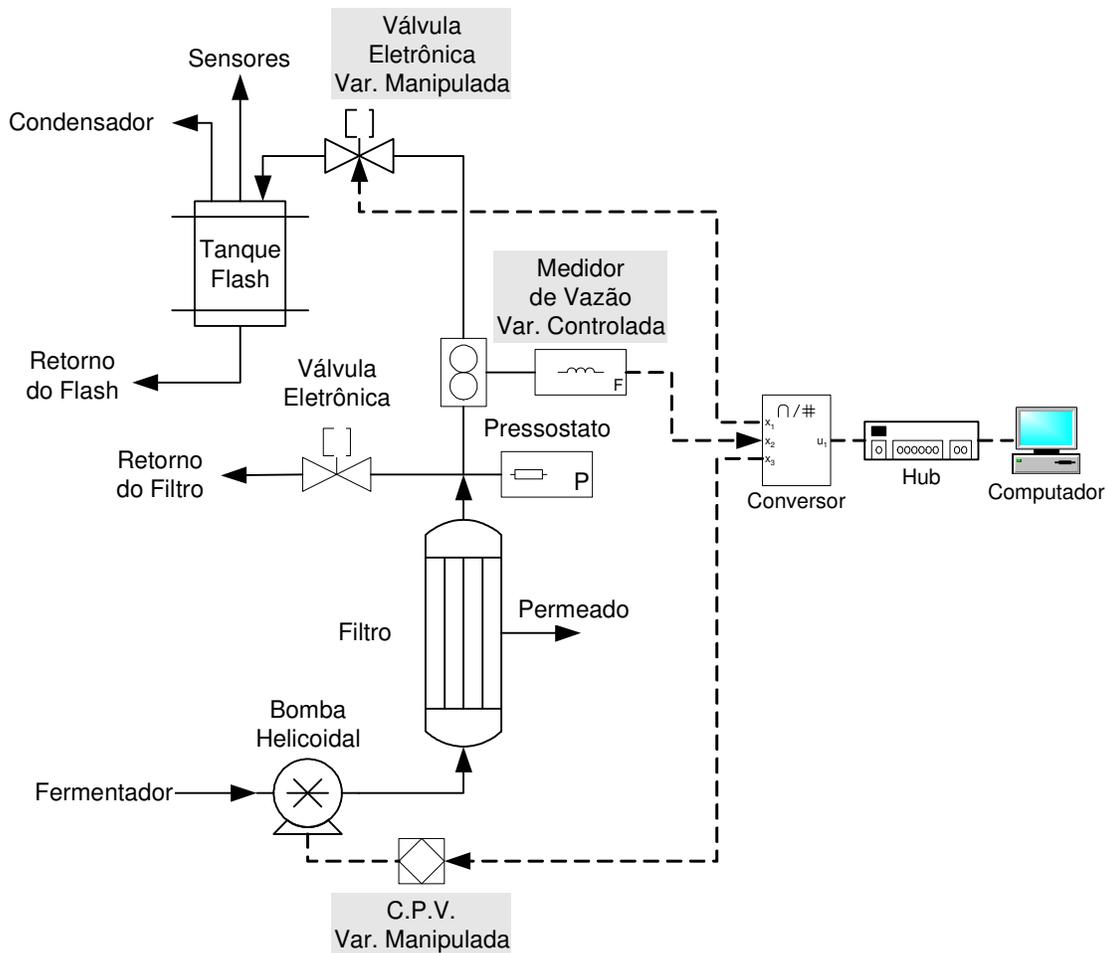


Figura II. 11 – Variáveis controladas e manipulada para o controle da vazão da entrada do tanque *flash*.

#### a) SINTONIA DO CONTROLADOR PID

Para controlar a vazão do caldo fermentativo através do tanque *flash*, foi utilizada uma válvula com atuador eletrônico na entrada do tanque e a bomba de circulação do processo. A vazão que passa por esta válvula sofre grande influência da pressão do sistema de filtração, da abertura da válvula de retorno e do vácuo do tanque *flash*, por isso, não foi possível encontrar uma condição adequada pela metodologia proposta na literatura para o ajuste do parâmetro do controlador PID.

O controle em questão foi realizado com parâmetros obtidos pelo próprio software em uma rotina de auto-sintonia, já que não foi possível manter uma oscilação sustentada com a pressão constante e a vazão adequada.

As condições utilizadas para o controle de vazão no tanque *flash* são apresentadas na Tabela II. 4 onde o ganho proporcional é constante para a faixa de vazão da bomba helicoidal para tensão de alimentação de 6 a 8 volts.

Tabela II. 4– Parâmetros dos controladores PID para a vazão no tanque *flash*.

Parâmetros	Válvula	Bomba
$K_c$ (Volts/L/h)	0,001	0,02
$\tau_i$ (s)	0,5	0,5
$\tau_d$ (s)	0,0125	0,0125

#### II.4.2 Interfaces Homem Máquina (IHM)

As interfaces de controle Homem Máquina foram programadas utilizando o software *LabVIEW* conforme as lógicas apresentadas anteriormente para o controle de nível do fermentador e do tanque *flash*, vácuo e da vazão de entrada do tanque *flash* e a pressão do sistema de filtração. Porém, outras lógicas também foram utilizadas de modo simples e direto e serão descritas em cada IHM.

Estas interfaces estão divididas em diversas pastas de monitoração e controle de uma determinada variável do processo e de uma parte superior, sempre visível.

Nesta parte superior o operador fornece o nome e a localização do arquivo onde serão registradas as informações de todas as variáveis do processo bem como o tempo em que elas serão gravadas. Também é possível verificar o dia e a hora de partida, bem como o tempo total do experimento. Na parte superior é informada a condição atual da rede elétrica através do equipamento de proteção (*No-Break*) e caso ocorra uma falha, esta é indicada imediatamente ao operador.

As telas construídas (IHM) são apresentadas a seguir.

#### II.4.2.1. CONTROLE GERAL

A Figura II. 12 apresenta a parte superior e a tela de controle geral da IHM desenvolvida. Nesta interface, são fornecidas as condições operacionais (*set-point*) do fermentador e das bombas peristálticas de alimentação de substrato, de retirada do permeado e de purga.

Para o fermentador, são fornecidas as condições de agitação, temperatura e do tempo de adição de antiespumante e são registrados os valores das variáveis fornecidos pelo mesmo.

O controle das bombas peristálticas é realizado através dos valores de vazão, diâmetro da tubulação utilizada, o sentido de rotação e o volume a ser adicionado. Esta leitura fornece além das variáveis de controle, a vazão total adicionada ao fermentador.

Nesta interface também são fornecidos dados de pressão, turbidez e vazão e é possível entrar com dados do processo como brix, viabilidade, meio e sensibilidade da bóia de nível do fermentador.

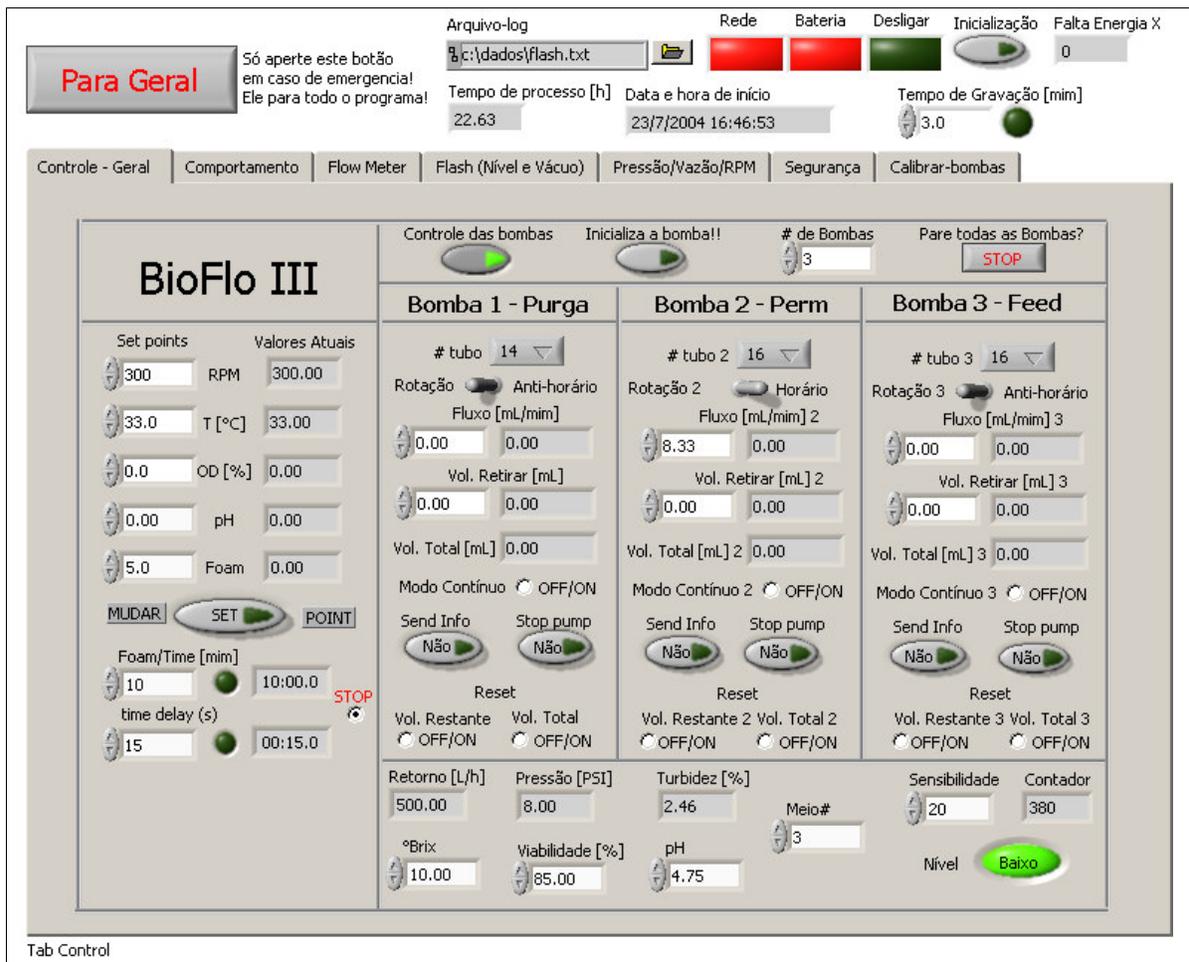


Figura II. 12 – IHM de controle geral do processo fermentativo.

#### II.4.2.2. COMPORTAMENTO

A Figura II. 13 apresenta a interface onde é possível visualizar o comportamento de todas as variáveis durante o processo fermentativo. Os dados usados para a realização do gráfico de comportamento são fornecidos pelo arquivo de registro de dados configurado pelo operador. Para a realização do gráfico basta escolher a variável desejada na lista de variáveis e apertar o botão “plotar”.

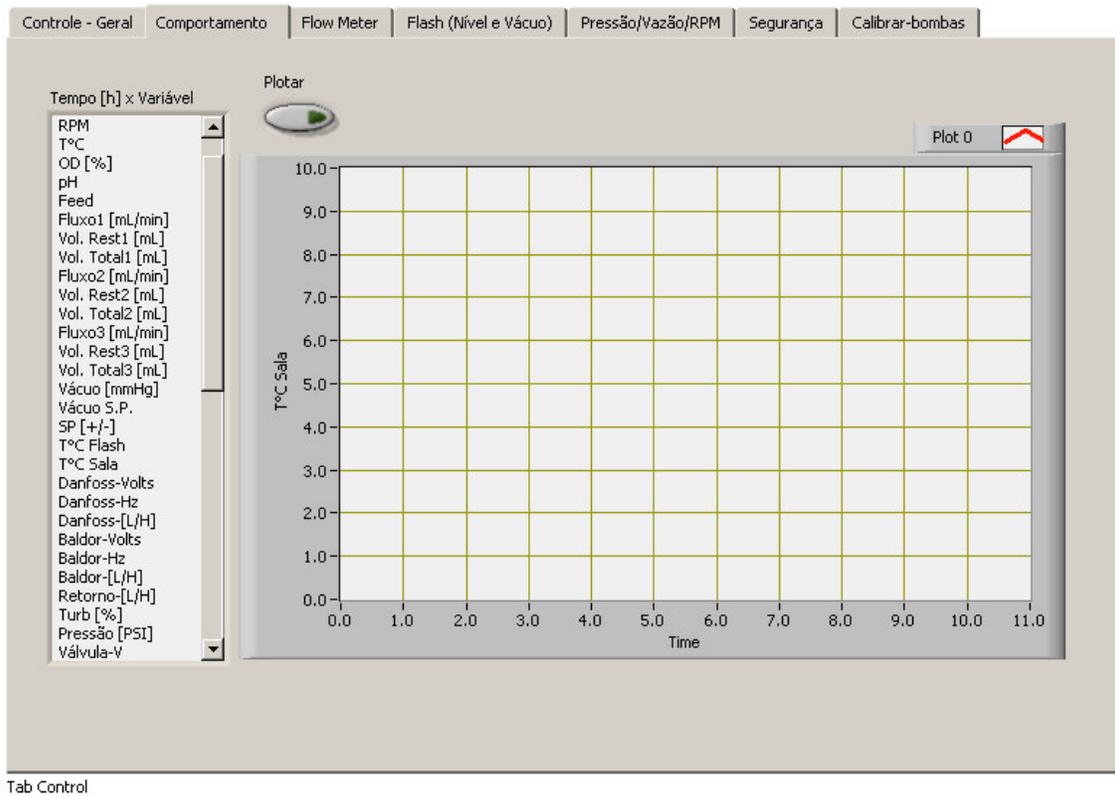


Figura II. 13 – IHM de visualização do comportamento de todas as variáveis do processo.

#### II.4.2.3. MEDIDOR DE VAZÃO

A interface de controle e monitoração dos medidores de vazão de gás e de líquido é apresentada na Figura II. 14. Nesta IHM é possível ativar os medidores de vazão para a medida do processo, bem como zerar o totalizador de fluxo. Esta interface não foi muito utilizada, pois o sistema de vácuo interfere na medida do gás carbônico produzido e os medidores de vazão de líquido apresentam ruídos de leitura devido ao perfil de fluxo pistonado apresentado pelas bombas peristálticas.

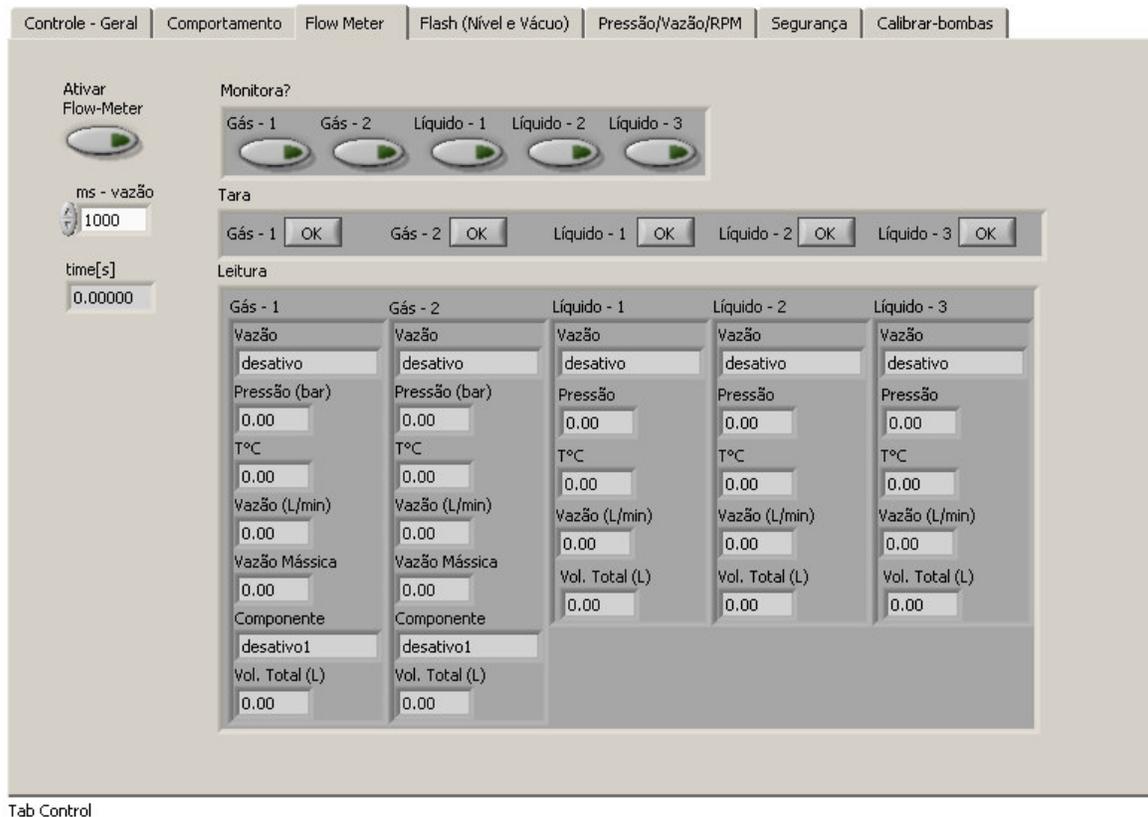


Figura II. 14 – IHM de controle e monitoração dos medidores de vazão de gás e líquido.

#### II.4.2.4. CONTROLE DE NÍVEL E DO VÁCUO DO TANQUE FLASH

A IHM de monitoração e de controle do nível e do vácuo do tanque *flash* é apresentada na Figura II. 15. Para o controle do nível o operador ajusta os valores de rotação da bomba helicoidal de circulação, o valor intermediário desejado da rotação (*set-point*) da bomba helicoidal de sucção do tanque *flash*, a amplitude (delta) e a porcentagem de variação da rotação. Conforme o nível vai aumentando ou diminuindo no interior do tanque, a vazão da bomba de sucção vai aumentando ou diminuindo de modo a manter o nível constante dentro de uma pequena faixa de oscilação.

Já no controle do vácuo do tanque, o operador ajusta o nível de vácuo desejado e a oscilação (limite superior e inferior) em que o vácuo pode operar e ativar o mecanismo de acionamento e desligamento do sistema de vácuo.

Nesta IHM também é fornecida a temperatura do interior do tanque *flash* e da sala onde está localizado o equipamento.

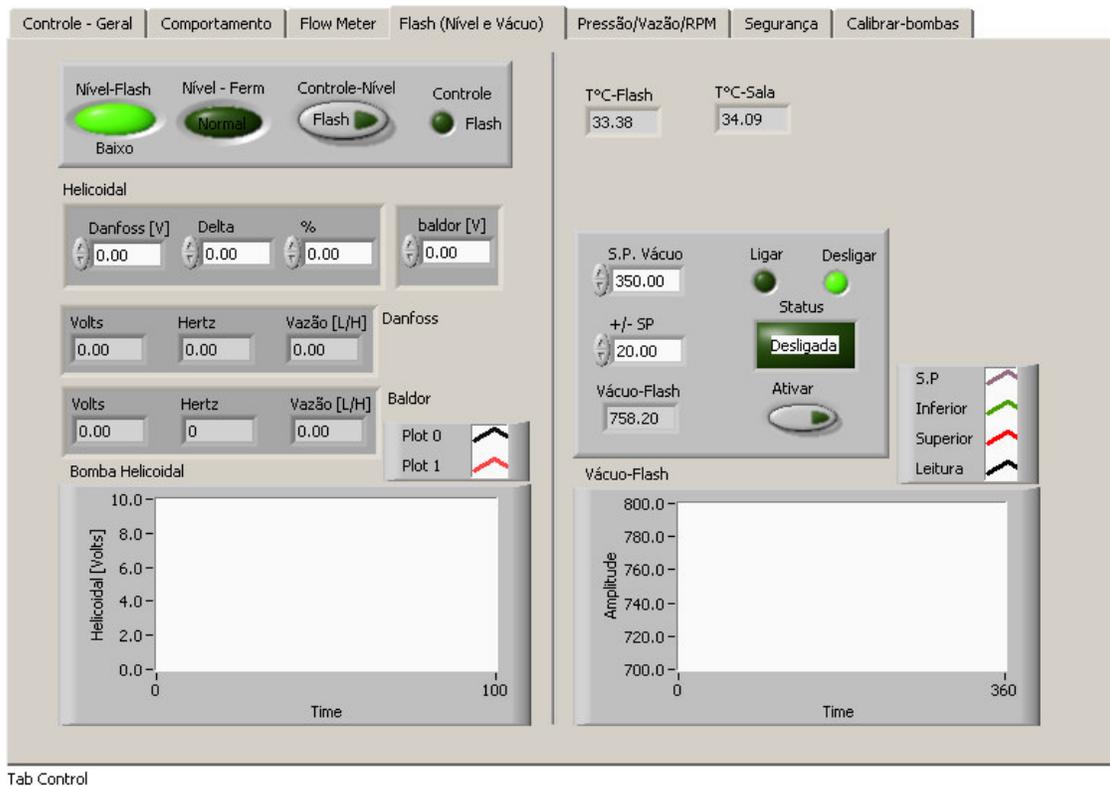


Figura II. 15 – IHM de monitoração e de controle do nível e do vácuo do tanque *flash*.

#### II.4.2.5. CONTROLE E MONITORAÇÃO DA PRESSÃO DO SISTEMA DE FILTRAÇÃO E DA VAZÃO DE ENTRADA DO TANQUE *FLASH*.

Para o controle e monitoração da pressão do sistema de filtração e da vazão de entrada do tanque *flash* foi utilizado a IHM apresentada na Figura II. 16. O controle destas variáveis é realizado através de controladores PID onde o operador ajusta o valor desejado (*set-point*) de cada parâmetro e as constantes proporcional ( $K_c$ ), integral ( $T_i$ ) e derivativo ( $T_d$ ) do controlador.

O controlador pode operar no modo automático ou manual através da seleção do botão e em cada caso os gráficos apresentam um perfil das variáveis manipuladas e controladas durante um determinado tempo de processo (cerca de 5 minutos). Com isso, o operador verifica se os parâmetros estão dentro das condições desejadas e a oscilação das variáveis manipuladas para esta finalidade podendo interferir de modo a promover uma ação mais rápida ou lenta dos dispositivos de controle.

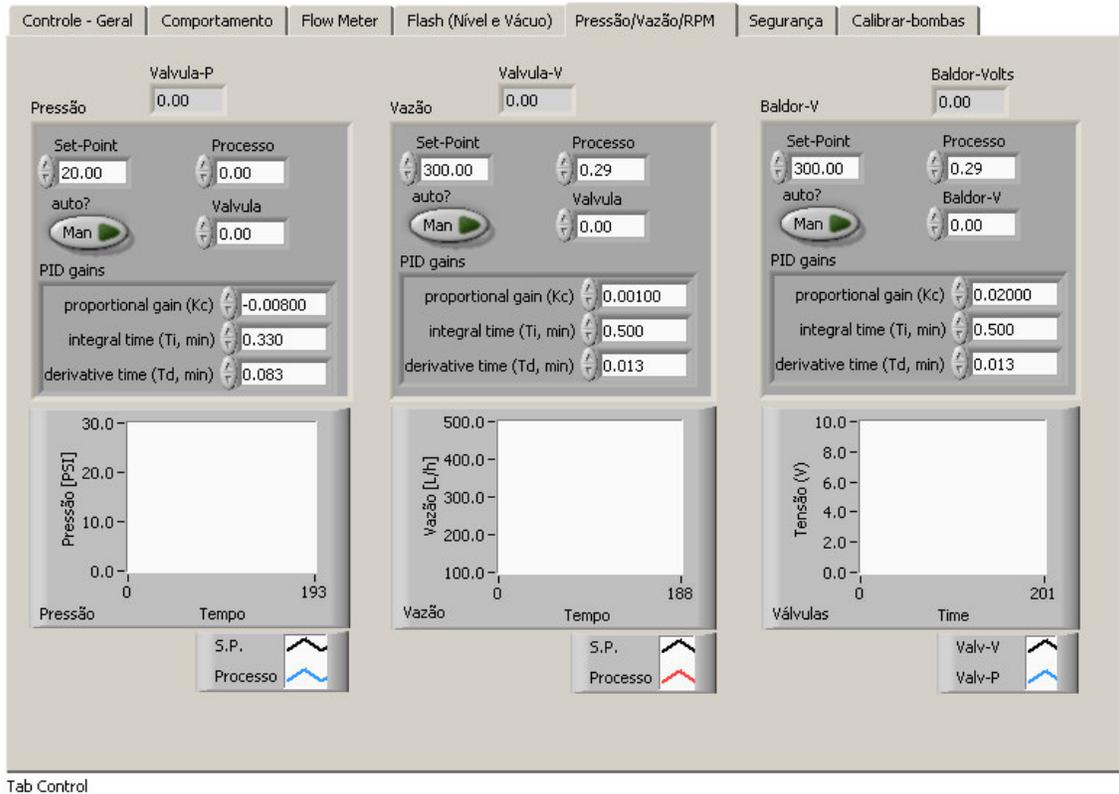


Figura II. 16 – IHM de monitoração e de controle da pressão do sistema de filtração e da vazão de entrada do tanque *flash*.

#### II.4.2.6. DISPOSITIVOS DE SEGURANÇA

A Figura II. 17 apresenta a IHM com os dispositivos utilizados para a segurança do processo fermentativo extrativo. As variáveis escolhidas como indicadores de prováveis problemas para o bom funcionamento do processo foram: a pressão do sistema de filtração, a vazão de entrada do tanque *flash*, o vácuo do tanque *flash* e o

tempo em que o nível do tanque *flash* e o nível do fermentador permanecem baixos ou elevados.

Assim, caso a pressão do sistema de filtração passe pelo limite superior pode ser a indicação de um provável entupimento de alguma linha e circulação e, caso passe pelo limite inferior, pode ser o indicativo de um provável rompimento ou vazamento de alguma linha.

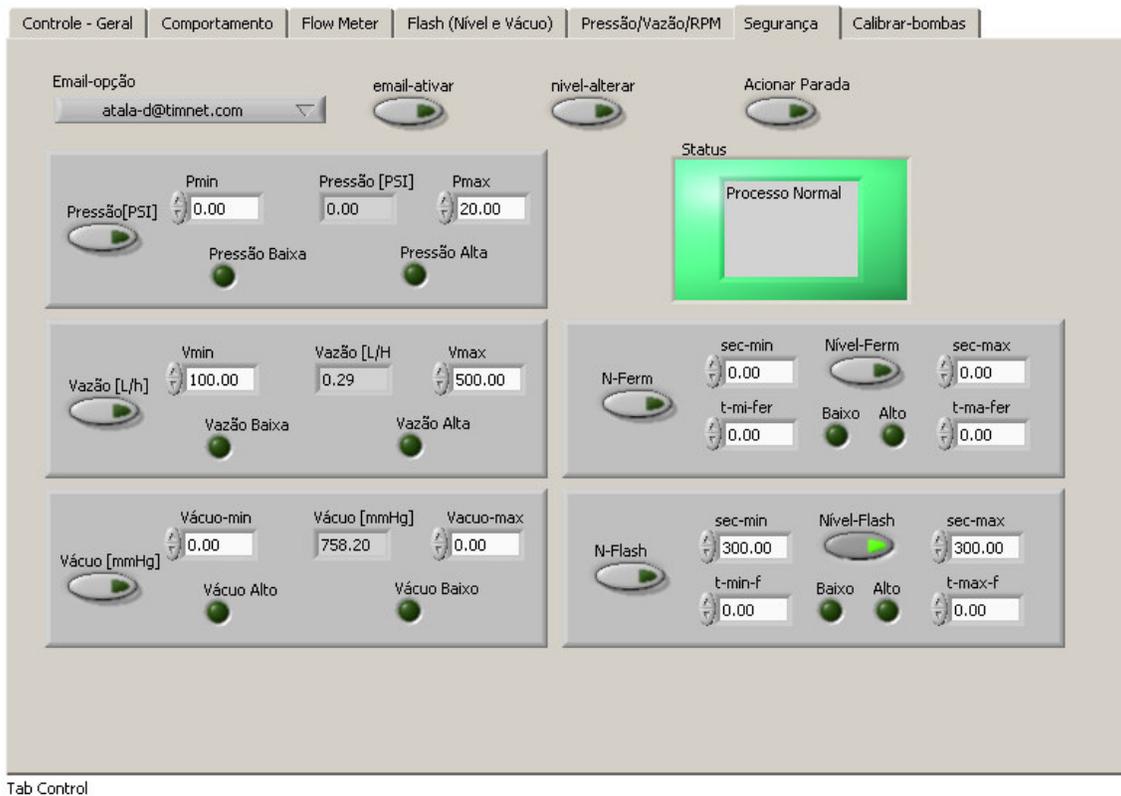


Figura II. 17 – IHM com os dispositivos de segurança do processo fermentativo.

A extrapolação dos limites superior ou inferior da vazão do tanque *flash* indica um problema de controle podendo acarretar problemas de transbordamento, esvaziamento ou vazamento do processo. Já a extrapolação do vácuo do tanque *flash* indica um rompimento da linha de vácuo, ou de vazamento de ar, ou de formação excessiva de espuma ou de travamento da bomba de vácuo.

O controle do tempo em que o nível do tanque *flash* e do fermentador permanecem altos ou baixos é importante para prever prováveis problemas de transbordamento, de esvaziamento e de alimentação dos reatores.

Assim, o operador pode escolher quais variáveis serão monitoradas pelo sistema de segurança pelo acionamento do botão de controle e definir os limites superiores e inferiores de cada variável.

Caso alguma variável ultrapasse estes limites, o alerta pode ser disparado para uma conta de e-mail ou para uma mensagem no celular do operador via torpedo SMS e, se a opção de parada do sistema estiver ativado, o processo é interrompido imediatamente.

Como o processo fermentativo é executado por um grande período de tempo, esta IHM é de grande utilidade, pois informa o operador dos problemas ocorridos imediatamente, mesmo o operador não estando ao lado do sistema, podendo ser tomadas medidas corretivas de modo a não perder o ensaio experimental.

#### II.4.2.7. CALIBRAÇÃO DO VOLUME TOTAL BOMBEADO

A Figura II. 18 apresenta a IHM para a calibração do volume total bombeado pelas bombas peristálticas de alimentação, permeado e purga. Esta interface possibilita ao operador calibrar o volume recolhido pela linha do permeado e purga e o volume alimentado com os valores fornecidos pelas bombas peristálticas. O erro apresentado entre os volume recolhido ou alimentado com o valor fornecido pelo sistema foi menor que 5 % para mais ou menos.

Com isso, foi possível manter o tempo de residência do meio fermentativo dentro das condições desejadas e dentro de uma oscilação aceitável.

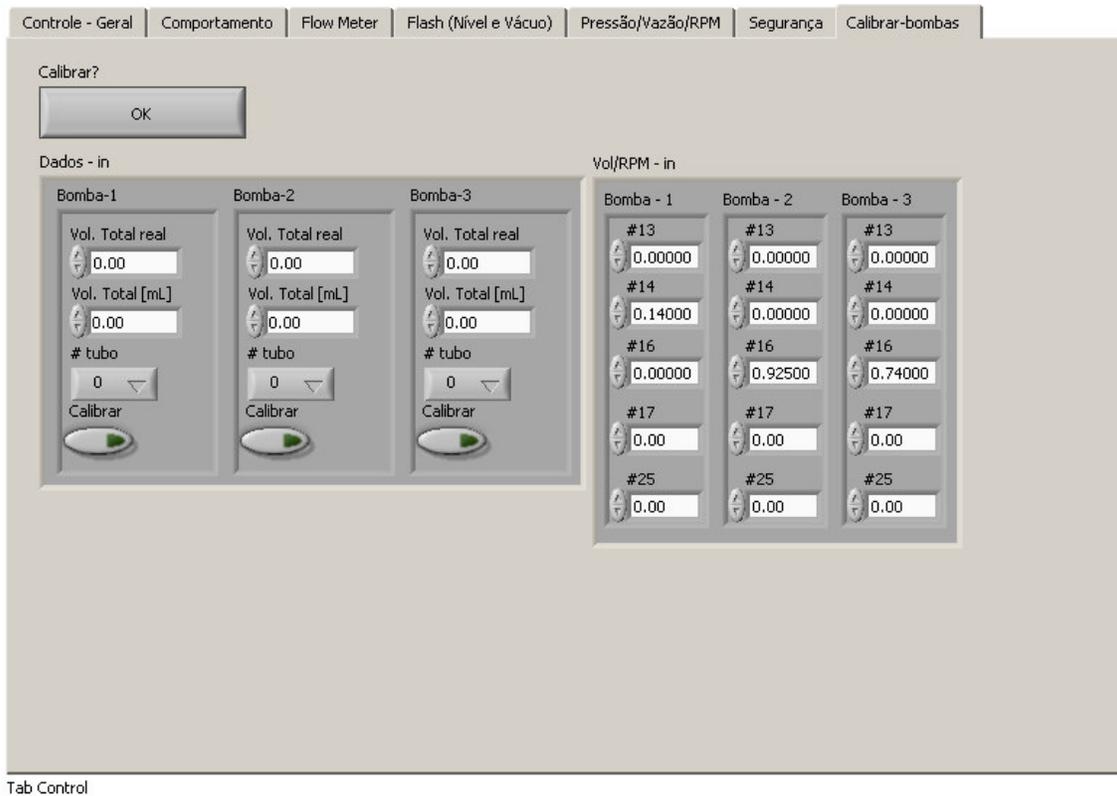


Figura II. 18 – IHM para calibração do volume total bombeado pelas bombas peristálticas.

#### II.4.2.8. CONTROLE EXTERNO DO PROCESSO

O programa desenvolvido de controle do processo fermentativo através das Interfaces Homem Máquina (IHM) pode ser acessada externamente através de qualquer navegador de *internet* conforme pode ser observado na Figura II. 19.

O acesso externo pode ser aberto a qualquer pessoa, com ou sem senha, ou ser limitado a uma máquina através de seu número IP (*Internet Protocol*) que foi o caso deste trabalho. Com isso, foi possível acompanhar o processo mesmo estando longe, podendo monitorar e alterar condições operacionais, visto que os ensaios experimentais apresentam um longo tempo de duração, fermentando por semanas, 24 horas por dia.

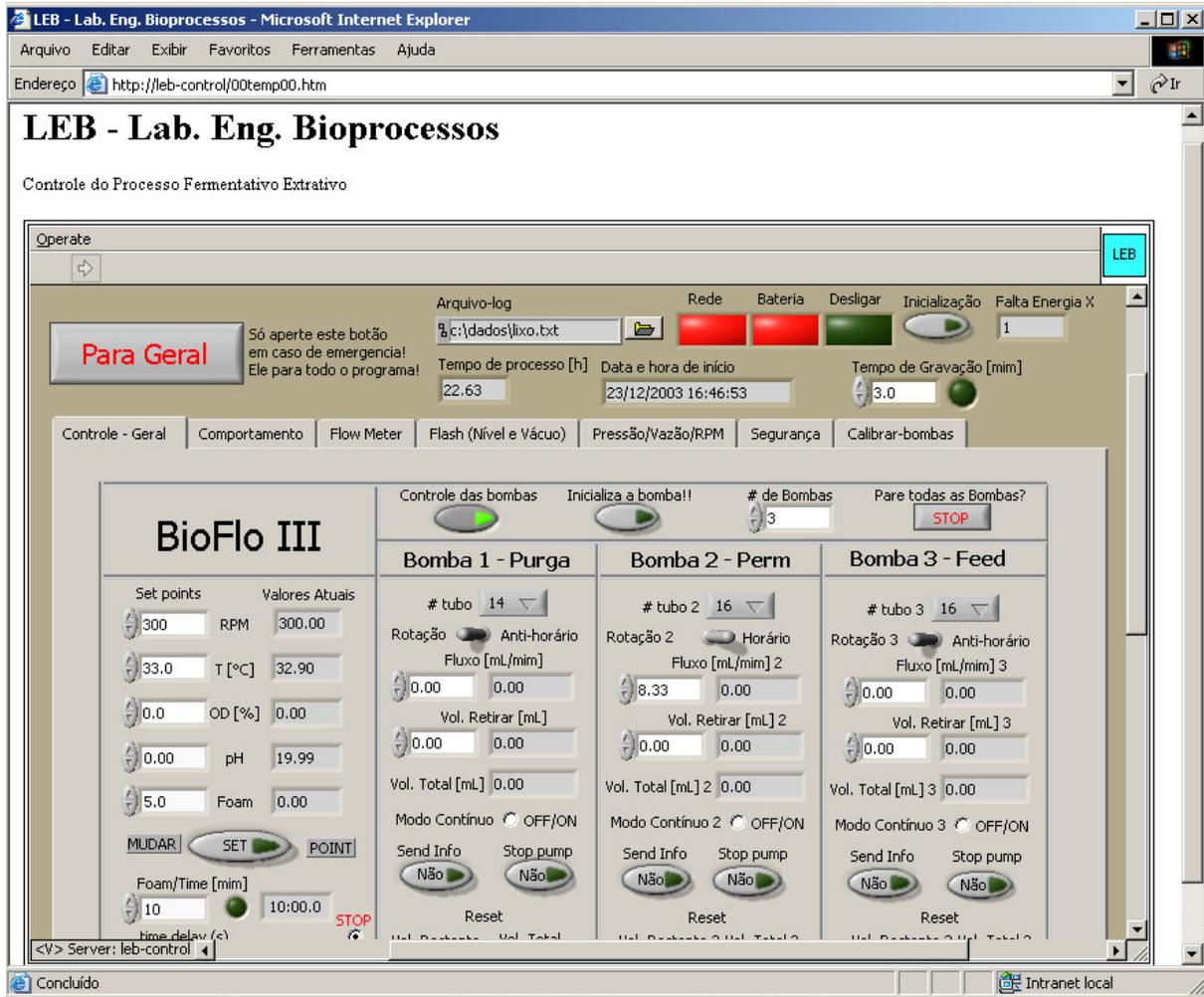


Figura II. 19 – Controle externo da IHM de controle do processo fermentativo.

## **II.5. Conclusões**

Neste capítulo foram elaborados as rotinas de comunicação, desenvolvimento dos softwares supervisórios e a implementação, configuração e sintonia dos controladores no processo.

Assim, foi possível concluir que:

As rotinas e sub-rotinas desenvolvidas para o controle do processo fermentativo extrativo apresentaram um bom desempenho e robustez exigindo um menor esforço de programação favorecendo a concentração de esforços para a montagem o sistema como um todo.

As Interfaces Homem Máquina satisfizeram as necessidades do processo fermentativo extrativo fornecendo uma visualização das variáveis do processo, uma boa disposição das informações fornecidas e segurança através do dispositivo de alarmes de processo.



## **CAPÍTULO III. Ensaio Experimental**



### III.1. Resumo

Neste capítulo são apresentados os procedimentos realizados para a elaboração do ensaio experimental fermentativo extrativo bem como a discussão dos resultados obtidos. Para a realização dos ensaios experimentais foram utilizadas as configurações propostas pelo Protótipo-4 conforme descrito no CAPÍTULO I (Montagem e Instrumentação do Sistema Fermentativo) sendo a Interface Homem Máquina (IHM) desenvolvida para a supervisão e o controle do processo conforme descrito no CAPÍTULO II. (Elaboração das Rotinas de Comunicação, dos Softwares Supervisórios e Implementação de Controladores no ). A fermentação foi realizada utilizando como substrato melação de cana de açúcar diluído em água em 4 níveis de teor de açúcar sendo: 180, 230, 280 e 330 g/L. Em um primeiro estágio realizou-se a fermentação batelada com o sistema de extração a vácuo com a finalidade de converter todo açúcar em álcool. Logo em seguida foi iniciada a fase contínua extrativa com a finalidade de concentrar a biomassa até valores de 10 % em volume. Após a concentração celular estabilizada, a concentração de substrato na alimentação foi alterada para o próximo nível mantendo a mesma concentração celular. O tanque *flash* operou com um nível de vácuo de 110 a 130 mmHg mantendo a concentração de etanol no reator entre 40 e 60 g/L. Os resultados de produtividade do processo fermentativo extrativo foi comparado com dados obtidos em fermentação contínua tradicional demonstrando que o processo desenvolvido apresenta um desempenho melhor. A fermentação como um todo teve um tempo total de operação de cerca de 650 horas, perfazendo 27 dias de processo contínuo. O programa de supervisão armazenou quase 13 mil linhas de informação de todas as variáveis do processo. Estas informações, conjuntamente com os resultados analíticos, comprovam a viabilidade técnica e operacional do processo fermentativo extrativo proposto.

### III.2. Introdução

O Laboratório de Engenharia de Bioprocessos possui uma ampla experiência no estudo de processos fermentativos para produção de etanol, entre eles, Andrietta (1994) que realizou a modelagem, simulação e controle de fermentação alcoólica em escala industrial utilizando quatro reatores de mistura perfeita ligados em série. Este processo encontra-se atualmente em operação em diversas destilarias do Estado de São Paulo (Usina Guarani, Costa Pinto, e outras) com ótimos rendimentos e produtividades.

Alves (1996) estudou o efeito da temperatura na cinética do crescimento do microrganismo. Para esta finalidade, realizou ensaios experimentais em fermentação contínua na faixa de 28 a 38 °C e o microrganismo utilizado foi a *Saccharomyces cerevisiae* cedida pela Usina Santa Adélia (SP) selecionada entre oito linhagens de leveduras diferentes.

Carvalho (1996) verificou o efeito da temperatura e da concentração de etanol nos parâmetros cinético que quantificam a reprodução e a morte celular em fermentação alcoólica contínua com reciclo de células. Para isso realizou ensaios na faixa de temperatura de 28 a 37 °C e concentração de etanol de 65 a 110 g/L obtendo uma indicação do aumento da morte celular com o aumento da temperatura e da concentração de etanol no reator.

Silva et al. (1999) desenvolveram em computador a modelagem, a simulação e o controle do processo de fermentação alcoólica contínua extrativa, utilizando tanque *flash* a vácuo através de dados experimentais obtidos por Andrietta (1994) e Carvalho (1996). Os resultados encontrados em sua simulação demonstram que o sistema extrativo possui uma elevada produtividade e conversão quando comparado com os processos contínuos tradicionais.

Mais recentemente, Atala et al. (2001) realizou o estudo do processo fermentativo com alta densidade celular através de experimentos em batelada alimentada estendida, obtendo um modelo matemático determinístico, validado por dados experimentais, que descreve o processo fermentativo na faixa de temperatura de 28 a 40 °C.

Costa et al. (2001) determinaram as estruturas de controle em um processo de fermentação alcoólica acoplado a um tanque *flash* a vácuo, utilizando o modelo encontrado por Atala (2000) propondo um controlador adaptativo de matrizes dinâmicas DMC (*Dynamic Matrix Control*).

O estudo experimental do processo de fermentação contínuo acoplado a um evaporador *flash* é uma continuidade desta linha de pesquisa do laboratório, possibilitando a interligação de várias pesquisas desenvolvidas conforme citado anteriormente. O processo requer um grau elevado de instrumentação associado a um programa de monitoração e controle do processo fermentativo.

### **III.3. Material e Métodos**

#### III.3.1.1. Material

##### a) MICRORGANISMO

A levedura *Saccharomyces cerevisiae* cultivada no Laboratório de Engenharia de Bioprocessos do Departamento de Engenharia de Alimentos - FEA/UNICAMP foi o microrganismo utilizado no processo fermentativo. O microrganismo foi cedido pela usina Santa Adélia e em estudos realizados por Alves (1996), apresentou melhor crescimento e tolerância ao etanol quando comparada com outras cepas. A levedura é mantida em ágar inclinado P.D.A. (*Potato Dextrose Agar*) e é repicada periodicamente.

## b) INÓCULO

O inóculo utilizado para a o início do processo fermentativo extrativo foi preparado em três etapas sendo a primeira de ativação, a segunda de crescimento e a terceira de adaptação. Em todas as etapas, o meio foi esterilizado em autoclave por 15 minutos a 121 °C. Os repiques e transferências da levedura *Saccharomyces cerevisiae* foram realizadas em câmara de fluxo laminar caracterizada por apresentar um ambiente estéril.

A fase de ativação foi preparada a partir da levedura armazenada sob refrigeração repicando-a para um novo tubo com Agar inclinado, conforme composição listada na Tabela III. 1, e mantendo-a na temperatura de 33 °C.

Tabela III. 1 – Componentes utilizados para o preparo do inóculo.

Componentes	Concentração (g/L)
Glicose	10 g
Peptona	5,0 g
Extrato de malte	3,0 g
Extrato de levedura	3,0 g
Agar Bacto	20 g

A etapa de crescimento foi realizada repicando o microrganismo do Agar inclinado para um tubo de ensaio com aproximadamente 10 mL contendo as mesmas composições que o meio da etapa de ativação, porém sem a utilização do Agar bacto. Após o repique, o tubo foi mantido, por um dia, sob temperatura controlada de 33 °C sendo logo em seguida transferido para um *Erlenmeyer* aletado contendo cerca de 90 mL com a mesma composição usada anteriormente, mantida sob agitação de 120 RPM durante 24 horas na temperatura de 33 °C.

A etapa final, de adaptação, foi realizada através da transferência do volume da etapa de crescimento para um *erlenmeyer* aletado contendo um volume de 400 mL de meio de fermentação, ou seja, melaço de cana de açúcar diluído em água para uma concentração de 180 g/L de ART sendo mantida nas mesmas condições da etapa anterior. A inoculação no fermentador foi realizada através de conexões estéreis, sendo o inóculo transferido por gravidade.

#### c) MEIO DE FERMENTAÇÃO

O meio utilizado na fermentação foi o melaço de cana-de-açúcar cedido pela Usina Éster contendo cerca de 70 % de pureza em açúcar (ART). A diluição foi realizada com água de acordo com a necessidade do processo fermentativo. Foram utilizados 4 níveis de diluição do meio de fermentação sendo eles: 180, 230, 280 e 330 g/L de açúcares redutores totais.

A esterilização foi realizada em autoclave por 30 minutos a 121°C. Durante a fermentação foram utilizados o antibiótico e o antiespumante de marcas comerciais Bussan e FG10, respectivamente.

### III.3.1.2. Operação do Sistema Fermentativo Extrativo

#### a) PREPARO DO SISTEMA DE FILTRAÇÃO

Antes de entrar em operação, foi realizada uma lavagem dos filtros, passando uma solução de NaOH 2N a 40 °C em circuito fechado durante 4 horas e enxaguado com água por mais 4 horas. Este procedimento retira o material aderido nas paredes do elemento filtrante, recuperando assim a capacidade de filtração.

O sistema de filtração possui dois elementos filtrantes. Neste caso foi utilizado apenas um filtro ficando o outro disponível, garantindo assim, maior autonomia em termos de tempo de preparo da fermentação. Com o decorrer do tempo de processo, o

desempenho do filtro diminuía em relação à condição inicial, sendo necessário realizar a sua lavagem e a esterilização. Com isso, o outro filtro estava disponível não ocorrendo a parada de todo o sistema.

#### b) ESTERILIZAÇÃO

A montagem do Protótipo-4 acarretou em uma grande adição de instrumentos de medida como sensores de pressão, temperatura, válvulas com atuador eletrônico e medidor de vazão magnético entre outros. Estes instrumentos não suportam a exposição prolongada de condições extremas como temperatura e umidade elevada não sendo possível utilizar vapor saturado nestes sensores. Para contornar esta situação, depois da lavagem foi circulada uma solução de etanol 70 % por todos os equipamentos e linha de processos por cerca de 2 horas para então prosseguir com esterilização via vapor nos demais equipamentos.

A esterilização utilizando vapor foi realizada após a montagem dos equipamentos, fazendo passar vapor saturado a 121°C e 1 atm em todo o sistema de fermentação durante 2 horas, exceto na linha dos sensores.

#### c) PROCESSO FERMENTATIVO EXTRATIVO

O processo fermentativo proposto pelo protótipo-4 apresenta um volume de trabalho de aproximadamente 5 L. Após a esterilização do sistema, este volume foi completado com o meio de fermentação contendo melaço de cana de açúcar diluído a uma concentração de 180 g/L. O sistema foi colocado em operação através do sistema de controle e supervisão, fazendo passar o meio por todos os equipamentos (fermentador, filtro, tanque *flash*, tubulações e bombas) e então foi acionado o sistema de vácuo, sendo o nível de vácuo do tanque *flash* diminuído gradativamente até valores próximo de 110 mmHg.

Após a estabilização do sistema, com a temperatura de 33 °C, vazão de entrada do tanque *flash* sob controle e o vácuo nos níveis desejados, foi realizada a inoculação do sistema conforme descrito no item III.3.1.1. O processo fermentativo foi dividido em etapas para facilitar o controle e a operação do sistema.

A primeira etapa, fase batelada extrativa, foi iniciada logo em seguida à adição do inóculo e teve por objetivo promover o consumo total de substrato. As válvulas do sistema de filtração foram ajustadas para que se trabalhasse com somente um filtro e sem retirada do mosto filtrado. A vazão de circulação do sistema de filtração foi alta, porém a pressão foi ajustada para níveis baixos com a finalidade de prolongar o tempo de operação do filtro. Durante a fermentação, a medida que a concentração de etanol foi aumentando, o mesmo foi sendo retirado pelo tanque *flash* e condensado pelo sistema de condensação, sendo o volume evaporado completado com meio de fermentação. O fim da etapa batelada foi observado pela estabilização da leitura de turbidez e do volume de condensado. Neste caso, a monitoração da produção de gás carbônico pelo medidor de vazão de gás não foi possível devido à oscilação do nível no interior do fermentador e pelo vácuo do tanque *flash* que retira o gás pelo sistema de vácuo. Por outro lado, a retirada do gás do meio fermentativo promove uma leitura mais acurada da turbidez do processo.

Com o fim da etapa batelada, foi iniciada a fase contínua extrativa pelo acionamento da bomba peristáltica acoplada ao sistema de filtração. A vazão desta bomba foi ajustada para a retirada do mosto filtrado correspondente a uma taxa de diluição inicial de 0,03 h<sup>-1</sup>. Com isso, o sistema alcançou um novo estado estacionário verificado pela estabilização da leitura de turbidez. Assim, a taxa de diluição sofreu um ligeiro acréscimo e um novo estado estacionário foi alcançado. Este procedimento foi realizado até que a taxa de diluição atingisse valores de 0,1 h<sup>-1</sup> o que representa um tempo de residência de 10 horas.

Paralelamente as leituras de turbidez foram realizadas medidas do volume de células no sistema. Quando a concentração celular atingiu valores de 10 % v/v, a bomba de purga foi acionada mantendo os valores de tempo de residência do processo, ou seja, a vazão da bomba de permeado foi diminuída. A retirada do fluído proveniente do sistema

de filtração e da purga diminuía o nível do meio fermentativo no fermentador acionando o mecanismo de detecção de nível, que ligava a bomba peristáltica de alimentação de meio fermentativo, mantendo o nível constante durante toda a fermentação. A condição de taxa de diluição e concentração celular foi mantida por cerca de 3 tempos de residências (neste caso, cerca de 30 horas), ocorrendo a alimentação de meio fermentativo com concentração do primeiro nível de estudo, 180 g/L. Após o término desta etapa, o meio de alimentação foi alterado para o segundo nível (230 g/L) mantendo as mesmas condições de taxa de diluição e concentração celular.

Ajustes foram realizados na vazão da bomba de permeado e de purga para manter a mesma concentração celular e o sistema foi mantido por mais 3 tempos de residência em cada nível de teor de açúcar na alimentação. Este procedimento foi realizado até o quarto nível do meio de fermentação (330 g/L). Entre um nível e outro, a vazão do mosto fermentado que passava pelo sistema de filtração era trocada para o segundo filtro, para que o procedimento de limpeza e esterilização fosse realizado no primeiro filtro.

Amostras do caldo fermentativo de aproximadamente 30 mL foram recolhidas periodicamente para a realização de análises de concentração de açúcares redutores totais, massa seca, viabilidade e concentração de álcool. Na solução condensada foram realizadas análises de concentração de etanol e volume recolhido.

### III.3.1.3. Operação do Sistema Fermentativo Contínuo Tradicional

Para comparar os resultados obtidos com o processo fermentativo extrativo foram realizados ensaios com o processo fermentativo contínuo tradicional. Neste caso, o sistema fermentativo foi composto somente pelo fermentador, sistema de filtração e bomba helicoidal de circulação não sendo conectado ao sistema de vácuo, o tanque *flash* e a bomba de retorno ao fermentador.

A instrumentação foi compatível com o sistema montado, sendo monitorado e controlado pela Interface Homem Máquina desenvolvido em linguagem *LabVIEW* 6.1.

Com o aprimoramento do processo clássico de produção de etanol (*Melle-Boinot*), as indústrias sucroalcooleiras encontraram nos processos contínuos uma nova expectativa para o aumento da produtividade e rendimento do processo.

Os sistemas contínuos compreendem uma retirada do vinho e uma alimentação permanente no tanque de fermentação. Vários são os fatores que interferem no rendimento e produtividade do processo como a concentração de células no reator que pode ser controlada pela purga, tempo de residência que é estabelecida pela vazão de alimentação, concentração de substrato na alimentação do mosto e a temperatura entre outros.

Por estas considerações, o estudo do sistema contínuo tradicional tem por objetivo verificar a influência da taxa de diluição (tempo de residência) e da concentração de biomassa no reator sobre parâmetros de processo como rendimento e produtividade. Para isso, fermentações em sistemas contínuos foram realizadas, variando a concentração de biomassa no interior do reator e a taxa de diluição do processo.

#### a) PREPARO DO SISTEMA DE FILTRAÇÃO

Procedimento idêntico ao apresentado anteriormente no item III.3.1.2 Operação do Sistema Fermentativo Extrativo.

#### b) ESTERILIZAÇÃO

A esterilização utilizando vapor foi realizada após a montagem dos equipamentos, fazendo passar vapor saturado a 121 °C e 1 atm em todo o sistema de fermentação durante 2 horas. Neste caso não houve problemas com sensores, pois o sistema não possuía linha de divisão de fluxo nem o tanque *flash*.

### c) PROCESSO FERMENTATIVO CONTÍNUO

O sistema contínuo foi constituído por um biorreator “BioFlo III System” produzido por “New Brunswick Co.” utilizando uma cuba de pirex de 2 L, sistema de micro filtração tangencial com a finalidade de reter a célula no processo, bomba helicoidal com a finalidade de circular meio fermentativo através do sistema de filtração para a obtenção do permeado (meio fermentado livre de células), três bombas peristálticas sendo uma para controle da vazão do permeado, a segunda para o controle da alimentação e a terceira para a realização da purga do sistema. O sistema composto pelo fermentador, filtros, bomba helicoidal e pelas mangueiras tinha um volume total útil de 3760 mL.

Após a esterilização do sistema, este volume foi completado com o meio de fermentação contendo melaço de cana de açúcar diluído a uma concentração de 180 g/L e colocado em operação através do sistema de controle e supervisão, fazendo passar o meio por todos os equipamentos. Com a temperatura controlada em 33 °C, foi realizado a inoculação conforme descrito no item III.3.1.1.

Com isso, deu-se início a fase batelada onde objetivou-se a conversão total dos açúcares em álcool, sendo a conversão monitorada pela produção de gás carbônico e pela turbidez. No fim desta fase, foi fixada uma vazão de permeado correspondente a menor taxa de diluição iniciado a fase contínua com reciclo total de células, onde a concentração celular foi aumentada até que atingisse a concentração desejada. Com o sistema estabilizado, foram retiradas amostras e uma nova condição de biomassa e vazão foi iniciada.

### **III.3.2 Métodos Analíticos**

#### **III.3.2.1. Concentração de Células Totais**

A concentração de células em base seca foi determinada por gravimetria. As frações do meio fermentado foram retiradas e centrifugado por 10 minutos a 10.000 RPM em frascos previamente tarados. As massas decantadas foram ressuspensas por três vezes em água destilada e ao final secas em estufas a vácuo na temperatura de 70 °C.

#### **III.3.2.2. Volume de Células Úmidas no Reator**

O volume de células no reator foi determinado pela centrifugação de 10 mL de amostra a 10.000 RPM e 10 minutos sendo logo em seguida recolhido o sobrenadante e determinado seu volume. A diferença entre o volume da amostra e o volume do sobrenadante multiplicado por 10 representa a porcentagem de células no reator. Neste caso considerou-se que todo o precipitado fosse composto unicamente por biomassa.

#### **III.3.2.3. Viabilidade**

A viabilidade celular foi medida através do método da coloração das células mortas por corante de azul de metileno através da contagem em câmara de Neubauer. Segundo Lafforgue et al. (1994), este método baseia-se no princípio de que células mortas não conseguem reduzir o corante que absorvem, se tornado azuis. A viabilidade celular foi então expressa em termos da quantidade total de células, como sendo a razão entre o número de células brancas (vivas) e o número de células totais (brancas mais azuis).

#### III.3.2.4. Concentração de Açúcares, Etanol e Glicerol.

As concentrações de açúcares, de etanol e de glicerol foram determinadas através de análises em HPLC modelo Varian 9010. Para isso foi utilizada uma coluna cromatográfica de marca Bio Rad modelo HPX 87H climatizada na temperatura de 30 °C. Como eluente utilizou-se uma solução de ácido sulfúrico pH 1,4 com um fluxo de 0,70 mL/min.

Foram usados como padrões soluções coquetel de sacarose, glicose, frutose, glicerol e etanol, nas concentrações de 0,01 % a 4 %, sendo o software Millennium® v.2.1 usado para integrar e quantificar os dados obtidos.

#### III.3.2.5. Concentração de etanol por índice de refração

Durante o processo fermentativo a determinação rápida do teor de etanol tanto da fase condensada quanto no caldo fermentativo foi necessária. Para a determinação de etanol pelo índice de refração, destilou-se 10 mL de amostra em um destilador e 20 mL do destilado foi recolhido. Em seguida o índice de refração é lido em um refratômetro. Com o auxílio de uma tabela de conversão de índice de refração determinou-se a concentração de etanol no meio fermentativo.

## **III.4. Resultados e Discussão**

### **III.4.1 Sistema Fermentativo Extrativo**

Com a finalização da montagem do Protótipo-4 e do sistema de supervisão e controle (IHM) foi realizada a fermentação alcoólica extrativa. A fermentação como um todo teve um tempo total de operação de cerca de 650 horas, perfazendo 27 dias de processo contínuo.

O programa de supervisão armazenou quase 13 mil linhas de informação de todas as variáveis do processo. Estas informações conjuntamente com os resultados analíticos, obtidos das amostras retiradas durante o processo fermentativo, serão apresentados nos gráficos a seguir.

As informações apresentadas correspondem a um ensaio fermentativo extrativo onde se procurou manter a concentração celular no reator constante e igual a 10 % do volume do processo. A concentração de substrato utilizada na alimentação foi sendo alterada conforme os níveis de estudo (180, 230, 280 e 330 g/L de açúcares redutores totais).

Após a finalização dos ensaios com 10 % de célula no reator, foi aumentada a concentração para cerca de 15 %. Porém o melaço utilizado acabou devido a grande quantidade de testes realizados e um novo lote foi providenciado. O novo lote apresentou uma quantidade de impurezas muito elevada (50 % de ART, sendo 70 % no lote anterior) mudando completamente o comportamento e desempenho do processo. Para efeito de comparação estes resultados não foram adequados e o ensaio foi finalizado. Os resultados apresentados se referem somente a concentração de 10 % v/v o que corresponde a cerca de 450 horas perfazendo cerca de 19 dias de operação.

A taxa de diluição no estado pseudo-estacionário foi de  $0,1 \text{ h}^{-1}$  correspondendo a um tempo de residência de 10 horas. O volume de trabalho do sistema fermentativo determinado com água corresponde à cerca de 5 litros. Para a taxa de

diluição desejada, a vazão de entrada e de saída deveria ser de 500 mL/h ou 8,3 mL/min sendo este controlado pelas bombas de permeado e de purga. A vazão de condensado, que é recolhido no sistema de condensação, é relativamente baixa quando comparada com as outras vazões de saída.

Infelizmente não foi possível estudar um tempo de residência menor devido à limitação operacional do sistema de filtração que trabalhou praticamente no seu limite. Vazões maiores de permeado acarretariam em operações com pressão elevadas ocasionando a diminuição da viabilidade celular e em entupimento precoce do filtro.

A Figura III. 1 apresenta a variação da vazão de retirada do caldo fermentativo pelo sistema de filtração e pela purga do processo. Como dito anteriormente com o fim da etapa batelada, que neste caso aconteceu com cerca de 70 horas, foi iniciada a fase contínua extrativa pelo acionamento da bomba peristáltica acoplada ao sistema de filtração. A vazão desta bomba foi ajustada para a retirada do mosto filtrado a uma vazão de 3 mL/min correspondente a uma taxa de diluição inicial de  $0,03 \text{ h}^{-1}$ . Com isso, o sistema alcançou um novo estado estacionário verificado pela estabilização da leitura de turbidez. Assim, a taxa de diluição sofreu um ligeiro acréscimo e um novo estado estacionário foi alcançado. Este procedimento foi realizado até que a taxa de diluição atingisse valores de  $0,1 \text{ h}^{-1}$  o que representa um tempo de residência de 10 horas e uma vazão de aproximadamente 8,3 mL/min.

O tempo de fermentação no estágio batelada foi prolongado devido a problemas com o inóculo que apresentou uma baixa atividade metabólica e pelo próprio volume do processo.

Este procedimento de aumento escalonado favoreceu o controle do processo, pois o aumento da vazão de alimentação e de retirada foi realizado à medida que a biomassa foi crescendo. Com isso, não foram observados problemas de formação de espuma e o substrato foi mais bem aproveitado no processo fermentativo sendo convertido praticamente na sua totalidade.

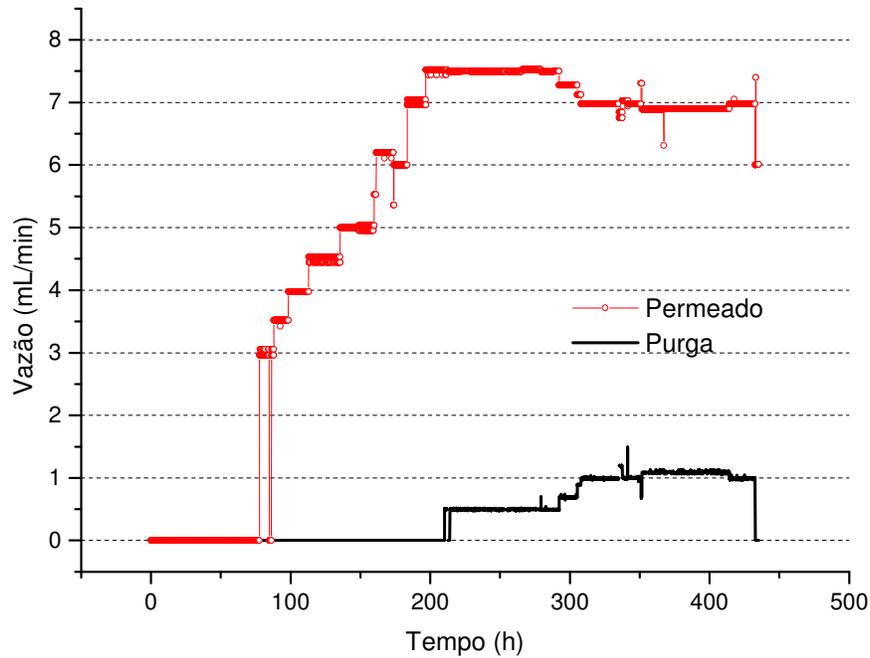


Figura III. 1 – Perfil da alteração de vazão da bomba de permeado e de purga do processo.

As variáveis do processo fermentativo relacionada a massa celular são apresentadas na Figura III. 2 onde é possível observar o perfil da concentração de biomassa, da variação da leitura de turbidez, do volume de células no sistema fermentativo e da viabilidade celular. Para facilitar a identificação do estágio do processo fermentativo, o perfil da concentração de alimentação de substrato também é apresentado.

A concentração de biomassa do processo fermentativo no final da fase batelada era de aproximadamente 5 g/L e com o aumento da vazão de alimentação na fase contínua esta concentração foi aumentada para cerca de 30 g/L. Quando a concentração celular atingiu este patamar o volume ocupado pela biomassa era de aproximadamente 10 % e então a purga do processo foi acionada para manter este nível de volume celular.

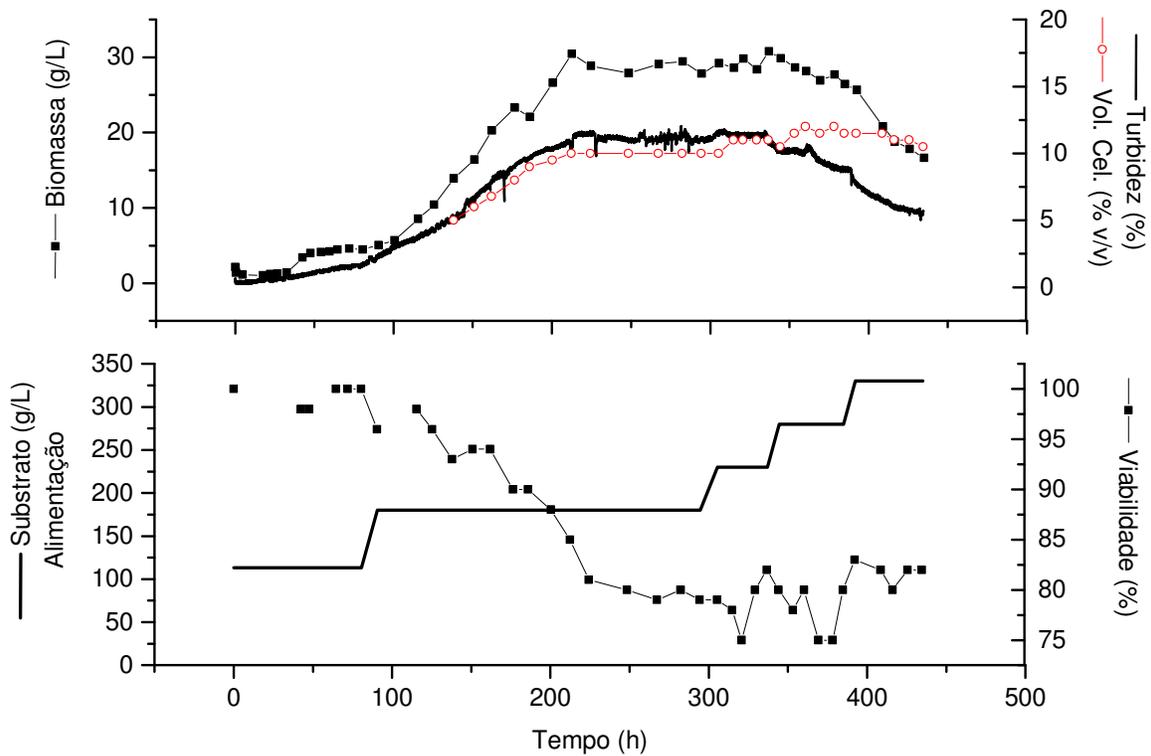


Figura III. 2 – Variáveis do processo fermentativo relacionadas com a biomassa.

Quando a concentração de substrato na alimentação alcançou o nível de 280 g/L a concentração celular começou a diminuir embora o volume ocupado tenha permanecido praticamente constante. Durante a realização do ensaio fermentativo a variável usada para o controle da concentração celular foi a medida do volume ocupado no reator.

Como os valores de volume começaram a apresentar uma tendência de aumento, a vazão de purga foi aumentada para manter este volume dentro das condições desejadas. Mesmo observando que a leitura do valor de turbidez estava diminuído a escolha pela manutenção do volume foi baseada na hipótese que por ser um meio de menor fator de diluição, a cor mais intensa do meio e a viscosidade maior interferia mais na leitura de turbidez, mascarando as partículas, e indicando uma leitura menor.

O fato do volume celular não ter diminuído juntamente com a turbidez pode ser explicado pela sobra de açúcares no meio fazendo que o volume celular decantado pela centrifugação rapidamente fermentasse expandindo seu volume e fornecendo uma leitura errada.

Porém as curvas do processo demonstram que o ideal seria ter escolhido como variável de controle da concentração de biomassa, a leitura de turbidez, pois sua leitura acompanhou a tendência da curva de concentração celular durante todo o processo fermentativo.

Com relação à viabilidade celular, quando a concentração de biomassa alcançou valores próximos a 30 g/L a viabilidade era de aproximadamente 95 %. Porém, com esta concentração celular, foram necessários o aumento da pressão e da vazão da bomba helicoidal de circulação do sistema de filtração com a finalidade de manter a vazão da bomba de permeado e conseqüentemente o tempo de residência do processo. Estas medidas promoveram um aumento de atrito entre a parede do filtro e da membrana celular causando a morte da biomassa e a diminuição da viabilidade celular.

A Figura III. 3. demonstra a forte tendência linear encontrada entre a concentração de biomassa e a leitura de turbidez durante todo o processo fermentativo extrativo. A utilização de vácuo no sistema fermentativo extrativo além de promover a retirada do etanol do caldo de fermentação, desgaseifica o sistema minimizando a interferência causada pela formação de gás na leitura de turbidez.

Em processos fermentativos tradicionais a leitura de turbidez sofre a interferência pela produção de gás, pois o sensor entende que a bolha produzida trata-se de uma partícula de um microrganismo.

Assim, com a utilização de vácuo a leitura de turbidez torna-se um importante parâmetro de controle, fornecendo em tempo real informação sobre a concentração celular do processo fermentativo.

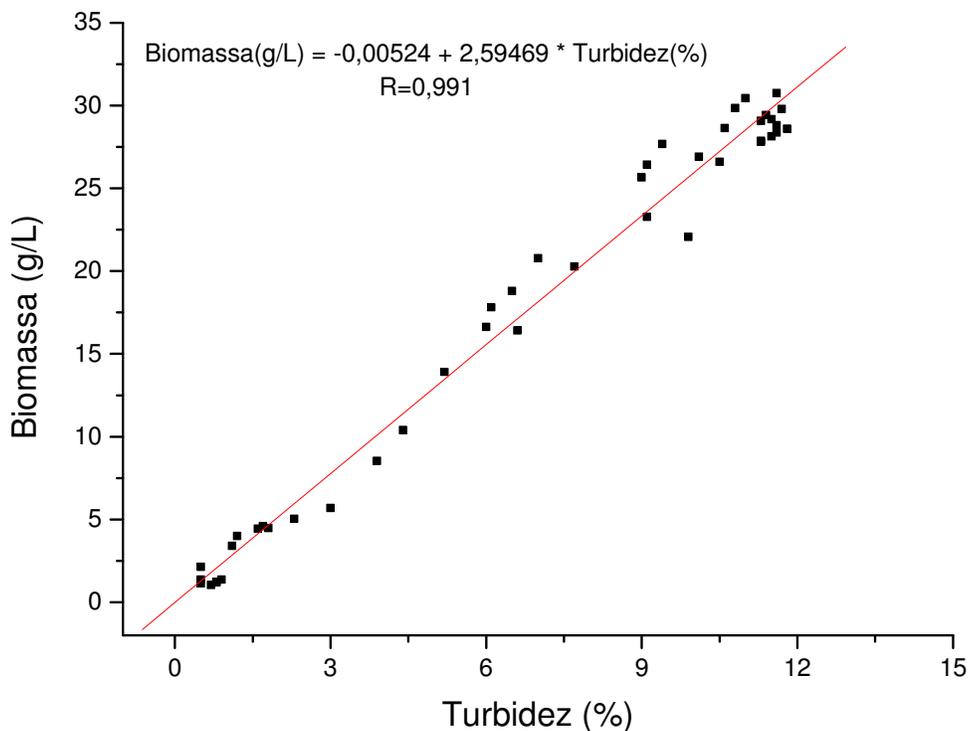


Figura III. 3 – Concentração celular em função da leitura de turbidez.

O perfil da concentração de sacarose, da glicose e da frutose e a sua transformação em açúcares redutores totais é demonstrada na Figura III. 4. Observa-se que no início da fermentação, a concentração de sacarose é bem superior à concentração da glicose e da frutose. Com o decorrer do sistema batelada, as leveduras através de enzimas do tipo invertase, hidrolisam a sacarose em glicose e frutose ocorrendo um aumento significativo da concentração destes açúcares no meio de fermentação.

Nesta figura fica bem evidenciado um grande período de adaptação das leveduras no meio (fase *lag*) de cerca de 30 horas devido ao problema de atividade do inóculo e que durante todo o processo fermentativo a levedura apresenta uma preferência em consumir a glicose do que a frutose, pois a concentração de glicose é sempre menor.

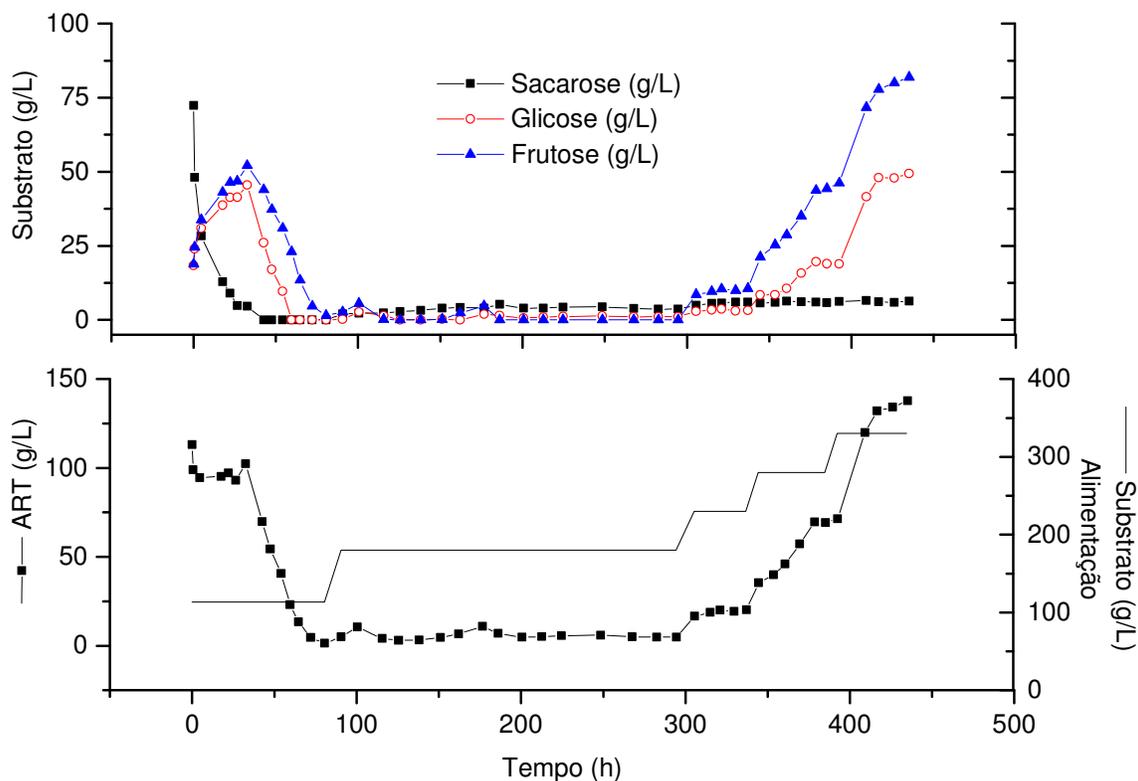


Figura III. 4 – Perfil da concentração dos açúcares durante o processo fermentativo.

Quando a concentração de substrato na alimentação era de 180 g/L a concentração no reator foi praticamente próxima de zero indicando a conversão total dos açúcares em álcool. Quando a concentração de substrato na alimentação passou para o segundo nível, onde a concentração era de 230 g/L, a conversão começou a diminuir sobrando principalmente frutose no meio de fermentação.

Com a concentração de substrato na alimentação no terceiro nível, na concentração de 330 g/L, a conversão diminuiu ainda mais sobrando cerca de 65 g/L de açúcares, destes cerca de 50 g/L de frutose. Neste caso a conversão ficou comprometida principalmente pela diminuição da concentração de biomassa no reator devido aos problemas mencionados acima e pela diminuição da viabilidade celular que atingiu valores médios de 80 %.

A conversão ficou seriamente comprometida quando a concentração de substrato na alimentação foi para 330 g/L. Neste nível, a concentração de biomassa no fermentador era de aproximadamente 15 g/L, metade da concentração alcançada durante o processo com alimentação de 180 g/L e com a viabilidade média de 80 %.

O perfil da concentração de etanol no fermentador e no condensador assim como o vácuo no tanque *flash* são apresentados na Figura III. 5. Esta figura permite observar que a concentração de etanol no reator oscilou praticamente entre 40 e 60 g/L. Quando a concentração de substrato na alimentação aumentou para 230 g/L houve um ligeiro aumento da concentração de etanol no reator, porém quando a concentração de substrato aumentou para 280 e 330 g/L houve uma diminuição da concentração no reator. Esta diminuição do teor de etanol foi ocasionada pela diminuição da conversão de açúcar no meio como discutido na Figura III. 4.

Já a concentração de etanol recolhido na solução condensada apresentou uma oscilação entre 300 e 500 g/L. Esta variação foi ocasionada pelo nível de vácuo do tanque *flash* que embora permanecesse praticamente constante, mudou durante o processo. No final da fase batelada até meados do processo contínuo com alimentação de substrato de 180 g/L, o nível de vácuo ficou em torno de 110 mmHg.

Com o aumento da concentração celular, o meio fermentativo diminui seu ponto de ebulição evaporando mais facilmente e conseqüentemente ocorrendo o fenômeno de fervura. Para evitar este fenômeno, que a principio é interessante, mas desestabiliza o controle do nível do tanque *flash*, o nível de vácuo foi aumentado para 120 mmHg. Este aumento de 10 mmHg no vácuo do tanque *flash* foi o suficiente para mudar significativamente o teor de álcool da solução condensada.

Com o aumento da concentração de substrato na alimentação a quantidade de álcool encontrado no condensado também aumentou embora ainda sobrassem açúcares no meio de fermentação. Isto indica que o processo é auto-ajustável, mantendo a concentração de etanol no reator praticamente constante mesmo com as perturbações ocasionadas pela alimentação.

Durante o processo fermentativo ocorreram paradas rápidas para manutenção do sistema e resolução de pequenos problemas e com isso houve a quebra do vácuo do sistema que ficou registrado nos picos dos valores de vácuo do tanque *flash*.

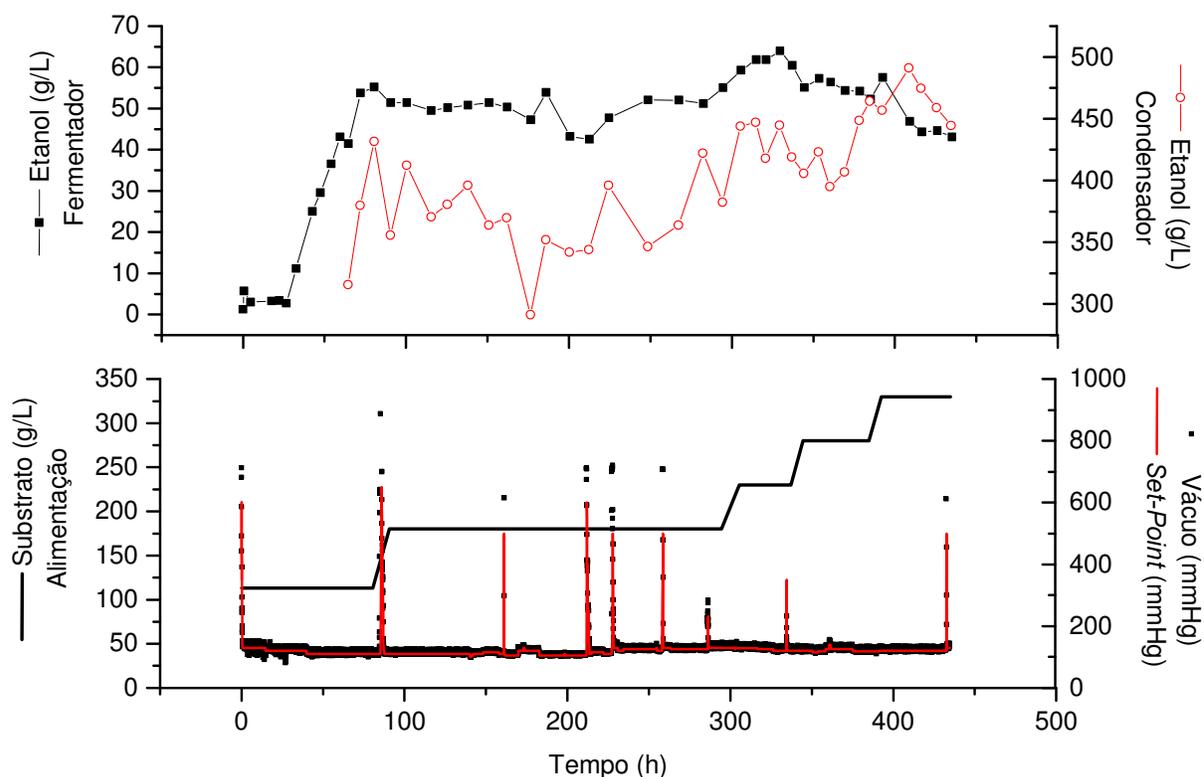


Figura III. 5 – Perfil da concentração de etanol no fermentador e no condensado e o vácuo no tanque *flash*.

Para uma melhor visualização dos parâmetros envolvidos no tanque *flash*, a Figura III. 6 apresenta o perfil do volume condensado pontualmente e totalizado e a vazão de entrada no tanque *flash*.

A vazão de entrada do tanque *flash* foi mantida entre 200 e 250 L/h. As alterações da vazão são referentes à mudança de *Set-point* promovidas para melhorar o controle da pressão do sistema de filtração. Durante o processo fermentativo foram recolhidos cerca de 7 litros de solução condensada e o volume recolhido em cada amostra variou conforme o tempo de amostragem e as condições de vácuo do tanque *flash*.

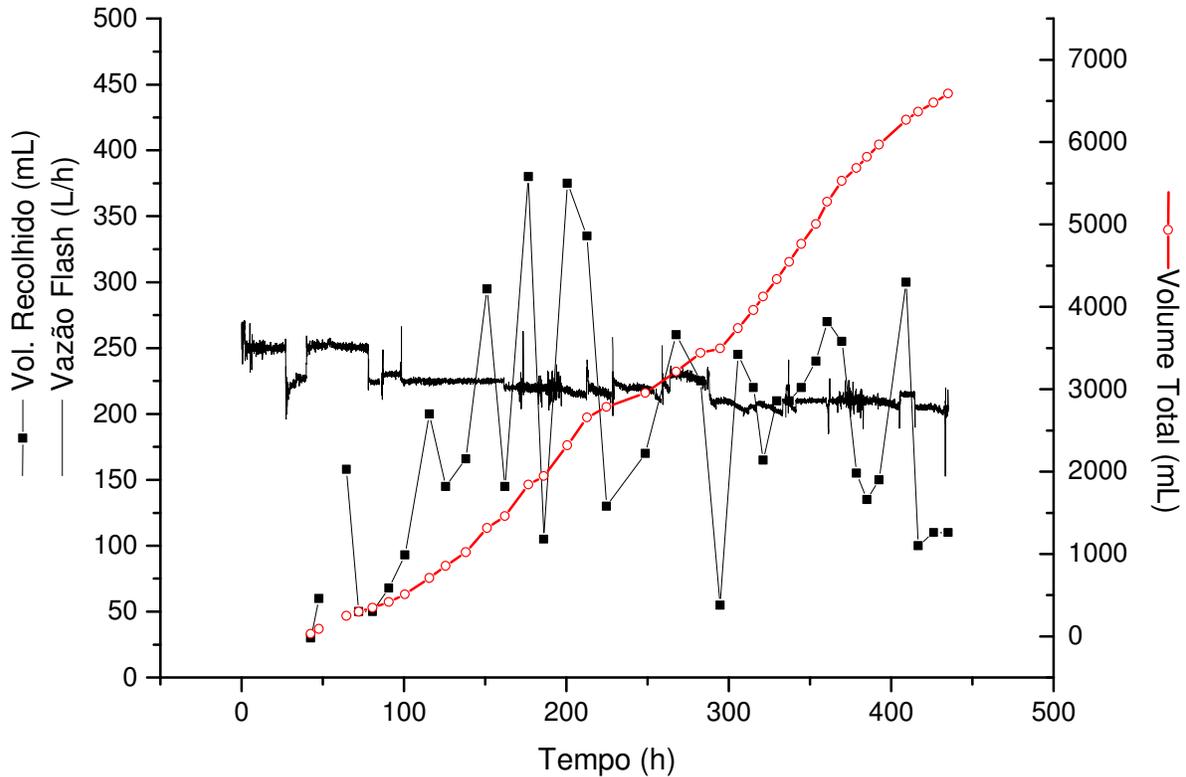


Figura III. 6 – Vazão de entrada no tanque *flash* e volume de condensado recolhido.

A variação da temperatura no fermentador, no tanque *flash* e na sala onde estão localizados os equipamentos é apresentada na Figura III. 7. É possível observar que a temperatura do tanque *flash* sempre esteve um pouco acima a registrada pelo fermentador. Este fato pode ser explicado por problemas de calibração, mas esta oscilação é relativamente baixa. Já a temperatura da sala sempre variou conforme o horário do dia sendo influenciada também pelo calor liberado pelos equipamentos.

Por problemas de falta de água no prédio onde estão localizados os equipamentos, o controle da temperatura do processo fermentativo foi perdido chegando em um caso próximo de 45 °C. Nesta temperatura o sistema ferveu, transbordando meio do tanque *flash* para o sistema de pré-condensação.

Durante os ensaios experimentais ocorreram 4 faltas de água não programadas e 2 faltas de energia com um tempo de aviso inferior a 10 horas. Por causa do sistema de alarme estes percalços foram solucionados a tempo hábil de modo a não perder o ensaio experimental.

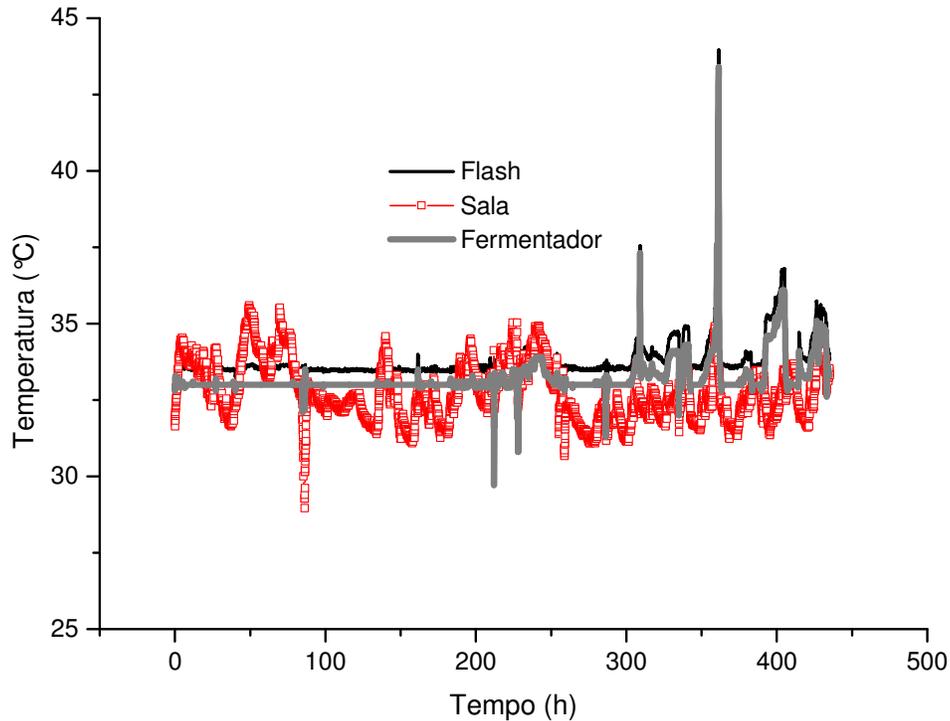


Figura III. 7 – Variação da temperatura do processo no fermentador e no tanque *flash* e da sala de equipamentos.

As variações da concentração de glicerol e do pH do processo fermentativo são apresentados na Figura III. 8. A curva da concentração de glicerol demonstra uma tendência de aumento com o decorrer com o tempo, que pode ser justificado pelo aumento da concentração de substrato na alimentação que favorece uma condição adversa para as leveduras. Esta condição adversa induz a levedura a produzir mais glicerol. Um outro fator relevante a ser considerado é a concentração do glicerol no meio fermentativo com o decorrer do tempo.

A variação do valor de pH passou por um valor mínimo que coincide com o final do nível de alimentação de substrato de 180 g/L. Com o aumento da concentração

de substrato, o pH também foi aumentando indicando um efeito tamponante do substrato no meio fermentativo.

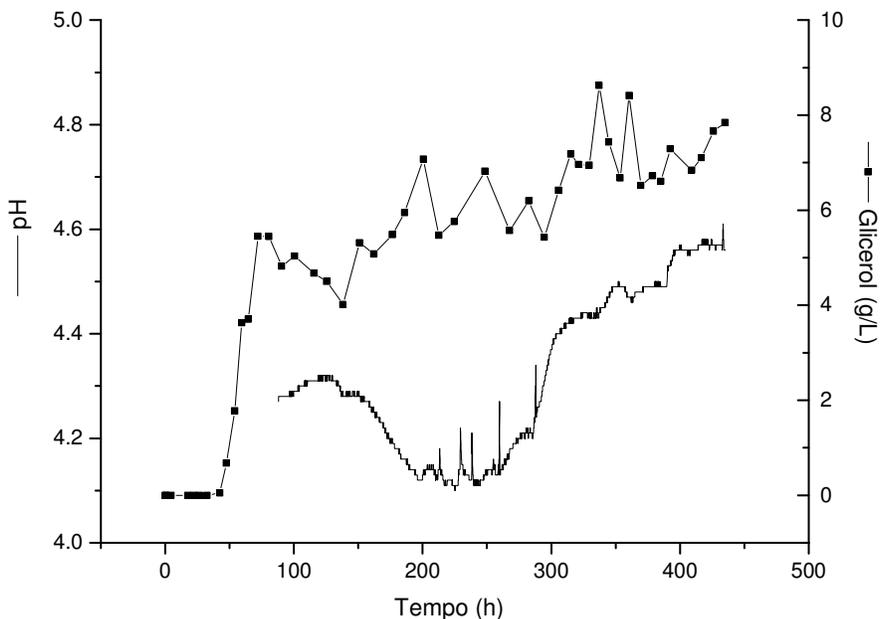


Figura III. 8 – Variação da concentração de glicerol e do pH do processo fermentativo.

A Figura III. 9 apresenta a produtividade obtida experimentalmente comparada com a esperada para a conversão total dos açúcares assim como a concentração de substrato na alimentação. Neste caso foi considerado que a constante de rendimento de produto em relação ao substrato ( $Y_{ps}$ ) igual 0,47.

Quando a concentração de substrato na alimentação era de 180 g/L a produtividade do sistema foi de 8,25 g/L/h frente a um esperado de 8,46 g/L/h. No segundo nível do processo, com concentração de substrato na alimentação de 230 g/L a produtividade alcançada foi de 10 g/L/h sendo o esperado de 10,8 g/L/h. Nos níveis seguintes de concentração de substrato na alimentação, 280 e 330 g/L, a produtividade oscilou devido a conversão parcial dos açúcares.

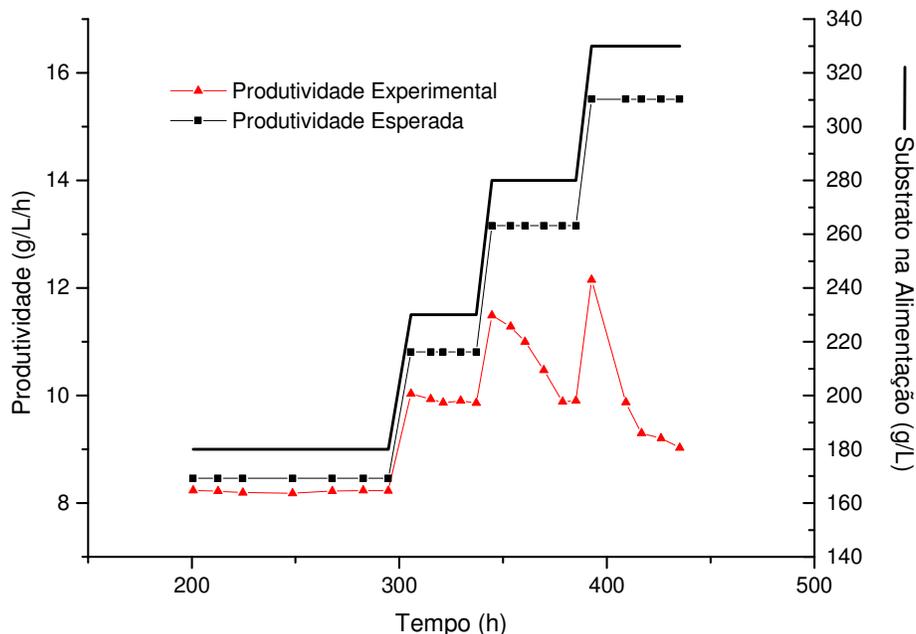


Figura III. 9 – Produtividade obtida experimentalmente comparada com a esperada para a conversão total de açúcares.

#### III.4.2 Sistema Fermentativo Tradicional

A Tabela III. 2 apresenta os resultados médios obtidos em fermentação contínua para a análise da influência da taxa de diluição e da concentração de biomassa no reator. A taxa de diluição variou entre 0,05 a 0,2 h<sup>-1</sup> e a concentração celular foi mantida pelo volume de célula ocupado no reator conforme descrito em material e métodos. Foi realizado um total de 16 fermentações, totalizando mais de 1245 horas de processos fermentativos, ou seja, quase 52 dias.

Os pontos de cada ensaio foram obtidos depois que o volume celular estabilizou na condição desejada, sendo aguardado um período de pelo menos seis horas com uma amostragem de três amostras em cada condição. A viabilidade celular manteve-se elevada durante todas as fermentações apresentando valores iguais e superior a 80 %.

Com relação a concentração de sacarose, nota-se que as fermentações apresentaram valores de concentração zero, na verdade nos cromatogramas analisados

aparecia um pico pequeno no mesmo tempo de residência que a sacarose, sendo o valor lido um ruído de um composto desconhecido. Por experiência essa levedura apresenta uma poder de inversão grande não podendo apresentar concentração de sacarose dentro das condições estudadas.

Na maioria das condições estudadas, a concentração de glicose foi menor que a concentração de frutose indicando uma preferência ao consumo de glicose frente a frutose. Com relação a concentração de glicerol é possível observar que os valores finais ficaram entre 4,7 e 5,9 g/L.

A relação entre o produto formado e o substrato consumido Yps se mantém praticamente constante durante todos os ensaios realizados.

Para descrever o restante das respostas, foram realizados gráficos das variáveis em função da taxa de diluição e da concentração de biomassa do sistema. Para isso utilizou-se o software *Table Curbe* 3D para ajustar, apenas de forma ilustrativa, superfícies aos dados experimentais. Deste modo foi possível uma melhor visualização da tendência dos dados experimentais. Em todos os casos as superfícies ajustadas apresentaram coeficiente de correlação superior a 90%.

A Figura III. 10 apresenta o comportamento da concentração de etanol em função da taxa de diluição e da biomassa do sistema, onde verifica-se que para baixas taxas de diluição a concentração de células tem pouca importância, enquanto que em altas taxas de diluição a concentração celular é mais significativa. A produção de etanol só atinge níveis elevados em baixas taxas de diluição, independentemente das concentrações celulares utilizadas.

O consumo dos açúcares redutores totais (ART) é apresentado na Figura III. 11, onde observa-se que quanto maior for a biomassa do sistema maior será o consumo deste composto, sendo ainda que para baixas taxas de diluição, esse valor se aproxima de zero.

Tabela III. 2 - Resultados obtidos da fermentação contínua

Teste	D	Biomassa			Açúcares (g/L)					Glicerol g/L	Etanol g/L	Yps	Conv. %	Produtividade (g/L/h)		
		g/L	% (v/v)	Viab.	Sacarose	Glicose	Frutose	ART	Meio					P	X	Glicerol
1	0,05	17,54	10	80	0,00	3,87	5,52	9,40	186,58	4,93	84,44	0,48	0,93	4,22	0,88	0,25
2	0,05	19,72	14	90	0,00	0,00	7,50	7,50	187,56	5,93	84,61	0,47	0,92	4,23	0,99	0,30
3	0,05	29,68	20	85	0,00	3,80	5,44	9,23	181,02	5,83	89,14	0,47	0,92	4,46	1,48	0,29
4	0,07	32,71	22	83	0,00	0,00	9,77	9,77	181,02	5,27	80,74	0,47	0,92	5,65	2,29	0,37
5	0,08	30,01	24	90	0,00	0,00	0,00	0,00	187,11	5,03	88,82	0,47	0,93	7,11	2,40	0,40
6	0,09	34,94	24	80	0,00	5,78	8,97	14,74	180,83	5,44	84,85	0,46	0,90	7,44	3,06	0,48
7	0,10	15,83	10	94	0,00	3,30	21,10	24,40	181,65	4,91	73,93	0,47	0,92	7,39	1,58	0,49
8	0,10	32,94	21	80	0,00	8,05	14,92	22,97	178,25	5,53	80,39	0,47	0,91	8,04	3,29	0,55
9	0,15	17,44	10	94	0,00	9,15	24,84	33,99	183,67	4,72	69,06	0,46	0,90	10,36	2,62	0,71
10	0,15	37,42	20	85	0,00	0,00	10,32	10,32	180,91	5,19	80,70	0,47	0,93	12,10	5,61	0,78
11	0,15	38,24	28	85	0,00	1,30	7,60	8,90	185,15	5,70	83,48	0,47	0,93	12,52	5,74	0,86
12	0,20	15,02	10	100	0,00	23,74	32,58	57,47	182,17	4,43	58,84	0,47	0,92	11,77	3,00	0,89
13	0,20	24,78	17	90	0,00	8,56	16,62	25,18	182,17	5,07	74,36	0,47	0,93	14,87	4,96	1,01
14	0,20	32,96	24	90	0,00	10,14	17,27	27,41	182,07	5,21	70,76	0,46	0,90	14,15	6,59	1,04
15	0,20	27,43	20	90	0,00	0,35	17,87	18,22	180,18	4,91	76,97	0,48	0,93	15,39	5,49	0,98
16	0,23	33,42	28	90	0,00	1,20	14,74	15,94	184,05	4,93	78,92	0,47	0,92	18,15	7,69	1,13

D: Taxa de diluição

P: Etanol

X: Biomassa

Viab: Viabilidade

Conv: Conversão.

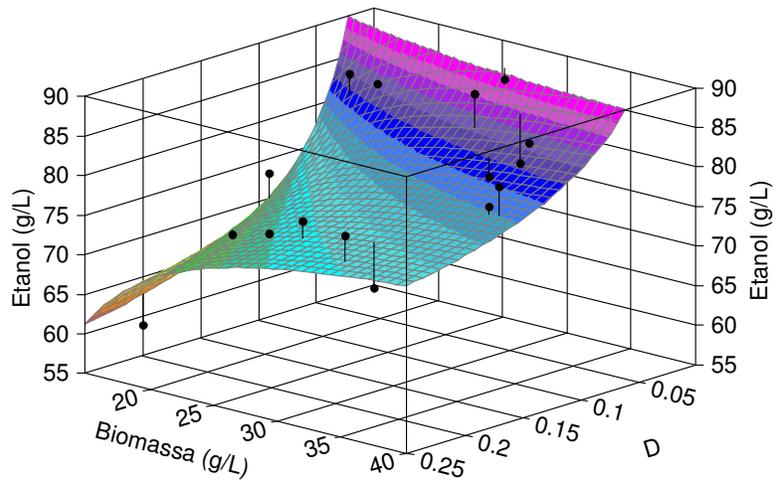


Figura III. 10 – Variação da concentração de etanol nos processos fermentativos em função da taxa de diluição e concentração de celular.

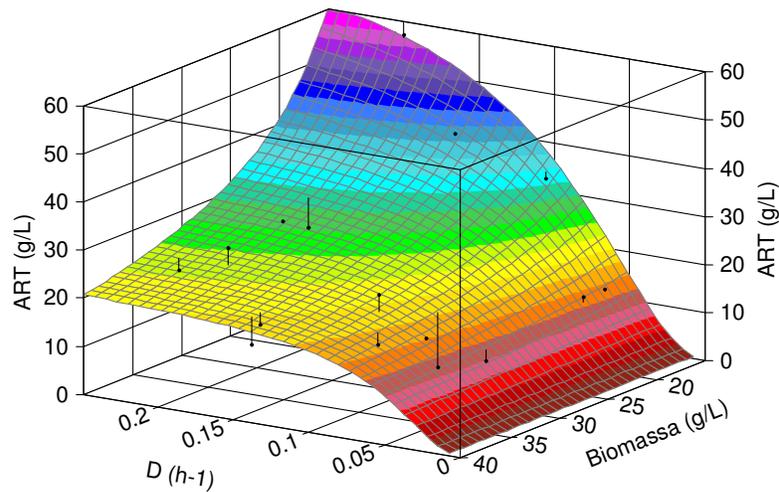


Figura III. 11 – Comportamento da concentração de ART nos processos fermentativos

O rendimento do processo em etanol, que é definida pela equação 1 é apresentada na Figura III. 12, onde pode-se verificar um comportamento semelhante à relação entre o produto formado e o substrato consumido.

$$\text{Rendimento} = \frac{P - P_m}{(S_m - S) \cdot 0.511} \quad (1)$$

onde: P é a concentração de etanol no meio fermentativo, P<sub>m</sub> é a concentração de etanol no meio de alimentação, S<sub>m</sub> a concentração de substrato no meio de alimentação e S é a concentração de substrato (ART) no fermentador. O valor 0,511 é o coeficiente estequiométrico de conversão teórica de ART em etanol.

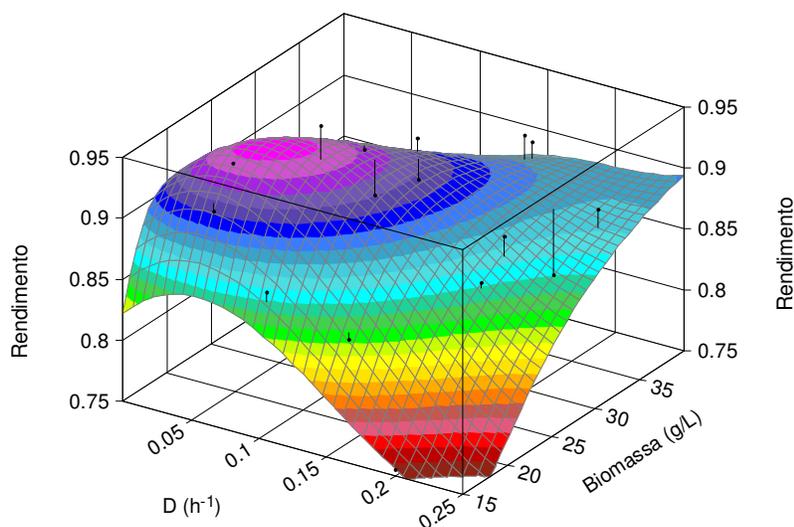


Figura III. 12 – Rendimento do substrato nos processos fermentativos.

A produtividade é apresentada na Figura III. 13, onde verifica-se que quanto maior for a taxa de diluição, maior será a produtividade do processo. No entanto, neste sistema, perde-se muito açúcar em altas taxas de diluição, significando um baixo rendimento, o que não é economicamente interessante.

Fica claro através deste estudo que a levedura se encontra fortemente inibida pelo etanol, não promovendo altas conversões e produtividades, simultaneamente. Seriam necessários mais estágios para permitir uma melhor performance do sistema, o que, aliás, já vem sendo adotado nas destilarias contínuas brasileiras. Caracteriza-se, portanto, a necessidade de um recurso tecnológico adicional para se obter melhores

índices de performances, o que justifica este trabalho como proposta alternativa aos processos contínuos múltiplos estágios encontrados atualmente.

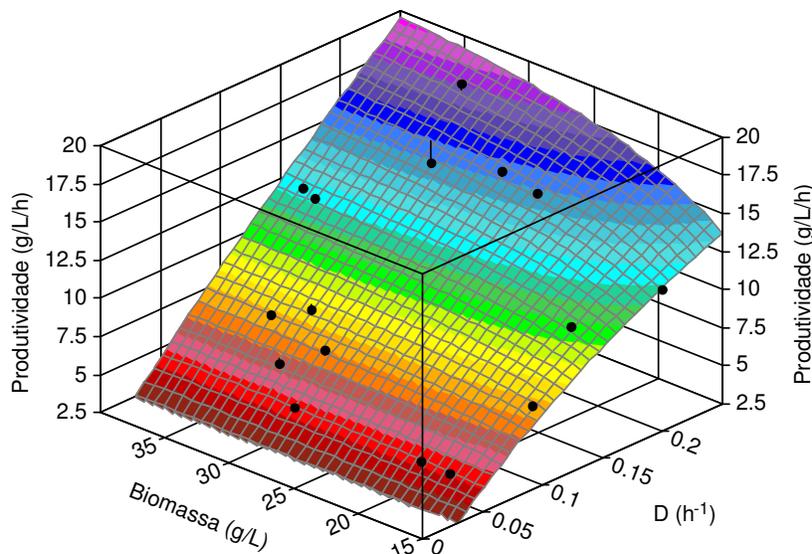


Figura III. 13 – Produtividade em etanol nos processos fermentativos.

### III.4.3 Comparação entre o Processo Extrativo e o Contínuo Tradicional

Para comparar o processo extrativo com o contínuo tradicional foram utilizados os dados de produtividade apresentados na Figura III. 9 e na Figura III. 13.

Para o processo tradicional, considerando a concentração celular de 10 % em volume no reator, a taxa de diluição de  $0,1 \text{ h}^{-1}$  e concentração de substrato de 180 g/L na alimentação, a produtividade encontrada foi, em média, de 7,5 g/L/h.

Para o processo extrativo nas mesmas condições citadas anteriormente a produtividade foi em média de 8,25 g/L/h, ou seja um pouco superior ao encontrado no processo tradicional. Porém, quando a concentração de substrato na alimentação era de 230 g/L a produtividade do sistema extrativo, para a concentração celular de 10 % e taxa de diluição de  $0,1 \text{ h}^{-1}$ , foi em média de 10 g/L/h. A mesma produtividade foi encontrada no processo tradicional aumentando a taxa de diluição e a concentração celular do processo.

### III.5. Conclusões

Neste capítulo foi realizado o ensaio fermentativo extrativo mantendo a concentração de células no reator constante a 10 % em volume e a concentração de substrato na alimentação variando entre 180, 230, 280 e 330 g/L.

Os resultados obtidos permitem concluir que:

Para o controle da concentração de biomassa no reator a leitura de turbidez é mais eficiente do que o volume ocupado pela biomassa.

Durante o processo fermentativo a concentração celular alcançou valores próximo de 30 g/L quando a concentração de substrato na alimentação era de 180 e 230 g/L e diminuiu quando a concentração na alimentação era de 280 e 330 g/L afetando de certo modo o rendimento do processo.

A viabilidade celular permaneceu elevada (maior que 90 %) enquanto ocorria a concentração celular. Quando o sistema de filtração foi exigido para manter a taxa de diluição, ou seja, a pressão no sistema de filtração foi elevada para forçar a permeação, a viabilidade diminuiu (75 a 80 %) devido ao atrito entre os poros do filtro e a parede celular.

Durante o processo fermentativo, a concentração de açúcares no reator foi convertida praticamente na sua totalidade para concentração de substrato na alimentação de 180 e 230 g/L. Para as concentrações de 280 e 330 g/L a conversão não foi total, sobrando açúcar principalmente frutose. Em partes, esta diminuição na conversão foi agravada pela diminuição da concentração e viabilidade celular. Caso a concentração celular no interior do reator fosse maior, cerca de 60 g/L, provavelmente a conversão seria total.

O teor de etanol no meio fermentativo oscilou entre 40 e 60 g/L mesmo com a perturbação ocasionada pela mudança da concentração de substrato na alimentação. Já

a concentração de álcool na solução condensada variou entre 300 e 500 g/L ocasionada pela variação do nível de vácuo do tanque *flash*.

A produtividade em etanol para a concentração de substrato na alimentação de 180 e 230 g/L foi de 8,25 e 10 g/L/h respectivamente, valor este superior ao encontrado no processo tradicional de 7,5 g/L/h.

## Conclusões Gerais

Para a montagem e instrumentação do processo fermentativo extrativo foram realizadas 3 grandes alterações no protótipo concebido inicialmente, que possibilitaram o desenvolvimento de ensaios experimentais. O protótipo desenvolvido em bancada de laboratório é robusto satisfazendo a condição de fermentação contínua extrativa sendo que a configuração proposta ainda necessita de alguns ajustes pra a melhoria do seu desempenho, mas foi a melhor configuração conseguida com os recursos materiais, financeiros e tempo disponível.

As rotinas e sub-rotinas e as Interfaces Homem Máquinas desenvolvidas para o controle do processo fermentativo extrativo foi fundamental para a sua operacionalidade sendo que apresentaram um bom desempenho e robustez.

O sistema *flash* funcionou corretamente, do qual foi obtida uma solução alcoólica no condensado por volta de 50 °GL. A fermentação operou com concentrações de etanol de 5 °GL, valor este pouco inibitório para a levedura do processo, mesmo com alimentações concentradas de melaço, contendo até 330 g/l de açúcar.

A produtividade em etanol para a concentração de substrato na alimentação de 180 e 230 g/L foi de 8,25 e 10 g/L/h respectivamente, valor este superior ao encontrado no processo tradicional de 7,5 g/L/h.

Este resultado vem de encontro ao objetivo inicial que era de viabilizar a operação do sistema, com baixo teor de etanol no meio fermentativo, para garantir altas produtividades, mesmo em condições de alta concentração de açúcares na alimentação. Embora os parâmetros operacionais do processo não estejam ainda otimizados, verificou-se que a produtividade do sistema foi superior ao do processo contínuo convencional.



## Sugestões para Trabalhos Futuros

Devido aos problemas surgidos com a montagem do Protótipo Experimental e pelo prazo de execução do trabalho proposto ter findado, não foram executados todos os ensaios planejados inicialmente, portanto sugere-se para trabalhos futuros as seguintes propostas:

- Realização de ensaios fermentativos em condições de volume de biomassa no reator de 15, 20, 25 e 30% testando as mesmas condições de concentração de substrato na alimentação;
- Modelagem do processo fermentativo utilizando modelos matemáticos determinísticos já existentes e ajuste de parâmetros cinéticos e termodinâmicos do modelo;
- Estudo dinâmico do processo através de simulação em computador;
- Otimização das condições operacionais utilizando a metodologia de superfície de respostas via simulação em computador buscando a maximização do rendimento, da produtividade e da conversão em etanol;
- Determinação da estrutura de controle identificando as variáveis manipuladas e suas faixas de atuação.
- Implementação experimental do processo otimizado e do controlador DMC linear avaliando o desempenho e a robustez do processo



## Referências Bibliográficas

- AGÊNCIA-BRASIL. **Governo planeja destinar R\$ 500 milhões para a estocagem do álcool** Disponível em: <<http://www.agenciabrasil.gov.br/>>. Acesso em: 01/06/2004. Publicado em 22 abril 2004.
- AGÊNCIA-BRASIL. **Célula combustível brasileira obtém hidrogênio do álcool de cana** Disponível em: <<http://www.paginarural.com.br/>>. Acesso em: 10/06/2004. Publicado em 21 de julho de 2003.
- AGÊNCIA-UDOP. **Presidente Lula enaltece o álcool combustível** Disponível em: <<http://www.jornalcana.com.br/>>. Acesso em: 01/06/2004. Publicado em 21 maio 2004.
- ALVES, J. G. L. F. **Estudo da influência da temperatura na cinética de crescimento anaeróbico de *Saccharomyces cerevisiae***. Campinas - SP., 1996. 69p. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- ANDRIETTA, S. R. **Modelagem, simulação e controle de fermentação alcoólica em escala industrial**. Campinas - SP, 1994. 178p. Tese (Doutor em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- ANDRIETTA, S. R.; STUPELLO, J. P.; MAUGERI, F.; FIORIM, F.; FABRO, J. L.; PALMER, C. L. S. e GAMBARO, V. V. Fermentação contínua - Projeto, controle e aspectos operacionais (Usina Guarani). **STAB - Tecnologia/Pesquisa**, v.Maio/Junho, n.5, p.26-30, 1994.
- ASTRÖM, K. J. e HÄGGLUND, T. Automatic tuning of simple regulators with specifications on phase and amplitude margins. **Automatica**, v.20, n.5, p.645-651, 1984.
- ATALA, D. I. P. **Fermentação alcoólica com alta densidade celular: Modelagem cinética e convalidação de parâmetros**. Campinas - SP., 2000. 135p. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- ATALA, D. I. P.; COSTA, A. C.; MACIEL, R. e MAUGERI, F. Kinetics of ethanol fermentation with high biomass concentration considering the effect of temperature.

**Applied Biochemistry and Biotechnology**, v.91-3, p.353-365, Spr, 2001. Appl. Biochem. Biotechnol.

BERTO, M. I. **Avaliação experimental do controle da pasteurização contínua de um fluido modelo de suco de laranja**. Campinas, 2004. 271p. Tese (Doutor em Engenharia de Alimentos). Departamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

BERTO, M. I.; SILVEIRA JUNIOR, V. e SÁ, F. R. D. Avaliação de controles PID adaptativos para um sistema de aquecimento resistivo de água. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Enviado sob código n. 1243, 2004.

CAMPOS, I. Biodiesel e biomassa: duas fontes para o Brasil. **Revista Eco 21**, v.80, n.jul., 2003.

CARNICELLI, M. **Álcool volta à tona com motor bicombustível** Disponível em: <[http://carsale.uol.com.br/opapoecarro/mercado/mercado\\_190304.shtml](http://carsale.uol.com.br/opapoecarro/mercado/mercado_190304.shtml)>. Acesso em: 20/05/2004. Última atualização: 19/03/2004.

CARVALHO, B. S. **Efeito da temperatura na cinética de morte celular e em fermentação alcoólica contínua com reciclo de células**. Campinas - SP., 1996. 83p. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

CARVALHO, M. M. D. Programa brasileiro de etanol vai ser discutido em Xangai no dia 26. **Jornal da Cidade**, Bauru, 2004. <http://www.paginarural.com.br/>, 21 maio 2004.

CESAR, E. Biodiesel no tanque. **Pesquisa Fapesp**, v.94, n.12, 2003.

CHRISTEN, P.; MINER, M. e RENON, H. Ethanol extraction by supported liquid membrane during fermentation. **Biotechnology and Bioengineering**, v.36, p.116-123, 1990.

COSTA, A. C.; ATALA, D. I. P.; MAUGERI, F. e MACIEL, R. Factorial design and simulation for the optimization and determination of control structures for an extractive alcoholic fermentation. **Process Biochemistry**, v.37, n.2, p.125-137, Oct, 2001. Process Biochem.

- COSTA, A. C.; MAUGERI, F. e MACIEL, R. **Processo Fapesp 98/09198-6**. Campinas, 1998. Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas.
- COUGHANOWR, D. R. e KOPPEL, L. B. **Análise e controle de processos**. Tradução de Carlos Augusto G. Perlingeiro e outros. Rio de Janeiro: Guanabara, 1978. 474p.
- CUNHA, R. D. F. Financiamento da estocagem do álcool deve ser prorrogado. **Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento**, Brasília, 28 janeiro. 2004. Editorial: Indústria.
- CYSEWSKI, G. R. e WILKE, C. R. Process design and economic studies of alternative fermentation methods for the production of ethanol. **Biotechnology and Bioengineering**, v.20, n.9, p.1421-1444, 1978.
- DAUGULIS, A. J.; AXFORD, D. B.; CISZEK, B. e MALINOWSKI, J. J. Continuous fermentation of high-strength glucose feeds to ethanol. **Biotechnol.Lett**, v.16, n.6, p.637-42, 1994.
- DAUGULIS, A. J. e SWAINE, D. E. Examination of substrate and product inhibition kinetics on the production. **Biotechnology and Bioengineering**, v.29, n.5, p.639-645, 1987.
- ENCARNAÇÃO JÚNIOR, G. Álcool Revisitado. **Economia & Energia**, v.34, n.set-out, 2002.
- FERREIRA, O. C. Avaliação preliminar do potencial de produção de etanol da cana de açúcar. **Economia & Energia**, v.34, n.set-out, 2002.
- FRANCO, L. R. H. R. Uma visão geral sobre Fieldbuses. **Revista Eletricidade Moderna**, 2003.
- GARLICK, L. Biostil - Fermentation of Molasses Cane Juice Using Continuous Fermentation. **Sugar Journal**, v.46, n.4, p.13-16, 1983.
- HORNG, J.-H. SCADA system of DC motor with implementation of fuzzy logic controller on neural network. **Advances in Engineering software**, v.33, p.361-364, 2002.

- ISHIDA, K. e SHIMIZU, K. Novel Repeated Batch Operation for *Flash* Fermentation System: Experimental Data and Matchematical Modelling. **J. Chem. Tech. Biotechomol.**, v.66, p.340-346, 1996.
- JAMAL, R. Graphical object-oriented programming with *LabVIEW*. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A**, v.352, n.1-2, p.438-441, 1994.
- JANNUZI, G. D. M. Uma avaliação das atividades recentes de P&D em energia renovável no Brasil e reflexões para o futuro. **Energy Discussion Paper**, n.2.64-01/03, 2003.
- KRAUB, A.; WEIMAR, U. e GÖPEL, W. *LabVIEW* for sensor data acquisition. **Trends in analytical chemistry**, v.18, n.5, p.312-318, 1999.
- LAFFORGUE, D. C.; DELORME, P. e GOMA, G. Continuous alcoholic fermentation with *Saccharomyces cerevisiae* recycle by tangential filtration: key points for process modelling. **Biotechnology Letters**, v.16, n.7, p.741-46, 1994.
- LIMA, K. **Brasil pode liderar o fornecimento de biocombustível**. Disponível em: <<http://www.paginarural.com.br/>>. Acesso em: 01/06/2004. Publicado em 26 maio 2004.
- LUONG, J. H. T. Kinetics of ethanol inhibition in alcohol fermentation. **Biotechnology and Bioengineering**, v.27, n.3, p.280-85, 1985.
- MAIORELLA, B. L.; BLANCH, H. W. e WILKE, C. R. Feed component inhibition in ethanolic fermentation by *Saccharomyces cerevisiae*. **Biotechnology and Bioengineering**, v.26, n.10, p.1155-1166, 1984a.
- MAIORELLA, B. L.; BLANCH, H. W. e WILKE, C. R. Economic evaluation of alternative ethanol fermentation processes. **Biotechnology and Bioengineering**, v.26, n.9, p.1003-1025, 1984b.
- MOORE, J. H. Artificial intelligence programming with *LabVIEW*: genetic algorithms for instrumentation control and optimization. **Computer Methods and Programs in Biomedicine**, v.47, p.73-79, 1995.
- MORAES, C. C. e CASTRUCCI, P. L. **Engenharia de Automação Industrial**. Rio de Janeiro: LTC, 2001.

- NATALE, F. **Automação Industrial**. São Paulo: Editora Érica, 2000. 234p.
- NEIVA, J. **Fontes alternativas de energia: conservação de energia, gás natural, biomassa, carvão vegetal, álcool etílico, xisto**. Rio de Janeiro: Maty Comunicação, 1987.
- NI. **The measurement and automation: National Instruments catalog 2001**. U.S. Corporate Headquarters, 2001.
- OGATA, K. **Engenharia de Controle Moderno**. Tradução de André Fábio Kohn e outros. Rio de Janeiro: Prentice Hall do Brasil, 1985. 929p.
- OLIVEIRA, M. D. Os caminhos do hidrogênio. **Pesquisa Fapesp**, v.92, n.10, 2003.
- PERES, J. R. R. Perspectivas para fontes renováveis de energia no Brasil. **Universiabrasil.net**, 06/02, 2004.
- PUPO, M. S. **Interface homem-máquina para supervisão de um CLP em controle de processos através da WWW**. São Carlos, 2002. 113p. Dissertação (Mestre em Engenharia Elétrica). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo (USP).
- RAMALINGHAM, A. e FINN, R. K. The vacuferm process: A new approach to fermentation alcohol. **Biotechnology and Bioengineering**, v.19, p.583-589, 1977.
- RIJILLART, A.; AVOT, L.; BRAHY, D.; JÉGOU, D. e SABAN, R. Laboratory use of industrial control systems. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A**, v.352, n.1-2, p.480-483, 1994.
- ROCHA, I. e FERREIRA, E. C. On-line simultaneous monitoring of glucose and acetate with FIA during high cell density fermentation of recombinant E. coli. **Analytica Chimica Acta**, v.462, p.293-304, 2002.
- RODRIGUES, L. H. Adaptação da automação de uma planta industrial tradicional para tecnologia Fieldbus. In: Anais de Trabalho de Diploma do Instituto de Engenharia Elétrica - Escola Federal de Engenharia de Itajubá, 1999, Itajubá, <<http://gerson.iee.efe.br/~labfield/pub.htm>>.

- SANTOS, A. D. S.; VALLE, M. L. M. e GIANNINI, R. G. A experiência brasileira no desenvolvimento de um combustível binário álcool-diesel. **Economia & Energia**, v.20, n.mai-jun, 2000.
- SILVA, E. P. D. **Sistema de geração de energia elétrica de células a combustível operando com hidrogênio obtido da reforma do etanol**: Projeto de Pesquisa - Laboratório de Hidrogênio da Unicamp - CENEH. Campinas: Unicamp, 2002.
- SILVA, F. L. H. **Modelagem, simulação e controle de fermentação alcoólica contínua extrativa**. Campinas - SP, 1997. 162p. Tese (Doutor em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- SILVA, F. L. H.; RODRIGUES, M. I. e MAUGERI, F. Dynamic modelling, simulation and optimization of an extractive continuous alcoholic fermentation process. **J. Chem. Technol. Biotechnol.**, v.74, p.176-182, 1999.
- SILVA, F. V. D. **Comparação do desempenho de um sistema de refrigeração para resfriamento de líquido controlado a diferentes modos de controle**. Campinas, 2003. 327p. Tese (Doutor em Engenharia de Alimentos). Departamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- SILVEIRA, P. R. D. e SANTOS, W. E. **Automação e controle discreto**. São Paulo: Editora Érica, 1998. 230p.
- SIQUEIRA, E. P. F. **Efeito da temperatura na cinética da fermentação alcoólica com alta densidade celular**. Campinas - SP., 1997. 87p. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.