

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL**  
**CURSO DE QUÍMICA INDUSTRIAL**  
**UNIDADE UNIVERSITÁRIA DE DOURADOS**  
**RELATÓRIO FINAL DE ESTÁGIO**

**PRISCILA TOSCHI DA SILVA**

**ANÁLISES DE CONTROLE DE QUALIDADE INDUSTRIAL COM**  
**ÊNFASE NOS PROCESSOS DE FERMENTAÇÃO E DESTILARIA**  
**NA PRODUÇÃO DE ETANOL NA USINA SÃO FERNANDO**

**DOURADOS**

**2014**

**PRISCILA TOSCHI DA SILVA**

**ANÁLISES DE CONTROLE DE QUALIDADE INDUSTRIAL COM  
ÊNFASE NOS PROCESSOS DE FERMENTAÇÃO E DESTILARIA  
NA PRODUÇÃO DE ETANOL NA USINA SÃO FERNANDO**

*Relatório Técnico Científico de Estágio Curricular  
Supervisionado Obrigatório II apresentado ao  
Curso de Química Industrial da Universidade  
Estadual de Mato Grosso do Sul sob Supervisão  
Técnica do Eng. José Geraldo da Silva e orientação  
do Professor Dr. Gilberto José de Arruda.*

**DOURADOS**

**2014**

## **BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Dr. Gilberto José de Arruda  
Orientador (COES/UEMS)

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Jandira Aparecida Simoneti  
(COES/UEMS)

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Leila Cristina Konradt Moraes  
(COES/UEMS)

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Marcelina Ovelar Solaliendres  
(COES/UEMS)

Dourados, 05 de Dezembro de 2014.

## DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho à minha família Toschi, símbolo do Espírito de Deus em minha vida, representando de forma singela a união, o amor e o carinho; sentimentos estes que me fazem ter forças pra sempre continuar a remar. De maneira especial aos meus pais, por me ensinarem a sonhar.*

## AGRADECIMENTOS

Confesso que desafio tão grande quanto escrever este trabalho foi utilizar poucas palavras para agradecer às pessoas que estiveram presentes direta ou indiretamente me apoiando. Primeiramente, de maneira imprescindível, agradeço à Deus, o verdadeiro responsável por esta conquista, pois à Ele entreguei minha vida, confiei minhas escolhas e a minha fé, e assim seguirei enquanto eu viver.

Agradeço aos meus pais, Simone e Marcos, que são minha estrutura e pilares, inexplicavelmente eles me ensinam a sonhar e a lutar como guerreira, enfrentando qualquer batalha que eu possa considerar invencível. Sem dúvida alguma eles são a verdadeira razão de tudo, juntamente com meu irmão Vínicus, melhor amigo, cúmplice e parceiro “sem limites”.

Também agradeço a todos os membros da minha família por terem estado ao meu lado de corpo, alma e coração, além das orações e constantes ensinamentos não medindo dedicação e paciência.

Ao “anjo em forma de gente” Danyyel, melhor pessoa que tive a graça de conhecer, um verdadeiro companheiro de aventuras, que iluminou meu caminho e fez tudo parecer mais alegre, doce e divertido. E aos amigos que agora são irmãos, Linston e Rafael Dias que levarei comigo para sempre.

À Usina São Fernando pela oportunidade e disponibilidade de aprendizagem no estágio, ao Vitor, ao José Geraldo e aos companheiros da “Chapa do Laboratório Industrial”, pessoas incríveis e inesquecíveis.

E por fim, a todos os professores e amigos que foram peças fundamentais na conclusão deste importante ciclo.

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	11
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	13
	2.1 Objetivos Gerais .....	13
	2.2 Objetivos Específicos.....	13
<b>3</b>	<b>CARACTERIZAÇÃO DA EMPRESA</b> .....	14
<b>4</b>	<b>DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES DESENVOLVIDAS NO ESTÁGIO</b> ...	16
	<b>4.1 Integração com a empresa</b> .....	16
	<b>4.2 Processo de produção de açúcar e etanol</b> .....	16
	<b>4.3 Processo de fermentação alcoólica</b> .....	17
	<b>4.4 Processo de destilação</b> .....	21
	<b>4.5 Análises e controle de qualidade nos processos de fermentação e destilação</b> .....	23
	4.5.1 Análises físico-químicas do processo de fermentação alcoólica .....	24
	4.5.1.1 Mosto.....	24
	4.5.1.2 Levedo tratado (Cuba).....	27
	4.5.1.3 Vinho Bruto (Dorna) .....	29
	4.5.1.4 Torre de recuperação de etanol arrastado pelo CO <sub>2</sub> .....	30
	4.5.1.5 Amostras de creme e vinho das centrífugas.....	30
	4.5.1.6 Vinho delevedurado (Dorna Volante) .....	31
	4.5.2 Análises físico-químicas de amostras do setor de destilação do álcool .....	31
	4.5.2.1 Vinhaça.....	31
	4.5.2.2 Flegmaça .....	31
	4.5.2.3 Etanol hidratado e anidro.....	32
<b>5</b>	<b>CONTRIBUIÇÕES DO ESTÁGIO PARA A FORMAÇÃO DO PROFISSIONAL</b> .....	34
<b>6</b>	<b>CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....	35
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	36

<b>8 ANEXOS.....</b>	<b>37</b>
<b>8.1 Procedimentos e equipamentos utilizados nas análises do controle de qualidade.....</b>	<b>37</b>
<b>8.2 Parâmetros analíticos .....</b>	<b>56</b>
8.2.1 Parâmetros da fermentação .....	56
8.2.2 Parâmetros da destilação .....	56

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Fluxograma geral de processo de produção de açúcar e etanol.....	15
<b>Figura 2</b> - Dornas que servem para promover o contato com o fermento e os componentes do meio.....	19
<b>Figura 3</b> - 1) Filtro de vinho bruto. 2) Centrifuga para separar e concentrar o fermento existente no vinho.....	20
<b>Figura 4</b> - Tanques de armazenamento de etanol produzido com capacidade de vinte milhões de litros.....	22
<b>Figura 5</b> - Vasos de peneira molecular da Usina São Fernando.....	23
<b>Figura 6</b> - Refratômetro para determinação de Brix.....	25
<b>Figura 7</b> - Sacarímetro para determinação de pol.....	25
<b>Figura 8</b> - pHmetro digital para determinação de pH.....	26
<b>Figura 9</b> - Centrífuga utilizada na determinação de impurezas.....	26
<b>Figura 10</b> - Equipamento Redutec utilizado em titulações.....	27
<b>Figura 11</b> - Microdestilador Kjeldahl e densímetro digital utilizado na determinação da porcentagem de etanol (°GL).....	28
<b>Figura 12</b> - Condutivímetro para determinação de condutividade do etanol.....	33



## RESUMO

Este relatório descreve o desenvolvimento das atividades realizadas na usina São Fernando Açúcar e Álcool Ltda localizada no município de Dourados-MS, como requisito para a formação na disciplina de Estágio Curricular Supervisionado Obrigatório II. O estágio foi realizado no período de 18 de setembro a 05 de dezembro de 2014, sob Supervisão Técnica do Sr. José Geraldo da Silva e orientação do Professor Dr. Gilberto José de Arruda. A agroindústria da cana envolve etapas de produção e abastecimento da indústria com matéria-prima; gerenciamento dos insumos, resíduos e subprodutos; versatilidade da produção de açúcar, etanol e energia; e armazenamento e comercialização dos produtos finais. Dentre o processamento e produção do etanol, uma importante etapa é a fermentação alcoólica, que envolve diversos fatores que são analisados, pois estes podem interferir no rendimento do produto final (etanol anidro e hidratado). O objetivo geral do estágio foi acompanhar as análises físico-químicas do controle de qualidade do processo de produção de açúcar e etanol, dando ênfase principalmente na etapa de fermentação e destilação do álcool etílico. Tais atividades foram realizadas no laboratório industrial, onde se busca ações preventivas e corretivas, visando bom rendimento industrial e aumento de lucros. O estágio foi extremamente importante, pois permitiu à aluna integrar conhecimentos e habilidades adquiridos ao longo do curso com o ambiente industrial, e relacionando também com a importância da atuação do Químico Industrial em contexto com a empresa.

**Palavras-chave:** laboratório, indústria, etanol, químico.

## 1. INTRODUÇÃO

Seguindo grandes perspectivas que vêm sendo alcançadas pela indústria sucroalcooleira brasileira, é cada vez mais favorável o cultivo da cana-de-açúcar (*Saccharum officinarum spp.*). É uma das gramíneas mais cultivadas nas regiões tropicais e subtropicais, devido à enorme contribuição sócio-econômica que representa a sua exploração, em razão de sintetizar e armazenar concentrações importantes de sacarose (PARANHOS, 1987).

Essa importância econômica da cultura da cana-de-açúcar no Brasil é devido ao fato de ser utilizada para a produção de açúcar, tanto para o consumo interno quanto para a exportação, e também para a produção de etanol, tratando-se de uma alternativa substitutiva de combustíveis derivados do petróleo (MARTINS, 2004).

Em termos regionais, o Brasil apresenta dois períodos distintos de safra: de setembro a março no Norte-Nordeste, e de abril a novembro no Centro-Sul. Assim, o país produz etanol durante praticamente o ano todo, apesar de a produção de etanol na região Norte-Nordeste ser de apenas 10% do total nacional, que foi de 22,5 bilhões de litros em 2007. As melhores destilarias produzem aproximadamente 85 litros de etanol anidro por tonelada de cana. As usinas têm produção em torno de 71 kg de açúcar e 42 litros de etanol para cada tonelada de cana processada (NOVA CANA, 2009).

Considerando mundialmente, a cana-de-açúcar é uma das principais culturas, cultivada em mais de 100 países, e representa uma importante fonte de mão de obra no meio rural nesses países. Apesar desta difusão mundial, cerca de 80% da produção do planeta estão concentradas em dez países: Brasil, Índia, China, México, Tailândia, Paquistão, Colômbia, Austrália, Indonésia e Estados Unidos. o Brasil e a Índia respondem, em conjunto, por pouco mais da metade da cana produzida mundialmente. Tal fato assume especial relevância quando se consideram possíveis expansões da produção de cana, principalmente pela grande diferença de modelos de produção agrícola consagrados no Brasil (concentrados em grandes produtores) e pela Índia (baseados em pequenos produtores) (NOVA CANA, 2009).

As mudanças climáticas e a elevação nos custos do petróleo aliadas às necessidades estratégicas de produção de energia têm motivado uma corrida sem precedentes à produção de combustíveis alternativos, preferencialmente de fontes renováveis. Neste cenário, o Brasil desponta como o país com as tecnologias e políticas

mais avançadas do mundo devido à pioneira utilização do etanol obtido a partir da cana-de-açúcar como combustível, desde a década de 1970 (BUCKERIDGE, 2008).

A produção de cana no Brasil cresceu de forma acelerada após o estabelecimento do Proálcool, em novembro de 1975, passando de um patamar de pouco menos de 100 milhões de toneladas por ano para um novo patamar em torno de 220 milhões de toneladas por ano, em 1986/87. O cultivo da cana só voltou a crescer na safra 93/94, desta vez, motivado pelo aumento das exportações de açúcar. A partir daí, o crescimento da produção tem ocorrido de forma contínua (com exceção do período entre 1998 a 2001, quando houve uma queda gerada pela crise no setor). Com o sucesso dos veículos flex fuel, lançados no mercado nacional em 2003, a produção de cana-de-açúcar voltou a ter um crescimento acelerado, para atender ao aumento da demanda de álcool hidratado, se aproximando de 520 milhões de toneladas em 2007 (NOVA CANA, 2009).

O Estado de Mato Grosso do Sul, com 34 municípios, obteve um acréscimo em sua produção de cana-de-açúcar, entre as safras 2009/10 e 2010/11, passando de 265,396 para 396,160 mil ha (CONAB, 2011). Esse crescimento do setor sucroalcooleiro em Mato Grosso do Sul intensifica-se em áreas agrícolas de soja e pastagens degradadas (CARVALHO et. al., 2011).

A atividade canavieira tem grande importância para o Brasil, pois gera muitos empregos, produz açúcar para consumo interno e para exportação a vários países, produz etanol que além de ótimo combustível também é adicionado à gasolina, produz energia elétrica do uso do bagaço nas caldeiras, além de ser menos poluentes que os derivados do petróleo (SERVIÇO... , 2007).

Levando em conta estes e outros importantes aspectos ao que se refere à indústria sucroalcooleira, escolheu-se esse campo para o desenvolvimento do estágio curricular supervisionado II foi realizado na Usina São Fernando Açúcar e Álcool, na cidade de Dourados, Mato Grosso do Sul.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivos Gerais**

Integrar e aplicar conhecimentos e habilidades essenciais ao exercício profissional, aproximando o acadêmico da realidade de sua área de formação através da oportunidade de convivência com tecnologia, diretrizes, organização e funcionamento de uma usina produtora de açúcar, etanol e cogeneradora de energia, promovendo assim a interação com um ambiente industrial.

### **2.2 Objetivos Específicos**

Conhecer as etapas envolvidas nos processos de produção de açúcar, etanol e cogeração de energia na Usina São Fernando, através de acompanhamento e relações interpessoais e profissionais.

Conhecer e auxiliar nas análises físico-químicas realizadas no laboratório industrial, dando ênfase no processo de fermentação e destilaria, verificando assim a importância da realização de análises e controle de qualidade no setor industrial.

### 3. CARACTERIZAÇÃO DA EMPRESA

A Empresa São Fernando Açúcar e Álcool é uma indústria do setor sucroalcooleiro voltada à produção de açúcar VHP, etanol (hidratado e anidro) e cogeneradora de energia, sendo que sua sede está localizada na rodovia MS , km 379 (sentido Laguna Carapã) no município de Dourados, Mato Grosso do Sul.

A Empresa tem como principal missão buscar formas inovadoras e sustentadas economicamente, buscando transformar a forte orientação para resultado com qualidade em um entusiasmo para vencer. A São Fernando também busca construir uma estrutura de "única organização" com energias concentradas que superem as fronteiras entre atividades e processos operando com honestidade e integridade.

Basicamente, pode-se dizer que a indústria é composta e dividida em setores: balança rodoviária de recebimento da matéria-prima (cana-de-açúcar), balança rodoviária de expedição do produto final (etanol e açúcar), laboratório de controle de qualidade industrial, PCTS (pagamento de cana por teor de sacarose), extração, tratamento de caldo, fabricação de açúcar, fabricação de etanol, acondicionamento de produto final, ETA (estação de tratamento de água), DESMI (Desmineralizadora) e caldeiras em operação.

A Empresa privilegia a contratação de profissionais do município de Dourados e região, sendo que atualmente, são aproximadamente 2.800 trabalhadores, capacitados e treinados pela empresa, trabalhando em 3 turnos de 8 horas cada.

Atualmente, a capacidade de esmagamento por safra na usina São Fernando é de 4 milhões e 800 mil toneladas de cana-de-açúcar, 180 mil m<sup>3</sup> de etanol anidro ou hidratado, 320 mil toneladas de açúcar e exporta 70 MWh de energia elétrica excedente. Cresce também a capacidade de armazenagem na São Fernando, 60 mil m<sup>3</sup> de etanol e 100 mil toneladas de açúcar. A usina foi projetada para que em sua fase final de expansão tenha capacidade de processar em uma safra até 6 milhões e 500 mil toneladas de cana, sendo que toda sua estrutura e *layout* já estão construídos (OLIVEIRA, 2013).

A usina chega a moer até 28 mil toneladas de cana sendo que diariamente, a fábrica de açúcar pode chegar a produzir 30 mil sacas (1 saca = 50 kg) de açúcar, e a destilaria até 800 mil litros de etanol.

Além de buscar sempre o crescimento e desenvolvimento tecnológico e econômico a usina também assume responsabilidades com os clientes, sociedade, funcionários e meio ambiente. Com o intuito de ser uma empresa ambientalmente comprometida com o desenvolvimento sustentável e com a aplicação de medidas de conservação cada vez mais efetivas, a usina realiza uma busca permanente da qualidade ambiental, aprimorando constantemente o Sistema de Gestão Ambiental de acordo com a política ambiental estabelecida.

## **4. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES DESENVOLVIDAS NO ESTÁGIO**

### **4.1 Integração com a empresa**

O Estágio Curricular Supervisionado Obrigatório II foi realizado no período de 18/09 a 05/12/2014, na usina São Fernando Açúcar e Alcool Ltda.

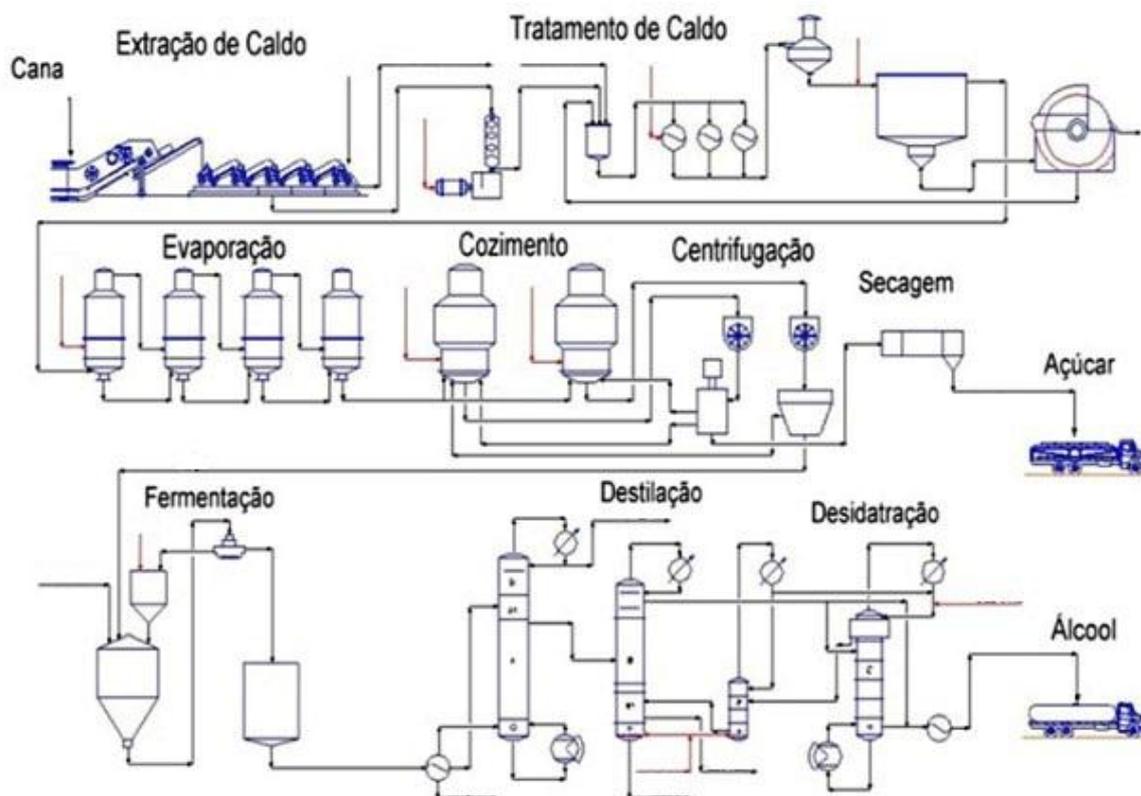
Na primeira semana de estágio foi realizada integração dos estagiários na indústria, envolvendo participação em palestras, participação em reuniões com supervisores, retirada obrigatória de EPI's, distribuição das atividades e elaboração do plano de estágio e, por fim, recepção e adaptação ao funcionamento do local de trabalho.

### **4.2 Processo de produção de açúcar e etanol**

A cana-de-açúcar é a principal matéria-prima para a indústria sucroalcooleira brasileira. A agroindústria da cana envolve etapas, como: produção e abastecimento da indústria com matéria-prima; gerenciamento dos insumos, resíduos, subprodutos e da versatilidade da produção - de açúcar ou etanol; armazenamento e comercialização dos produtos finais. Estas etapas devem ser executadas com o emprego de técnicas eficientes de gerenciamento (ALCARDE, 2011).

Na indústria, a cana pode ter dois destinos: produção de açúcar ou de etanol, conforme expresso resumidamente na Figura 1.

**Figura 1** - Fluxograma geral de processo de produção de açúcar e etanol.



**Fonte:** [www.proceedings.scielo.br](http://www.proceedings.scielo.br), 2014

Para a produção de açúcar, as etapas industriais são basicamente: lavagem da cana, preparo para moagem, extração do caldo (moagem), purificação do caldo (peneiragem e clarificação), tratamento do caldo para produção do açúcar, evaporação do caldo, cozimento, cristalização da sacarose, centrifugação (separação entre cristais e massa cozida), secagem e estocagem do açúcar.

Já a produção de etanol envolve as mesmas etapas iniciais até a purificação do caldo e seguindo para o tratamento do caldo para produção de etanol, fermentação do caldo clarificado (mosto), destilação do vinho, retificação e desidratação do etanol hidratado.

#### 4.3 Processo de fermentação alcoólica

A transformação da matéria-prima em álcool é um processo biológico chamado fermentação alcoólica, que é efetuada por microrganismos, usualmente leveduras da espécie *Saccharomyces cerevisiae*. A conversão de sacarose em etanol e gás carbônico

ocorre em uma sequência ordenada de 12 reações, chamada de via glicolítica, sendo cada uma catalisada por uma enzima específica. (LIMA, BASSO E AMORIM, 2001).

O conjunto de micro-organismos que efetuam a fermentação recebe o nome de pé-de-cuba ou simplesmente fermento. As leveduras são misturadas em determinadas condições ao mosto, em quantidade suficiente para converter os açúcares (sacarose) em etanol e gás carbônico. Pode-se utilizar diretamente o caldo da cana e/ou os melaços. No caso da São Fernando, e da maioria das usinas que também produz o açúcar, utiliza-se o melaço, que é o resíduo da fabricação do açúcar que contém menor teor de sacarose. (ALCARDE, 2011).

O início da fermentação alcoólica ocorre logo após adição do fermento no líquido açucarado denominado mosto. O processo completo, este divide-se em três fases (SILVA et al., 2008 apud DE SOUSA; MONTEIRO, 2011) :

- Adaptação dos micro-organismos ao novo ambiente, quando começam a crescer ainda com presença de oxigênio;
- Aumento dos micro-organismos e liberação de gás carbônico, com aumento da temperatura e do teor alcoólico;
- Escassez do alimento, diminuição de gás carbônico e precipitação do fermento.

O produto obtido no final da fermentação é o vinho bruto, que irá apresentar 8 a 12% de etanol, gás carbônico e juntamente com outros elementos como glicerol, ácidos orgânicos, álcoois superiores, acetaldeído, dentre outros. (SILVA et al., 2008 apud DE SOUSA; MONTEIRO, 2011).

A conversão do açúcar em etanol e CO<sub>2</sub> é representada resumidamente pela seguinte equação:



Inicialmente ocorre o preparo do mosto, que é o caldo açucarado cuja concentração foi ajustada de forma a facilitar a sua fermentação. O caldo bruto deve ser tratado termicamente, sendo aquecido até aproximadamente 105°C, visando a eliminação dos micro-organismos contaminantes e redução de espumas. Então, ocorre remoção das impurezas por decantação e resfriamento à 30°C antes da fermentação. Tomam-se alguns cuidados com a concentração de açúcares totais, sólidos solúveis, acidez total e pH, em alguns casos se tornando necessários algumas correções como

adição de nutrientes, anti-sépticos, e ajuste de temperatura focando um melhor rendimento da fermentação.

Após o enchimento das dornas (Figura 2) até cerca de 1 milhão e 300 mil litros, a fermentação continua pelo processo batelada comum até completar a conversão dos açúcares fermentescíveis (tempo este denominado de tempo de morte da dorna, variando de 3 a 4 horas). Quando o °Brix do vinho fermentado diminui significativamente (entre 0,2 a 4) e começa a se repetir, a fermentação chegou ao fim, isto é verificado através do sacarímetro de imersão. O açúcar residual na fermentação chama-se ARRT (Açúcares Redutores Residuais Totais), e é considerado perdas do processo, com isso diminui o rendimento fermentativo. Ao produto originário da fermentação dá-se o nome de vinho bruto, ou seja, nada mais é do que o mosto fermentado, no qual contém fermento, etanol, água e impurezas, e este segue para a centrifugação. A concentração de etanol dentro das dornas ao fim da fermentação é em média de 8°GL.

**Figura 2.** Dornas que servem para promover o contato com o fermento e os componentes do meio.



**Fonte:** Arquivo pessoal, 2014.

Por fim, o vinho delevedurado (centrifugado) nas centrífugas (Figura 3) e enviado para um tanque de passagem e conseqüentemente segue-se para a dorna volante

para posteriormente ser destinado às colunas de destilação, enquanto o creme ou leite de leveduras vai para a cuba de tratamento. O processo de tratamento ácido do leite de levedura, às vezes denominado de pré-fermentação, inicia-se com uma diluição com água para ajustar a concentração (até a proporção de 1 parte de leite de levedura para 1 parte de água) e a seguir efetua-se o tratamento ácido no qual recebe a adição de ácido sulfúrico até atingir um pH na faixa de 2,2 a 2,8 (dependendo da contaminação microbiana). A seguir, o fermento tratado vai para a cuba de descanso, onde permanece por 2 a 3 horas.

**Figura 3.** 1) Filtro de vinho bruto. 2) Centrifuga para separar e concentrar o fermento existente no vinho.



**Fonte:** Arquivo pessoal, 2014.

O sistema de fermentação presente na usina São Fernando é o de batelada ou descontínua, composto de dornas em vários estágios de fermentação separados e cubas onde ocorre o tratamento do fermento. A fermentação em batelada tem como característica permitir que a fermentação etanólica ocorra sob condições de maior controle, pois o mosto a ser fermentado é adicionado à levedura nas dornas de fermentação de forma gradual com vazão, tempo, temperatura, °Brix e volumes controlados (PACHECO, 2010).

Para uma condução satisfatória da fermentação, é necessário que se adicione aos mostos uma quantidade satisfatória de micro-organismos capazes de transformar

rapidamente os açúcares. A velocidade de fermentação é determinada relacionando a quantidade de açúcar fermentado por uma quantidade de leveduras durante um certo tempo. Fermentações rápidas aumentam a produção diária, reduzindo assim o custo de produção e riscos de contaminação por micro-organismos prejudiciais. O rendimento, ou seja, a relação entre açúcar consumido e etanol produzido, deve ser elevado, sendo essa condição essencial para uma levedura industrial.

Na São Fernando, o setor de fermentação é composto por três cubas (capacidade de 800 mil litros), cinco pés-de-cuba, cinco dornas (capacidade de 2 milhões de litros), cinco centrífugas, um tanque de passagem, a dorna volante e a torre de gás carbônico.

Alguns fatores como a concentração, pH, tempo, temperatura e presença de micro-organismos contaminantes devem ser analisados durante o processo de fermentação, pois podem interferir na atividade celular da levedura. Estes fatores podem afetar a eficiência da conversão de açúcar em etanol, ou seja, afetando também o rendimento da fermentação. (CARDOSO, 2006 apud DE SOUSA; MONTEIRO, 2011).

Após fermentação, passa-se a etapa de destilação.

#### **4.4 Processo de destilação**

A destilação é uma operação unitária baseada na transferência de massa. O mecanismo relacionado a esta operação de separação é o do equilíbrio líquido/vapor. Quando se fornece calor a uma mistura líquida, ocorre a sua vaporização parcial, ocorrendo presença de duas fases: uma líquida e outra de vapor. A diferença de composição resulta da diferença de volatilidades dos componentes da mistura líquida inicial. Quanto maior for a diferença entre as volatilidades maior será a diferença de composição e mais fácil será a separação por destilação.

O vinho fermentado possui em sua composição 7° a 10°GL (% em volume) de etanol, além de outros componentes de natureza líquida, sólida e gasosa. Na parte líquida, além do etanol, encontra-se a água com teores de 89% a 93%, glicerina, álcoois homólogos superiores, aldeído acético, ácidos succínico e acético e etc., em quantidades bem menores. Já os sólidos são representados por bagacilho, leveduras e bactérias, açúcares não-fermentescíveis, sais minerais, e outros, e os gasosos, principalmente pelo CO<sub>2</sub> (gás carbônico) e SO<sub>2</sub> (dióxido de enxofre).

O etanol presente neste vinho é recuperado por destilação fracionada, realizada com auxílio de colunas denominadas de destilação e retificação. Quando o vinho é submetido ao processo de destilação na coluna A, resulta em duas frações, o flegma e a vinhaça. A vinhaça é o resultado da destilação do vinho. Sua riqueza etanólica deve ser nula, porém nela se acumulam todas as substâncias fixas do vinho, bem como uma parte das voláteis. É direcionada à uma lagoa para armazenamento e distribuída por tubulação para ser utilizada na fertirrigação da cana-de-açúcar.

O flegma é destilado novamente na coluna B de retificação, resultando na flegmaça e no etanol. A flegmaça é utilizada para assepsia dos equipamentos. O etanol hidratado produzido é encaminhado para os tanques de armazenamento (Figura 4) para posterior carregamento. Seu uso principal é o abastecimento de veículos. Na usina São Fernando o °INPM mínimo do etanol hidratado produzido é de 92,6 °INPM que corresponde a 95,1 °GL a 20 °C.

**Figura 4** - Tanques de armazenamento de álcool produzido com capacidade de 20 milhões de litros.



**Fonte:** [http://www.usinasaofernando.com.br/conteudo\\_site.asp?tipoID=2](http://www.usinasaofernando.com.br/conteudo_site.asp?tipoID=2), 2014.

Na produção de etanol anidro utilizam-se peneiras moleculares (Figura 5). As peneiras moleculares são constituídas por uma mistura cerâmica estável, com porosidade controlada, de estrutura rígida, oca, onde fluídos como a água podem ser armazenados ou retidos em seus poros por meio de adsorção graças ao seu grande poder dissecante e sua superfície ativa de  $800 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ . O princípio de obtenção de álcool anidro via peneira molecular consiste em utilizar colunas ou vasos devidamente preenchidos com essa mistura cerâmica, também conhecida por “Resina” ou “Zeólita”, que permitirão, mediante temperatura e pressão controlada a passagem de álcool hidratado

com graduação aproximada de 93% W/W (peso) na fase vapor, através do seu leito, promovendo a adsorção das moléculas de água e liberando o álcool anidro com 99,3 °INPM. Seu principal uso é ser adicionado à gasolina (23 a 25%) conforme legislação ANP.

**Figura 5.** Vasos de peneira molecular da Usina São Fernando.



**Fonte:** [http://www.usinasaofernando.com.br/conteudo\\_site.asp?tipoID=2](http://www.usinasaofernando.com.br/conteudo_site.asp?tipoID=2), 2014.

#### **4.5 Análises e controle de qualidade nos processos de fermentação e destilação**

O processo completo de produção de açúcar e etanol é bastante complexo, possuindo várias etapas. Em todas as etapas do processo é fundamental a realização de análises do controle de qualidade, para se certificar de que o mesmo está funcionando devidamente. Durante o estágio, pode-se aprender e conhecer os fundamentos do funcionamento do processo completo. Todas as análises realizadas no laboratório industrial de controle de qualidade foram acompanhadas, mas o foco principal foi voltado às análises da etapa de fermentação e destilaria.

Todos os procedimentos utilizados na Usina São Fernando, são baseados nas metodologias Fermentec e CTC (Centro de Tecnologia Canavieira). (OLIVEIRA, 2013). Todos os materiais, equipamentos e metodologias utilizados nas análises referentes ao processo de fermentação e destilaria estão explicados detalhadamente em anexo.

#### **4.5.1 Análises físico-químicas do processo de fermentação alcoólica**

As análises físico-químicas efetuadas no laboratório industrial para o controle e monitoramento do processo de fermentação alcoólica analisam a eficiência do processo que pode ser avaliada por meio do método de rendimento de subproduto, (análises de ART (açúcares redutores totais), glicerol, ARRT (açúcares redutores residuais totais), porcentagem de álcool, acidez, teor de levedo, floculação, °Brix e temperatura). A partir disso, na usina São Fernando os parâmetros de monitoramento contribuem para uma maior eficiência e rendimento para o processo de fermentação alcoólica. As análises realizadas em cada amostra são explicadas à seguir:

##### **4.5.1.1 Mosto**

As análises de mosto são feitas cada vez que se encerra a alimentação de uma dorna sendo este coletado em um amostrador específico.

**Determinação de sólidos solúveis em Brix:** A medida do Brix é realizada em um refratômetro (Figura 6). O fundamento deste equipamento é baseado numa relação entre o ângulo de refração de uma solução açucarada, medido em graus, com a concentração de sólidos dissolvidos nesta (principalmente a sacarose). Um refratômetro obtém e transforma os ângulos de refração em valores de índices de refração, que é uma propriedade física importante de sólidos, líquidos e gases. Esta medida é válida, pois o índice de refração de uma solução varia com sua concentração. Sua aplicação se estende por diversas áreas da indústria. (ARAUJO & FONSECA, 2010). O resultado desta análise é obtido diretamente através da leitura do refratômetro e deve apresentar um valor na faixa de 16-19 °Brix.

**Figura 6** - Refratômetro para determinação de Brix



Fonte: [www.splabor.com.br](http://www.splabor.com.br)

**Determinação de Pol:** É a porcentagem em massa de sacarose aparente contida em uma solução açucarada de peso normal, medida em um sacarímetro (**Figura 7**).

**Figura 7** – Sacarímetro para determinação de pol.



Fonte: [www.bs-ltd.com](http://www.bs-ltd.com), 2014

**Determinação de Pureza:** Pureza é a relação em porcentagem da massa de sacarose e de sólidos solúveis contida em uma solução açucarada. A pureza do mosto varia de acordo com o que está sendo utilizado para alimentar a dorna de fermentação. Desta forma, quando a alimentação é somente com caldo a pureza do mosto é maior, e se for uma mistura de mel esgotado e caldo (o mais utilizado no processo), a pureza pode variar de 60 a 70%.  $Pureza = Pol \div Brix \times 100$ . O resultado é expresso em % com duas casas decimais.

**Determinação do pH:** Muito usado em laboratórios, o pHmetro (Figura 8) é um medidor de potencial hidrogeniônico (pH), que indica a acidez, neutralidade ou alcalinidade de diversas amostras. É composto basicamente por um eletrodo conectado a

um potenciômetro, que converte o valor de potencial do eletrodo em unidades de pH. Quando o eletrodo é submerso na amostra, ele produz milivolts que são transformados para uma escala de pH. Para um bom funcionamento do pHmetro é importante que seja efetuada sua calibragem, que deve de acordo com os valores de referência das soluções de calibração. (OLIVEIRA & FERNANDES, 2010). O valor do pH no mosto varia de 5,0 a 6,5.

**Figura 8** - pHmetro digital para determinação de pH.



**Fonte:** [www.digimed.ind.br](http://www.digimed.ind.br), 2014.

**Determinação da Porcentagem de Impurezas:** O objetivo desta análise é determinar quantitativamente todos os sólidos insolúveis existentes no mosto, como bagaço e outras, que poderão prejudicar a fermentação. Esta análise é feita com auxílio de uma centrífuga e o resultado é expresso em % de impureza com duas casas decimais. (Figura 9)

**Figura 9-** Centrífuga utilizada na determinação de impurezas.



**Fonte:** [www.analiticaweb.com.br](http://www.analiticaweb.com.br), 2014.

**Determinação de Açúcares Redutores Totais (ART) Método de Eynon e Lane:** Compreende na medida da sacarose invertida por meio ácido, mais os açúcares redutores originais na amostra. A análise de ART é realizada pelo método de Eynon e Lane em um Redutec (Figura 10), e o objetivo é determinar quantitativamente a porcentagem de ART no mosto, onde obtém-se como resultado um valor entre 13 e 17% normalmente, variando de acordo com a pureza do mosto de alimentação.

**Figura 10** – Equipamento Redutec utilizado em titulações.



**Fonte:** [portuguese.alibaba.com](http://portuguese.alibaba.com), 2014.

**Acidez total:** O objetivo desta análise é determinar quantitativamente a concentração de ácidos totais livres no mosto. A determinação da acidez total do mosto é realizada através da titulação com solução de hidróxido de sódio, apresentando valor médio de 1 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/L:

#### 4.5.1.2 Levedo tratado (Cuba)

Nas cubas estão presentes os pés-de-cuba que serão transferidos para as dornas de fermentação. Após tratamento do pé-de-cuba (ajuste de concentração e pH) são coletadas as amostras diretamente na cuba através do amostrador para realização das análises físico-químicas.

**Porcentagem de etanol (°GL):** A porcentagem de etanol no levedo tratado geralmente varia de 2 a 4 °GL e indica o quanto de etanol ainda restou após

centrifugação do vinho bruto. A análise é realizada com o auxílio de um Microdestilador Kjeldahl e um densímetro digital (Figura 11).

**Figura 11** - Microdestilador Kjeldahl e densímetro digital utilizado na determinação da porcentagem de álcool (° GL).



**Fonte:** [www.zelian.com.ar](http://www.zelian.com.ar),2014.

**Porcentagem de fermento:** A porcentagem de levedo nas cubas é ajustado de forma que varie entre 30 a 35%. Determina quantitativamente a porcentagem de fermento durante o processo de fabricação de etanol.

**Determinação de pH:** O pH é medido através de um pHmetro, conforme metodologia de medição deste, e o pH de trabalho é pré-definido de acordo com a porcentagem de contaminação do pé-de-cuba, variando na faixa de 2,2 a 2,8.

**Determinação de acidez:** A acidez é analisada uma vez por dia sendo o turno matutino (A) responsável por esta análise, e determina a concentração de ácidos totais no levedo tratado. Geralmente encontra-se na faixa de 3,5 a 5 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/L.

#### 4.5.1.3 Vinho Bruto (Dorna)

As análises físico-químicas realizadas nas dornas de fermentação são feitas quando se inicia o processo de centrifugação, sendo que as amostras são coletas diretamente nas dornas de fermentação através de uma torneira metálica aderida na base.

**Temperatura:** As temperaturas das dornas são monitoradas 24hrs por dia, por um mostrador digital que marca a temperatura do vinho bruto em tempo real. O valor médio das dornas de fermentação é de 31 °C.

**Concentração em °Brix:** A análise de °Brix das dornas é realizada quando se inicia o processo de centrifugação, sendo medido por meio do sacarímetro de imersão, onde pode variar de 0,2 a 3,4 °Brix.

**Determinação de pH :** É medido através do pHmetro seguindo a metodologia de medição de pH, e o valor médio para a dorna é de 4,5.

**Açúcares Redutores Residuais Totais (ARRT):** A análise de ARRT é realizada para controle das perdas do processo fermentativo, e verifica a porcentagem de substâncias redutoras presentes no vinho que podem não ser aproveitadas pelo processo de fermentação, as quais recebem a denominação de não fermentescíveis. A perda pode variar de 0,100 a 0,350%.

**Porcentagem de fermento:** A porcentagem média de levedo nas dornas de fermentação é 10%. A alimentação das dornas com o mosto é realizada até que o pé-de-cuba esteja três vezes mais diluído.

**Porcentagem de álcool (°GL):** A porcentagem de etanol no vinho bruto indica o quanto de etanol está sendo produzido nas dornas de fermentação. O teor alcoólico do vinho bruto varia na faixa de 7 a 10 °GL no decorrer da safra, conforme as condições do processo, incluindo desde a qualidade da matéria-prima que está entrando no processo até a força fermentativa das leveduras.

**Determinação de floculação:** Esta análise tem como objetivo determinar a porcentagem de leveduras floculadas. Floculação é a aglomeração das leveduras. É um dos mais graves problemas e um importante parâmetro para o controle do processo de fermentação alcoólica, especialmente devido à redução de produtividade e dificuldades ocasionadas na centrifugação de leveduras. A floculação pode ser causada pela própria linhagem da levedura e pelas condições da fermentação, principalmente o aumento da contaminação bacteriana, excesso de cálcio e elevados níveis de temperaturas. A porcentagem de leveduras floculadas nas dornas varia conforme o meio fermentativo. Este é um resultado que expressa o quão estressadas estão as leveduras devido a infecção, o teor alcoólico, a qualidade do mosto de alimentação, dentre outros fatores.

**Determinação da acidez total:** A acidez é analisada pelo turno A, e geralmente encontra-se na faixa de 1,5 a 2,5 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/L.

#### 4.5.1.4 Torre de recuperação de etanol arrastado pelo CO<sub>2</sub>

Esta análise é realizada toda vez que se inicia o processo de centrifugação de uma dorna. A porcentagem de álcool da água da coluna de CO<sub>2</sub> indica o quanto está recuperando o álcool que é evaporado junto com o gás durante a fermentação. A recuperação de álcool através da torre encontra-se na faixa de 0,25 a 0,38%. Busca-se determinar quantitativamente a porcentagem de álcool em amostras com baixos teores seguindo a metodologia de determinação de °GL em anexo.

#### 4.5.1.5 Amostras de creme e vinho das centrífugas

As análises das amostras de vinho centrifugado e de fermento creme, obtidos após passarem pelo processo de centrifugação são realizadas de quatro em quatro horas, e as amostras são coletadas diretamente nas máquinas que estão em operação.

**Porcentagem de fermento no fermento creme:** A porcentagem da concentração de fermento no fermento creme é aproximadamente 70% quando não está ocorrendo perdas neste processo de centrifugação.

**Porcentagem de fermento no vinho centrifugado:** A faixa de porcentagem de perda aceitável de fermento no vinho centrifugado encontra-se entre 0,1 a 2%.

#### **4.5.1.6 Vinho delevedurado (Dorna Volante)**

As análises no vinho delevedurado são realizadas duas vezes por turno de quatro em quatro horas, e as amostras são coletadas em um amostrador.

**Porcentagem de álcool (°GL):** A porcentagem de álcool presente na dorna volante apresenta-se numa faixa de 6 a 9 °GL.

**Porcentagem de fermento:** A porcentagem de perda de fermento aceitável na dorna volante pode variar de 0,1 a 2% no decorrer da safra.

### **4.5.2 Análises físico-químicas de amostras do setor de destilação do álcool**

#### **4.5.2.1 Vinhaça**

As análises na vinhaça são feitas duas vezes por turno e a amostra é coletada em um amostrador.

**Porcentagem de álcool (°GL):** O teor alcóolico máximo aceitável nesta amostra é de 0,029 °GL, sendo que se ultrapassar este valor já é considerado que está ocorrendo perdas no processo. A porcentagem de álcool na vinhaça indica a perda durante a destilação. Segue-se a mesma metodologia utilizada para a coluna de CO<sub>2</sub>, explicada em anexo.

#### **4.5.2.2 Flegmaça**

As análises na flegmaça são feitas duas vezes por turno, e sua coleta é feita em um amostrador específico.

**Porcentagem de álcool (°GL):** A porcentagem de etanol na flegmaça indica a perda durante a destilação. O teor alcoólico máximo aceitável é de 0,029 °GL, superior a isto pode significar perdas no processo de destilação. Segue-se a mesma metodologia utilizada para a coluna de CO<sub>2</sub>, explicada em anexo.

#### 4.5.2.3 Etanol hidratado e anidro

Na São Fernando, inicialmente os álcoois recém-produzidos são encaminhados a tanques específicos com capacidade de 60 mil litros, posteriormente, estes são encaminhados para um segundo tanque de armazenamento com capacidade de 300 mil litros, e por fim, são armazenados nos seus respectivos depósitos com capacidade de 20 milhões de litros. As análises físico-químicas são realizadas nos produtos finais (etanol hidratado e anidro) à medida que estes vão sendo produzidos e também em todos os tanques de armazenamento de diferentes capacidades.

**Teor alcoólico do álcool etílico (°INPM):** A amostra é coletada diretamente nos tanques de armazenamento e o teor alcoólico é determinado por densimetria.

Os resultados devem ser valores aproximados de:

**Hidratado:** Grau alcoólico mínimo 92,6 (°INPM);

**Anidro:** Grau alcoólico mínimo 99,3 (°INPM).

**Determinação de pH do álcool etílico:** É medido através do pHmetro e a metodologia segue às utilizadas para medição de pH. O pH do álcool hidratado deve estar na faixa de 6 a 8, já no anidro não é feito o controle de pH visto que este é utilizado para se misturar na gasolina.

**Condutividade elétrica do álcool etílico:** Em ambos os produtos, álcool etílico anidro ou hidratado, devem apresentar uma condutividade elétrica de no máximo 350 µS/m, sendo esta a medida da corrente elétrica produzida por sais solúveis ionizados. Esta análise é feita com auxílio de um condutivímetro (**Figura 12**).

**Figura 12** – Condutivímetro para determinação de condutividade dos álcoois.



**Fonte:** instrutemp.blogspot.com, 2014.

**Acidez total do álcool etílico:** Para determinar quantitativamente a acidez do álcool etílico faz-se uma titulação com solução de hidróxido de sódio. Em ambos os álcoois, hidratado e anidro, a acidez máxima permitida é de 30 mg/L. Acidez total é a expressão do teor de ácidos livres presentes em álcool etílico.

**Aspecto visual do álcool etílico:** Esta análise física é feita para verificar se há ou não material em suspensão no álcool etílico, pois o produto final deve estar límpido. O resultado deve ser expresso conforme indicações à seguir:

LI = Límpido e isento de material em suspensão;

LP = Límpido e com presença de material em suspensão.

**Verificação da cor do álcool etílico:** Esta análise é realizada para se verificar a cor aparente do álcool etílico, no qual deve-se apresentar totalmente incolor. O resultado deve ser expresso conforme indicações à seguir:

Incolor = quando não se detecta diferenças de cor entre a amostra e água;

Levemente amarelado = cor da amostra diferente da cor da água;

Amarelado = cor da amostra diferente, em intensidade da cor da água.

## **5. CONTRIBUIÇÕES DO ESTÁGIO PARA A FORMAÇÃO PROFISSIONAL**

A realização do estágio curricular supervisionado obrigatório II proporcionou a habilidade em relacionar questões do campo de atuação profissional em praticamente todo processo de produção possibilitando à estagiária a oportunidade de conhecer e conviver com tecnologia, diretrizes, organização e funcionamento de uma usina produtora de açúcar, álcool e cogeneradora de energia. Foi possível integrar e aplicar conhecimentos e habilidades adquiridos ao longo do curso, visando prática e teoria, no ambiente industrial, relacionando com a importância da atuação do Químico Industrial em contexto com a empresa.

## **6. CONSIDERAÇÕES FINAIS**

A usina São Fernando realiza uma busca constante de bom rendimento de produção aliado à ações de gestão social e ambiental e principalmente visando lucros e redução de custos. Durante o estágio observou-se a importância da realização de análises de controle de qualidade, pois estas contribuem de maneira indispensável para o bom funcionamento de todo o processo produtivo, desde o início do tratamento da matéria-prima, até produto final, seguindo a constante interação entre os setores da indústria.

Conclui-se então que o estágio curricular supervisionado foi fundamental na complementação da formação acadêmica do aluno, sendo que foi possível a interação deste com a realidade na indústria, focando as análises físico-químicas realizadas em laboratório industrial, em uma usina sucroalcooleira no Estado de Mato Grosso do Sul.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALCARDE, A.R. **Processamento da cana de açúcar.** Disponível em: <http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/cana-deacucar/arvore/CONTAG01.html>. Acessado em 20 de novembro de 2014.

ARAÚJO, E. J. S.; FONSECA, M. A. **Determinação de °Brix – Refratômetro. Relatório de aula prática. Abril de 2010.** Disponível em: <http://www.ebah.com.br/content/ABAAAAYUcAI/analise-alimentos-brix>. Acessado em 23 de novembro de 2014.

BUCKERIDGE, M. S. 2008. **Rotas para o etanol celulósico em um cenário de mudanças climáticas.** Opiniões, Ribeirão Preto, p. 62, 01 julho de 2008. Disponível em: <http://sistemas3.usp.br/tycho/CurriculoLattesMostrar?codpub=57A21E19F3E5>. Acessado em 24 de novembro de 2014.

CARVALHO, L. A.; JUNIOR, C. A. S.; NUNES, W. A. G. A.; MEURER, I.; JÚNIOR, W. S. S. **Produtividade e viabilidade econômica da cana-de-açúcar em diferentes sistemas de preparo de solo no centro-oeste do Brasil.** Revista de ciências agrárias, Lisboa, v.34, n.1, 2011.

DE SOUSA, J.L.U; MONTEIRO,R.A.B. **Fatores interferentes na fermentação alcoólica para a produção de etanol.** Revista FAZU, Uberaba, n. 8, p. 100-107, 2011.

LIMA, U. A.; BASSO, L. C.; AMORIM, H. V. *Produção de Etanol.* In: LIMA, U. A. et al. (Coord.). **Biotecnologia Industrial: Processos Fermentativos e Enzimáticos.** São Paulo, Edgard Blücher, v. 3, 2001. (Biotecnologia Industrial; v.3).

MARTINS, N.G.S. **Os fosfatos na cana de açúcar.** Dissertação de Mestrado, Piracicaba, Universidade de São Paulo, Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, p. 87, 2004.

NOVA CANA, A produção de cana-de-açúcar no Brasil (e no mundo), 2009. Disponível em: <http://www.novacana.com/cana/producao-cana-de-acucar-brasil-e-mundo/> Acessado em 24 de novembro de 2014.

OLIVEIRA, P.A., **Etapas e controle de qualidade industrial nos processos de fermentação e destilaria na produção de etanol na usina São Fernando.** *Relatório de estágio supervisionado obrigatório II.* Dourados, p.20, 2013.

OLIVEIRA, R.; FERNANDES, C. **Estudo e determinação do pH.** 2010. Disponível em: <http://www.dec.ufcg.edu.br/saneamento/PH.html>. Acessado em 24 de novembro de 2014.

PARANHOS, S. B. Cana-de-açúcar: cultivo e utilização. Fundação Cargil, Campinas, v. 1, 431p., 1987.

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM RURAL. Programa cana limpa. São Paulo, p. 59, 2007.

## **8.ANEXOS**

### **8.1 Procedimentos e equipamentos para análises do controle de qualidade**

Os procedimentos e equipamentos utilizados nas análises do controle de qualidade estão explicados a seguir. Todas as análises são feitas no Laboratório Industrial da Usina São Fernando e baseados na metodologia Fermentec e CTC (Centro de Tecnologia Canavieira).

#### **Determinação da concentração em Brix:**

##### Equipamentos e materiais

- Refratômetro digital;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

##### Reagentes e Soluções

- Água destilada;

##### Procedimento:

Coletar a amostra.

Esfriar a amostra a temperatura ambiente se necessário;

Filtrar a amostra em algodão;

Limpar o prisma do refratômetro com água destilada e enxugar com papel absorvente;

Colocar algumas gotas da amostra sobre o prisma. Não tocar no prisma do aparelho;

Efetuar a leitura e anotar o resultado

#### **Determinação de Pol:**

##### Equipamentos e materiais

- Sacarímetro;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

##### Reagentes e Soluções

- Água destilada;

- Octapol.

Procedimento:

Medir + 200 mL de amostra filtrada em algodão;

Adicionar uma quantidade adequada de mistura clarificante a base de cloreto de alumínio;

Homogeneizar com auxílio de um bastão de vidro;

Filtrar sobre papel de filtro qualitativo dobrados em pregas colocado sobre béquero de 250 mL.

Desprezar os primeiros 20 mL do filtrado;

Determinar leitura sacarimétrica lavando o tubo de polarização 2 vezes com o próprio filtrado;

Anotar o resultado e calcular:

$$\text{Pol} = \text{LPb} \times F$$

Onde:

LPb= leitura sacarimétrica equivalente ao subacetato de chumbo;

F = fator de Pol em função do Brix.

**Nota:** A leitura sacarimétrica (LOct) com octapol deve ser transformada em leitura equivalente ao subacetato de chumbo (LPb), através da expressão:

$$\text{LPb} = 0,99879 \times \text{LOct} + 0,47374$$

### **Determinação do pH:**

Equipamentos e materiais

- pHmetro digital;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

Reagentes e soluções

- Água destilada.

Procedimento: Coletar a amostra;

Esfriar a amostra se necessário;

Lavar o eletrodo e o termocompensador com água destilada, enxugá-los com papel absorvente;

Introduzir o eletrodo e o termocompensador na amostra;

Agitar suavemente o frasco com a amostra;

Fazer a leitura do pH;

Anotar o resultado obtido.

Lavar o eletrodo e o termocompensador com água destilada e enxugá-los com papel absorvente;

Deixar o eletrodo e o termocompensador em repouso em béquer com água destilada.

Resultado: O resultado é obtido diretamente através da leitura do pHmetro e expresso com duas decimais.

### **Determinação da Porcentagem de Impurezas:**

#### Equipamentos e materiais

- Centrífuga;
- Tubo de centrifuga graduado em % ou mL;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

Procedimento: Coletar a amostra.

#### Tubo de centrífuga graduado em porcentagem (%)

Analisar a amostra em temperatura ambiente;

Homogeneizar bem a amostra;

Transferir a amostra até o menisco do tubo;

Centrifugar por 5 minutos a 3000rpm na centrífuga;

Anotar o resultado.

**Nota 1:** Caso a quantidade de impureza decantada ultrapasse a última graduação de % do tubo, realizar o procedimento como segue abaixo.

#### Tubo de centrífuga graduado em mililitros (mL)

Analisar a amostra em temperatura ambiente;

Homogeneizar bem a amostra;

Transferir a amostra para tubo de centrífuga graduado de 15 mL;

Centrifugar por 5 minutos a 3000rpm na centrífuga;

Após a centrifugação, anotar o volume de impureza decantada e o volume total da amostra; Calcular e anotar o resultado.

#### Cálculo

**Nota 2:** Para o procedimento com o tubo em porcentagem, o resultado será a quantidade de impurezas decantada correspondente a graduação de porcentagem indicada.

Para o procedimento com o tubo em mililitros calcular: % impureza = (volume de impureza decantada ÷ volume total da amostra) x 100

Resultado: Expresso em % impureza com duas decimais.

### **Determinação de Açúcares Redutores Totais (ART) Método de Eynon e Lane:**

#### Equipamentos e materiais:

- Redutec com ou sem Eletrodo de oxi-redução;
- Forno de microondas;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

#### Reagentes e soluções

- Água deionizada;
- Solução de fenolftaleína 1%;
- Celite;
- Oxalato de sódio;
- Azul de metileno 1%.

Pesar 1 g de azul de metileno e dissolver em água deionizada;

Transferir para um balão de 100 mL e completar o volume;

Armazenar em frasco conta-gotas;

Validade: 3 meses

- Solução Fehling A: Pesar 69,30 g de sulfato de cobre pentahidratado e dissolver em água deionizada;

Transferir quantitativamente para um balão de 1000 mL;

Completar o volume com água deionizada e homogeneizar;

Armazenar em frasco âmbar e aguardar 2 dias antes do uso.

- Solução Fehling B: Pesar 346 g de tartarato de sódio e potássio e dissolver em aproximadamente 400 mL de água deionizada sob agitação;

Adicionar 100g de hidróxido de sódio e dissolver;

Transferir quantitativamente para um balão de 1000 mL, resfriar a solução e completar o volume;

Armazenar em frasco âmbar e aguardar 2 dias antes do uso.

• Solução Fehling A + Fehling B: Transferir para erlenmeyer, com pipeta volumétrica, quantidades iguais das soluções de Fehling A e Fehling B, homogeneizar e tampar (validade: 24 horas). **Nota:** Adicionar sempre a solução A sobre a solução B.

#### Padronização do licor de Fehling

Transferir com auxílio de pipetas volumétricas para erlenmeyer de 250 mL, 5 mL da solução de Fehling B e 5 mL da solução de Fehling A.

Colocar algumas pérolas de vidro no erlenmeyer.

Encher uma bureta de 50 mL com a solução de uso de açúcar invertido 0,2%.

Adicionar da bureta 24 mL da solução de açúcar invertido 0,2%.

Aquecer a mistura até atingir a ebulição e cronometrar exatamente 2 min, mantendo o líquido em ebulição constante, adicionar 3 a 4 gotas da solução de azul de metileno.

Complementar a titulação, adicionando gota a gota a solução contida na bureta, até completa eliminação da cor azul.

O tempo total desde o início da ebulição até o final da titulação deve ser 3 min.

Anotar o volume gasto (V).

Repetir a titulação para confirmação do resultado.

Se for gasto um volume menor que 25,64 mL a solução de cobre estará diluída e mais sal de cobre deverá ser adicionado; caso contrário, se gastar mais de 25,64 mL a solução de cobre estará concentrada e deverá ser diluída com água destilada.

O fator de correção do licor de Fehling será:  $f = 25,64 / V$

Onde:

f = fator do licor de Fehling;

V = volume gasto (mL).

**Observação:** O fator será aceitável se estiver entre 0,9975 a 1,0025. Recomenda-se proceder a confirmação do fator pelo menos uma vez por semana.

• Hidróxido de sódio 0,1mol/L: Pesar em béquer de 250 mL,  $4,0g \pm 0,1g$  de hidróxido de sódio;

Dissolver em água deionizada;

Esfriar e transferir para balão volumétrico de 1000 mL, completar o volume com água deionizada;

Armazenar em frasco de polietileno;

Validade: 3 meses conservado a temperatura ambiente.

- Hidróxido de sódio 0,75mol/L: Pesar 30g de hidróxido de sódio e dissolver em água deionizada;

Transferir quantitativamente para um balão de 1000 mL, resfriar a solução e completar o volume;

Armazenar esta solução em frasco de polietileno.

Validade: 3 meses.

- Ácido clorídrico 0,75 mol/L: Medir em proveta 62,20 mL de ácido clorídrico e diluir em água deionizada;

Transferir quantitativamente para um balão de 1000 mL, resfriar a solução e completar o volume;

Armazenar em frasco âmbar;

Validade: 3 meses.

- Ácido clorídrico 2,5 mol/L: Medir em proveta 103,5 mL de ácido clorídrico e diluir em água deionizada;

Transferir quantitativamente para um balão de 500 mL, resfriar a solução e completar o volume;

Armazenar em frasco âmbar.

- Padrão estoque de açúcar invertido 1%: Pesar exatamente 9,500g de sacarose, dissolver em 100 mL de água deionizada em béquer de 250 mL;

Adicionar 25 mL de solução de ácido clorídrico 2,5mol/L;

Deixar a uma temperatura de 65 °C em banho-maria para hidrolisar durante 1 hora (utilizar um termômetro de vidro calibrado para regular a temperatura). Esfriar;

Neutralizar sob agitação até o pH 3,00 com hidróxido de sódio 1mol/L no início, depois com hidróxido de sódio 0,1mol/L;

Transferir quantitativamente a solução neutralizada para um balão de 1000 mL;

Pesar 2g de ácido benzóico, dissolver em 200 mL de água quente (o ácido benzóico dissolvido inibe o crescimento de micro-organismos);

Transferir para o balão de 1000 mL com a solução neutralizada e esperar esfriar;

Completar o volume com água deionizada;

Armazenar em frasco âmbar na geladeira;

Validade: 3 meses.

- Açúcar invertido, solução de uso 0,2%: Pipetar 50 mL da solução estoque de açúcar invertido 1% e transferir para balão volumétrico de 250 mL;

Adicionar 3 a 4 gotas de solução indicadora de fenolftaleína e sob agitação, adicionar lentamente solução 1mol/L de NaOH até leve coloração rosa, a qual deverá ser posteriormente eliminada, pela adição de 1 ou 2 gotas de solução de ácido clorídrico 0,5mol/L;

Completar o volume com água destilada e homogeneizar.

- Ácido clorídrico 0,5 mol/L: Transferir 42,5 mL de ácido clorídrico concentrado para balão volumétrico de 1.000 mL, contendo água destilada, agitar e completar o volume.

#### Procedimento

Preparo da amostra: Coletar a amostra;

Analisar a amostra em temperatura ambiente;

Homogeneizar a amostra;

Filtrar em algodão;

Pipetar 50 mL da amostra para balão volumétrico 250 mL;

Completar o volume com água deionizada. Agitar bem;

Transferir o volume do balão para béquer;

Adicionar 0,2g de oxalato de sódio;

Adicionar 0,5 a 1g de Celite e homogeneizar com bastão de vidro;

Filtrar em papel de filtro qualitativo desprezando os primeiros 20 mL;

Pipetar 10 mL do filtrado e transferir para balão de 200 mL;

Adicionar 20 mL de solução de ácido clorídrico 0,75mol/L e homogeneizar;

Hidrolisar a amostra em forno microondas por 1 minuto ou o tempo necessário para começar a ebulição, na potência máxima com o protetor de gases;

Esfriar a amostra em água corrente;

Adicionar 3 gotas de fenolftaleína;

Pipetar 20 mL de solução de hidróxido de sódio 0,75mol/L (a solução deverá ficar levemente rósea, caso não fique colocar algumas gotas de hidróxido de sódio 0,1mol/L);

Completar o volume com água deionizada e homogeneizar.

#### Padronização dos reativos de Eynon-Lane

Pipetar 50 mL do padrão de açúcar invertido 1% (a solução deve estar à temperatura ambiente) em um balão de 200 mL, completar o volume com água deionizada e homogeneizar;

Transferir para bureta de 50 mL;

Fazer 3 repetições e tirar a média.

Titulação Prévia: Objetivo é saber aproximadamente o volume de padrão ou amostra que gastaremos na titulação propriamente dita;

Encher a bureta com amostra preparada;

Colocar no Redutec de 10 a 20 mL de água deionizada e 10 mL da solução de fehling A + fehling B;

Ligar o aquecimento do Redutec e quando o líquido já estiver em ebulição, titular com a solução da bureta até o aparecimento do precipitado vermelho tijolo;

Titular até não se perceber mais a cor azul;

Colocar 3 gotas da solução de azul de metileno e titular até a viragem (desaparecimento completo da cor azul);

Anotar o volume de amostra gasto na titulação.

Titulação propriamente dita: Encher a bureta com amostra;

Colocar no Redutec 20 mL de água deionizada e 10 mL da solução de fehling A + fehling B;

Colocar nessa solução ainda fria um volume de amostra igual a 2 mL a menos que o volume gasto na titulação prévia.

Ligar o aquecimento do Redutec e quando a solução entrar em ebulição, marcar o tempo e ferver exatamente 2 minutos e em seguida adicionar 3 gotas de azul de metileno;

Titular até viragem (titular no máximo em 1 minuto);

Anotar o volume de amostra gasto na titulação.

Cálculo:  $\text{ART \% MOSTO (g / 100 mL)} = 25 \times (V_p/V_a)$

Onde:  $V_p$  = volume de padrão gasto na titulação

$V_a$  = volume de amostra gasto na titulação

Resultado: Expressar em % de ART (g/100 mL), com quatro decimais.

**Acidez total:**

Equipamentos e materiais

- pHmetro digital;
- Agitador magnético;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

Reagentes e soluções

- Água destilada;
- Hidróxido de sódio 0,1 mol/L

Procedimento:

Coletar a amostra;

Pipetar 20 mL da amostra e transferir para um béquer;

Acrescentar 50 mL de água destilada;

Colocar uma barra magnética dentro do béquer;

Colocar o béquer contendo a amostra diluída sobre o agitador magnético;

Regular a agitação;

Inserir o eletrodo do pHmetro dentro do béquer e titular com a solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L até pH 8,50.

Anotar o volume gasto.

Cálculo

Acidez (g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/L) = Vg x 0,245 x Fator de correção do NaOH 0,1mol/L

Onde: Vg = volume gasto de NaOH 0,1mol/L na titulação

Resultado: Expressar em g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/L com duas decimais.

Cálculo

Acidez (g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/L) = Vg x 0,245 x Fator de correção do NaOH 0,1mol/L

Onde: Vg = volume gasto de NaOH 0,1mol/L na titulação

Resultado: Expressar em g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/L com duas decimais.

**Porcentagem de álcool (°GL):**Equipamentos e materiais

- Microdestilador Kjeldahl;
- Densímetro digital;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

Reagentes e soluções

- Água destilada.

Procedimento: Analisar a amostra em temperatura ambiente;

Homogeneizar a amostra;

Pipetar 25 mL da amostra e colocar no microdestilador (manter só as válvulas de admissão de amostra e de ar abertas);

Com auxílio de uma pisseta, passar água destilada na pipeta e limpar o copo de admissão de amostra.

Fechar a válvula de admissão de amostra;

Acoplar um balão volumétrico de 50 mL no final do condensador de modo que o ponteiro do condensador adentre 2 a 3 cm no gargalo do balão;

Ligar o reostato na posição 8. Quando iniciar a ebulição da água da caldeira, fechar a torneira de admissão de ar;

Não deixar subir espuma além da primeira bola do condensador (caso isso acontecer diminuir o reostato);

Deixar completar com o condensado até que atinja o menisco do balão volumétrico e posteriormente, desacoplá-lo do condensador;

Desligar o destilador, abrindo a válvula de vácuo para o descarte da amostra já destilada;

Após o descarte, fechar a válvula de vácuo, abrindo logo em seguida as válvulas de ar e de admissão de amostra;

Lavar o bulbo do densímetro digital com a amostra do balão;

Colocar a amostra verificando se não houve a formação de bolhas no bulbo;

Manter a amostra estacionária na célula de medição;

Fazer a leitura escolhendo a opção correspondente à amostra e anotar o resultado;

Lavar o bulbo várias vezes com água destilada.

Resultado: Expressar em % de etanol com três decimais.

### **Porcentagem de fermento:**

#### Equipamentos e materiais

- Centrifuga;
- Tubo de centrifuga graduado em % ou mL;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

Procedimento: Coletar a amostra.

Homogeneizar bem a amostra;

Transferir a amostra para tubo de centrífuga graduado de 15 mL;  
Centrifugar por 5 minutos a 3000 rpm na centrífuga;  
Após a centrifugação, anotar o volume de fermento decantado e o volume total da amostra;

Calcular e anotar o resultado: % fermento = (volume de fermento decantado ÷ volume total da amostra) x 100

O resultado é expresso em % de fermento com duas decimais.

### **Determinação de acidez:**

#### Metodologia:

#### Equipamentos e materiais

- pHmetro digital;
- Chapa de Aquecimento;
- Agitador magnético;
- Condensador de refluxo;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

#### Reagentes e soluções

- Água destilada;
- Hidróxido de sódio 0,1mol/L: Pesar em béquer de 250 mL, 4,0 g ± 0,1 g de hidróxido de sódio;

Dissolver em água destilada;

Esfriar e transferir para balão volumétrico de 1000 mL;

Completar o volume com água destilada;

Armazenar em frasco de polietileno;

Validade: 3 meses conservado a temperatura ambiente.

Padronização: Pipetar 25 mL de solução de biftalato de potássio 0,1mol/L e transferir para erlenmeyer de 250 mL;

Adicionar 100 mL de água destilada;

Adicionar 3 gotas de solução de fenolftaleína 1%;

Com auxílio do agitador magnético, titular com bureta de 50 mL o hidróxido de sódio 0,1 mol/L a ser padronizado até a viragem do incolor para rosa claro. Anotar o volume gasto da titulação (Vg).

Cálculo:  $F = 25/Vg$

Onde:

F = fator de correção da solução

Vg = volume gasto (mL)

Procedimento: Coletar a amostra;

Centrifugar e utilizar apenas o sobrenadante;

Pipetar 20 mL do sobrenadante, colocar no balão e adicionar 50 mL de água destilada;

Acoplar o balão no condensador de refluxo e ligar o reostato na posição

10. Quando iniciar a ebulição da amostra, deixar por 5 minutos para eliminação do CO<sub>2</sub>;

Esfriar e transferir para um béquer de 100 mL;

Inserir o eletrodo do pHmetro na amostra;

Titular com hidróxido de sódio 0,1 mol/L padronizado até pH 8,50 (sob agitação);

Calcular e anotar o resultado.

Cálculo: Acidez (g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/L) = Vg x 0,245 x Fator de correção do NaOH 0,1mol/L

Onde:

Vg = volume gasto de NaOH 0,1mol/L na titulação

Resultado: Expressar em g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/L de Vinho Bruto e Levedo Tratado com duas decimais.

### **Concentração em °Brix do vinho bruto:**

Metodologia:

Coletar a amostra

Homogeneizar a amostra;

Encher a proveta com a amostra;

Imergir cuidadosamente o aerômetro até o ponto de afloramento evitando que a haste fique molhada acima deste ponto;

Aguardar 2 minutos, fazer a leitura do °Brix.

Resultado: Expressar com duas decimais.

### **Açúcares Redutores Residuais Totais (ARRT):**

Equipamentos e materiais

- Redutec com ou sem Eletrodo de oxi-redução;
- Banho-Maria;
- Balança de precisão;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

#### Reagentes e soluções

- Água deionizada;
- Solução de fenolftaleína 1%;
- Celite;
- Azul de metileno 1%;
- Solução Fehling A + Solução Fehling B;
- Hidróxido de sódio 0,1mol/L;
- Hidróxido de sódio 20%;
- Ácido clorídrico 6,34mol/L;
- Ácido clorídrico 1mol/L;
- EDTA 4% (m/v);
- Ácido clorídrico 2,5mol/L;
- Padrão estoque de açúcar invertido 1%;
- Açúcar invertido, solução de uso 0,2%;
- Ácido clorídrico 0,5 mol/L;

#### Procedimento:

Coletar a amostra;

Aquecer aproximadamente 200 mL da amostra até 75°C, resfriar a temperatura ambiente e filtrar em algodão;

Pesar  $50g \pm 0,5g$  da amostra e transferir para balão volumétrico de 200 mL;

Acrescentar água destilada suficiente para cobrir o bulbo do termômetro introduzido no balão e aquecer em banho-maria até atingir 65°C;

Retirar do banho e adicionar 10 mL de ácido clorídrico 6,34 mol/L, ao mesmo tempo em que se retira o termômetro;

Agitar o balão com movimentos rotatórios e deixar em repouso por 30 minutos;

Colocar em um béquer, adicionar 3 gotas de fenolftaleína 1%,

Com auxílio de um agitador magnético, neutralizar com a solução de hidróxido de sódio 20%; (Caso a amostra adquira uma coloração rósea, colocar algumas gotas de ácido clorídrico 1mol/L até voltar a coloração normal.)

Adicionar 20 mL de solução de açúcar invertido 1%;

Resfriar, adicionar 4 mL da solução de EDTA 4%, voltar o conteúdo para um balão volumétrico de 200 mL e completar o volume com água destilada e homogeneizar;

Transferir para béquer de 250 mL, adicionar de 8 a 10g de celite, agitar e filtrar em papel de filtro.

Titulação: Encher a bureta com amostra;

Colocar no Redutec 20 mL de água deionizada e 10 mL da solução de fehling A + fehling B;

Ligar o aquecimento do Redutec e quando a solução entrar em ebulição, marcar o tempo e ferver exatamente 2 minutos e em seguida adicionar 3 gotas de azul de metileno;

Titular até viragem (titular no máximo em 1 minuto);

Anotar o volume de amostra gasto na titulação.

Cálculo

$$\text{ARRT (\%)} = \left( \frac{19,86}{V} + 0,024 \right) - 0,4$$

Onde: V = volume gasto e corrigido

Resultado: Expressar em % de ARRT (g/100mL), com três decimais.

### **Determinação de floculação:**

Equipamentos e Materiais: Vidrarias e utensílios comuns ao Laboratório de Microbiologia.

Procedimento: Coletar a amostra;

Homogeneizar a amostra;

Transferir para uma proveta de 100 mL;

Ajustar o menisco para 100 mL;

Deixar em repouso por 15 minutos para decantar a amostra.

Fazer a leitura quantificando de cima para baixo o espaço existente entre o volume total (100 mL) e o início da graduação do levedo;

Anotar o resultado já calculado.

Cálculo: % Floculação = 100 - Volume da amostra floculada

Resultado: Expressar o resultado em % de floculação.

### **Porcentagem de fermento no vinho centrifugado:**

Metodologia: Tubo de centrífuga graduado em porcentagem (%)

Homogeneizar bem a amostra;

Transferir a amostra até o menisco do tubo;

Centrifugar por 5 minutos a 3000rpm na centrífuga;

Anotar o resultado. Para o procedimento com o tubo em porcentagem, o resultado será a quantidade fermento decantado correspondente a graduação de porcentagem indicada.

### **Teor alcoólico do álcool etílico (°INPM):**

#### Definições

- Massa Específica: massa por unidade de volume;
- Teor Alcoólico: porcentagem de álcool contido em uma amostra.

#### Equipamentos e materiais

- Densímetro de vidro, escala 0,800 g/mL a 0,850 g/mL, resolução 0,0005 g/mL;
- Densímetro de vidro, escala 0,750 g/mL a 0,800 g/mL, resolução 0,0005 g/mL;
- Termômetro de imersão total, resolução 0,5 ° C;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

#### Reagentes e soluções

- Água destilada.

#### Procedimento

Coletar a amostra;

Transferir a amostra para proveta, enxaguando-a antes com a amostra;

Imergir no álcool o termômetro e a seguir o densímetro, rigorosamente limpos e desengordurados;

Aguardar a posição de equilíbrio do densímetro e observar tangencialmente ao nível do líquido, ou seja, na parte inferior do menisco, o valor da massa específica indicada;

Anotar a massa específica e a temperatura.

### Resultado

Através da temperatura (°C) e da massa específica (g/mL) e com auxílio da tabela, localizar o valor do °INPM correspondente. Registrar a temperatura (°C) com uma decimal, massa específica (g/mL) com quatro decimais, e o grau alcoólico (°INPM) com uma decimal.

**Hidratado:** Grau alcoólico mínimo 92,6 (°INPM);

**Anidro:** Grau alcoólico mínimo 99,3 (°INPM).

### **Condutividade elétrica do álcool etílico:**

#### Equipamentos e materiais

- Condutivímetro de leitura digital, em S/m;
- Célula de condutividade, de fluxo contínuo ou de imersão, com constante de  $0,1 \text{ cm}^{-1}$ ;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

#### Reagentes e soluções

- Água deionizada.

#### Procedimento

Coletar a amostra;

Encher um béquer com a amostra;

Lavar a célula do condutivímetro com a amostra;

Colocar a amostra até completar o compartimento da célula;

Aguardar no mínimo 2 minutos para estabilização da leitura;

Fazer a leitura da condutividade;

Anotar o resultado;

Lavar a célula com água deionizada;

Deixar em repouso com água deionizada.

Resultado: Expressar em  $\mu\text{S/m}$ , com uma decimal.

### **Acidez total do álcool etílico:**

#### Equipamentos e materiais

- Bureta automática, resolução 0,01 mL;

- Estufa de secagem e esterilização;
- Balança analítica, resolução 0,1 mg;
- Balança semi-analítica, resolução 0,01 g;
- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

#### Reagentes e soluções

- Água deionizada.
- Solução de estoque de hidróxido de sódio 0,1 mol/L: Pesar em um béquer de 250 mL, 4,0 g  $\pm$  0,1 g de hidróxido de sódio;

Adicionar 100 mL de água deionizada;

Solubilizar, deixar esfriar e transferir para balão volumétrico de 1000 mL;

Completar o volume com água deionizada;

Armazenar em frasco de polietileno;

Validade: 3 meses - Conservado em temperatura ambiente.

- Solução de hidróxido de sódio 0,02 mol/L: Pipetar 100 mL da solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L e transferir para balão volumétrico de 500 mL;

Completar o volume com água deionizada e homogeneizar;

Armazenar em frasco de polietileno;

Validade: 15 dias conservado a temperatura ambiente.

Padronização: Pesar em erlenmeyer de 250 mL, aproximadamente 0,1000 g de biftalato de potássio, previamente seco em estufa a 105 °C  $\pm$  5° C por 3 horas no mínimo, armazenado em dessecador, anotar a massa (m);

Adicionar 100 mL de água deionizada e agitar até completa dissolução do sal;

Adicionar 5 gotas da solução indicadora de alfa-naftoftaleína 0,1 g/100 mL e titular com a solução de hidróxido de sódio 0,02 mol/L, até viragem de incolor para azul claro, anotar o valor gasto (V).

Cálculo da Concentração Real:  $Cr = m / 204,23 \times V$

Onde: Cr = Massa Molar por litro de solução;

m = Massa do biftalato de potássio (mg);

V = Volume gasto na titulação (mL).

204,23g/mol = Massa molecular do biftalato de potássio.

Cálculo do fator do hidróxido de sódio 0,02 mol/L:

$$\text{Fator} = \frac{\text{Concentração Real}}{\text{Concentração Teórica (0,02)}}$$

- Solução indicadora de alfa-naftolftaleína 0,1 g/100 mL: Pesar 0,10g ± 0,01 g de alfa-naftolftaleína e transferir para balão volumétrico de 100 mL;  
Acrescentar com auxílio de proveta, 70 mL de álcool etílico absoluto;  
Dissolver e completar o volume com água deionizada;  
Armazenar em frasco conta-gotas;  
Validade: 4 meses - Conservado a temperatura ambiente.

#### Procedimento

Coletar a amostra;

Transferir com auxílio de uma pipeta volumétrica 50 mL de água deionizada para erlenmeyer de 250 mL, acrescentar 3 ou 4 gotas da solução indicadora de alfa-naftolftaleína e neutralizar com a solução de hidróxido de sódio 0,02 mol/L até viragem do indicador;

Acrescentar com auxílio de uma pipeta volumétrica 50 mL da amostra e homogeneizar.

**Nota 1:** Considerar a permanência da cor azul como indicação de alcalinidade na amostra.

Titular com hidróxido de sódio 0,02 mol/L, caso a solução se torne incolor, até a viragem do indicador (incolor para azul claro). Anotar o volume gasto;

Calcular e anotar o resultado.

#### Cálculo

$$\text{Acidez Total (mg/L)} = 24 \times V_g \times F$$

Onde:

$V_g$  = volume gasto de NaOH 0,02 mol/L na titulação;

$F$  = fator de correção de NaOH 0,02 mol/L.

Resultado: Expressar a acidez total em mg de ácido acético por litro de amostra, com uma decimal. Resultados abaixo de 0,5 mg/L, expressar como < 0,5 mg/L.

#### **Aspecto visual do álcool etílico:**

#### Equipamentos e materiais

- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

### Procedimento

Coletar a amostra;

Lavar a proveta com parte da amostra, descartar e encher novamente até cerca de cinco centímetros abaixo do nível de transbordamento;

Fazer a verificação visual do aspecto quanto a material em suspensão.

Anotar o resultado.

Resultado: Expressar conforme segue:

LI = Límpido e isento de material em suspensão;

LP = Límpido e com presença de material em suspensão.

### **Verificação da cor do álcool etílico:**

#### Equipamentos e materiais

- Vidrarias e utensílios comuns de laboratório.

#### Reagentes e soluções

- Água destilada.

#### Procedimento

Coletar a amostra;

Encher uma proveta com água deionizada até cerca de cinco centímetros abaixo do nível de transbordamento e outra proveta com a amostra na mesma condição de enchimento;

Colocar as duas provetas sobre uma base de cor branca diante de um anteparo na mesma cor para facilitar a visualização da coloração;

Comparar visualmente a coloração da amostra com a da água;

A verificação da cor deve ser feita observando-se frontalmente as duas provetas.

Anotar o resultado.

Resultado: Expressar o resultado conforme a seguir:

Incolor = quando não se detecta diferenças de cor entre a amostra e água;

Levemente amarelado = cor da amostra diferente da cor da água;

Amarelado = cor da amostra diferente, em intensidade da cor da água.

## 8.2 Parâmetros analíticos

Os parâmetros analíticos que caracterizam um bom rendimento no processo de fermentação e destilação etanólica estão tabelados à seguir, baseados na metodologia Fermentec e CTC.

### 8.2.1 Parâmetros da fermentação

	<b>Dorna</b>	<b>Cuba</b>	<b>Volante</b>
Brix	1-3		
° GL	8-10°	3-6°	7-9°

<b>Vinhaça</b>		<b>Flegmaça</b>	
° GL	Máximo: 0,029	° GL	Máximo: 0,029

### 8.2.2 Parâmetros da destilação

	<b>Hidratado</b>	<b>Anidro</b>
pH	Min. 6,0 Max. 8,0	
Cond. (uS/cm)	Max. 350	Max. 350
INPM	Min.92,6 Max.93,8	Min.99,3
Acidez	Max.30	Max.30