

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS - UFAM**  
**FACULDADE DE TECNOLOGIA**  
**CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA**

VICTORIA MELICE GRANA BARBOSA CHAAR

**PROCESSO DE RECUPERAÇÃO DE ETANOL EM RESÍDUOS COMBUSTÍVEIS**

**MANAUS**  
**2025**

**VICTORIA MELICE GRANA BARBOSA CHAAR**

**PROCESSO DE RECUPERAÇÃO DE ETANOL EM RESÍDUOS COMBUSTÍVEIS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia Química da Universidade Federal do Amazonas (UFAM), como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Orientador: Prof. Dr. Douglas Alberto Rocha Castro

**MANAUS**

**2025**

### Ficha Catalográfica

Elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

---

C426p Chaar, Victoria Melice Grana Barbosa  
Processo de recuperação de etanol em resíduos combustíveis /  
Victoria Melice Grana Barbosa Chaar. - 2025.  
51 f. : il., color. ; 31 cm.

Orientador(a): Douglas Alberto Rocha Castro.  
Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade  
Federal do Amazonas, Faculdade de Tecnologia, Curso de  
Engenharia Química, Manaus, 2025.

1. Resíduos combustíveis. 2. Etanol combustível. 3.  
Recuperação. 4. Gasolina C. 5. Destilação. I. Castro, Douglas  
Alberto Rocha. II. Universidade Federal do Amazonas. Faculdade  
de Tecnologia. Curso de Engenharia Química. III. Título

---

**VICTORIA MELICE GRANA BARBOSA CHAAR**

**PROCESSO DE RECUPERAÇÃO DE ETANOL EM RESÍDUOS COMBUSTÍVEIS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia Química da Universidade Federal do Amazonas (UFAM) como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Este trabalho foi defendido e aprovado pela banca em 17/12/2025.

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Dr. Douglas Alberto Rocha Castro - UFAM  
Orientador

---

Prof. Ms. Fagner Ferreira da Costa - UFAM  
Avaliador

---

Prof. Dr. Nazareno Pina Braga - UFAM  
Avaliador

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, pela força, proteção e pela oportunidade de chegar até aqui, mesmo nos momentos de incerteza.

Aos meus pais, Mara Núbia e Jucimar Barbosa, agradeço por todo amor e dedicação para que eu tivesse uma boa educação. De forma especial, registro minha gratidão à memória do meu pai, cuja ausência física nunca apagou sua influência em minha vida. Seus ensinamentos, valores e o orgulho que sempre demonstrou por mim permaneceram como força e motivação em cada etapa desta caminhada. Este trabalho também é para ele.

À minha vizinha, Maria do Socorro, que enfrentou uma vida de poucas oportunidades, mas nunca deixou de acreditar no futuro das mulheres da família. Hoje, sendo a primeira a me formar, honro cada sacrifício feito por ela.

Ao meu marido, Jamal da Silva Char, agradeço por seu apoio incansável, compreensão nas longas jornadas de estudo, paciência nos dias mais difíceis e por acreditar em mim mesmo quando eu duvidei. Seu incentivo foi fundamental para que este trabalho se concretizasse.

Aos meus irmãos, Neto e Kaiky, que me trouxeram a certeza de que eu nunca caminhava sozinha.

À minha amiga Raquel, por todo suporte emocional, pela força nos dias difíceis e por acreditar em mim.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Douglas Alberto Castro, expresso minha sincera gratidão pela orientação cuidadosa, pela disponibilidade, pelas contribuições técnicas e pela confiança no desenvolvimento deste trabalho. Sua dedicação e compromisso com a qualidade acadêmica foram essenciais para minha formação.

Ao LCQ e LAPEC pela disponibilização da infraestrutura, equipamentos e suporte técnico essenciais para a realização deste trabalho e Equador Energia pelo suporte.

Aos meus colegas de graduação, Luis, Natalia e Júlia pelas trocas de conhecimento, pelos momentos de descontração e pelo ambiente de aprendizado.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste Trabalho de Conclusão de Curso, deixo registrada a minha profunda gratidão.

## RESUMO

O descarte inadequado de resíduos combustíveis provenientes de análises de teor alcoólico em gasolina representa um passivo ambiental relevante, especialmente em laboratórios que manipulam grandes volumes de gasolina C e etanol. Esses resíduos são constituídos principalmente por misturas hidroalcoólicas contendo água salina, etanol e frações de hidrocarbonetos. Diante desse cenário, este trabalho teve como objetivo avaliar a recuperação de etanol presente nesses resíduos por meio de processos de destilação em escala de bancada (destilação simples e coluna de vidro tipo Snyder) e em escala semi-piloto, buscando caracterizar os destilados quanto aos parâmetros físico-químicos definidos pela Resolução ANP nº 907/2022. A metodologia envolveu segregação e decantação da fase hidroalcoólica, destilação em diferentes arranjos e caracterização analítica do produto obtido, considerando massa específica, teor alcoólico, teor de hidrocarbonetos, cor e aspecto. Os resultados indicaram que todos os destilados apresentaram aspecto límpido e incolor, sem presença de impurezas. Apenas a coluna Snyder gerou destilado com massa específica e teor alcoólico dentro das especificações para etanol hidratado combustível, demonstrando maior eficiência de separação. Os rendimentos variaram entre 11,77% e 17,77%, sem diferença entre os sistemas. Conclui-se que a recuperação de etanol por destilação apresenta viabilidade técnica, sendo mais eficiente com a coluna Snyder, além de contribuir para reduzir o volume de resíduos destinados ao tratamento final.

Palavras-chave: etanol; resíduos combustíveis; destilação; recuperação; ANP 907/2022.

## **ABSTRACT**

The improper disposal of fuel residues generated from gasoline ethanol-content analyses represents a significant environmental liability, especially in laboratories handling large volumes of gasoline C and ethanol. These residues consist mainly of hydroalcoholic mixtures containing saline water, ethanol, and hydrocarbon fractions. This study aimed to evaluate the recovery of ethanol from such residues through distillation processes conducted at laboratory scale (simple distillation and Snyder column) and semi-pilot scale, assessing the quality of the recovered product according to the physicochemical specifications established by ANP Resolution nº 907/2022. The methodology included segregation and decantation of the hydroalcoholic phase, distillation under different configurations, and analytical characterization of the distillates, considering density, alcoholic strength, hydrocarbon content, color, and visual appearance. Results showed that all distillates were clear, colorless, and free of impurities. Only the Snyder column produced a distillate with density and alcoholic strength within the limits for hydrated fuel ethanol, demonstrating superior separation efficiency. Yields ranged from 11.77% to 17.77%, with no statistically significant differences among systems. It is concluded that ethanol recovery by distillation presents technical feasibility, with better performance in the Snyder column, and contributes to reducing the final volume of waste requiring treatment.

Keywords: ethanol; fuel residues; distillation; recovery; ANP 907/2022.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Participação das matérias-primas na produção de a) etanol anidro e b) hidratado no Brasil (2021–2023). .....	14
Figura 2 – Fluxograma simplificado para a produção de etanol 1G e 2G a partir da cana-de-açúcar. ....	17
Figura 3 – Esquema do teste da proveta. ....	18
Figura 4 – Representação esquemática do balanço de massa aplicado ao processo de destilação. ....	24
Figura 5 – Bombona de armazenamento de descarte. ....	26
Figura 6 – Fluxograma do procedimento experimental .....	28
Figura 7 – Etapas de obtenção do resíduo. ....	29
Figura 8 – Separação da fração hidroalcoólica para os ensaios em bancada. ....	29
Figura 9 – Separação da fração hidroalcoólica para semi-piloto.....	30
Figura 10– Sistemas de destilação a nível de bancada. ....	32
Figura 11 – Sistema de destilação semi-piloto. ....	33
Figura 12 – Esquema ilustrativo do extrator utilizado.....	34
Figura 13 – Variação de temperatura de fundo e topo em função do tempo na destilação simples. ....	38
Figura 14 – Variação de temperatura de fundo e topo em função do tempo na coluna Snyder.....	39
Figura 15 – Determinação dos hidrocarbonetos.....	43

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Especificações do EAC, do EHC e do EHCP.....	20
Tabela 2 – Aspecto e cor dos destilados.....	40
Tabela 3 – Massa específica a 20°C dos destilados.....	41
Tabela 4 – Teor alcoólico dos destilados. ....	42
Tabela 5 – Teor de hidrocarbonetos dos destilados.....	43
Tabela 6 – Rendimento dos destilados. ....	44

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>11</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	<b>13</b>
2.1	OBJETIVO GERAL .....	13
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	13
<b>3</b>	<b>REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>14</b>
3.1	A MATRIZ ENERGÉTICA E PAPEL DOS BIOCOMBUSTÍVEIS .....	14
3.2	O ETANOL COMBUSTÍVEL .....	15
<b>3.2.1</b>	<b>Etanol anidro</b> .....	<b>16</b>
<b>3.2.2</b>	<b>Etanol hidratado</b> .....	<b>17</b>
3.3	DETERMINAÇÃO DE TEOR DE ETANOL ANIDRO NA GASOLINA (ABNT NBR 13992) .....	18
3.4	LEGISLAÇÃO E NORMAS APLICÁVEIS .....	19
3.5	RESÍDUOS COMBUSTÍVEIS .....	21
3.6	PROCESSOS DE RECUPERAÇÃO DE ETANOL .....	23
<b>3.6.1</b>	<b>Fundamentos da destilação</b> .....	<b>23</b>
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>26</b>
4.1	MATERIAIS.....	26
<b>4.1.1</b>	<b>Matéria-Prima</b> .....	<b>26</b>
<b>4.1.2</b>	<b>Reagentes e vidrarias</b> .....	<b>27</b>
<b>4.1.3</b>	<b>Equipamentos e instalações</b> .....	<b>27</b>
4.2	MÉTODOS.....	28
<b>4.2.1</b>	<b>Segregação dos resíduos</b> .....	<b>28</b>
<b>4.2.2</b>	<b>Separação da fração hidroalcóolica</b> .....	<b>29</b>
<b>4.2.3</b>	<b>Processo de destilação</b> .....	<b>31</b>
4.2.3.1	<i>Recuperação em escala laboratorial</i> .....	32
4.2.3.2	<i>Recuperação em escala semi-piloto</i> .....	33
<b>4.2.4</b>	<b>Caracterização do destilado</b> .....	<b>35</b>
4.2.4.1	<i>Aspecto e cor</i> .....	35
4.2.4.2	<i>Massa específica</i> .....	35
4.2.4.3	<i>Teor alcoólico</i> .....	36
4.2.4.4	<i>Teor de hidrocarbonetos</i> .....	36

4.2.5	Avaliação e tratamento dos dados.....	37
4.2.6	Análise da viabilidade.....	37
5	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>38</b>
5.1	ANÁLISE DOS PARÂMETROS .....	38
5.2	CARACTERIZAÇÃO DOS DESTILADOS.....	40
5.2.1	Aspecto e cor .....	40
5.2.2	Massa específica.....	41
5.2.3	Teor alcoólico.....	41
5.2.4	Teor de hidrocarbonetos.....	42
5.3	RENDIMENTO DOS DESTILADOS .....	44
5.4	VIABILIDADE TÉCNICA .....	45
6	<b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>47</b>
7	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>48</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>49</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Os combustíveis fósseis ainda representam a principal fonte de energia utilizada no mundo. No entanto, a crescente gravidade da crise climática tem impulsionado ações em escala global voltadas à redução das emissões de gases de efeito estufa, principalmente aquelas associadas ao uso de combustíveis fósseis, como petróleo e seus derivados. Apesar dos diversos avanços em fontes renováveis, há indicativos que, até meados deste século, o petróleo ainda responderá com parcela significativa da matriz energética mundial. Isso reforça a necessidade de acelerar a transição para fontes sustentáveis e de menor impacto ambiental (MORAIS; POMPERMAYER, 2025).

Neste contexto, o etanol surge como uma alternativa estratégica por ser um combustível renovável, produzido principalmente a partir da fermentação de açúcares vegetais. É um biocombustível utilizado em motores a combustão interna com ignição por centelha (Ciclo Otto), podendo substituir total ou parcialmente a gasolina. No Brasil, são duas as formas de utilização do produto, na forma de etanol anidro, como componente de mistura para a produção da gasolina C, ou como etanol hidratado, comercializado em todo o país como um combustível acabado (BRASIL, 2018).

Em junho de 2025, o Conselho Nacional de Política Energética aprovou o aumento da mistura obrigatória de etanol na gasolina, de 27% para 30%, como parte de uma estratégia nacional de fortalecimento dos biocombustíveis e redução da dependência de derivados importados (Brasil, 2025). Tal mistura tem sua qualidade controlada por meio da pela Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP), através das normas NBR para as análises físico-químicas.

A realização de ensaios de teor de etanol em amostras de gasolina *In Situ* (pista de postos de abastecimento) e no laboratório geram resíduos líquidos compostos principalmente por etanol, gasolina e água salina, os quais são armazenados no Laboratório de Pesquisa e Ensaios de Combustíveis (LAPEC), configurando um passivo ambiental que necessariamente precisa ser tratado e que oportuniza o desenvolvimento do processo de recuperação e reaproveitamento energético.

Com o intuito de viabilizar o reaproveitamento desses resíduos, o setor de usinagem do laboratório foi equipado com um extrator adaptado, originalmente utilizado para extração de óleos essenciais, de modo a operá-lo como sistema de

destilação. Nesse contexto, o presente trabalho avalia a recuperação de etanol a partir dos resíduos gerados nos ensaios de teor alcoólico em gasolina C, utilizando destilações em escala de banca (destilação simples e coluna Snyder) e em sistema semi-piloto com foco na caracterização dos destilados e na verificação da sua conformidade com os parâmetros da ANP para etanol combustível.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Investigar o processo de recuperação de etanol presente em resíduos líquidos gerados pelo teste de teor de etanol da gasolina automotiva, avaliando as características do produto e a viabilidade do reaproveitamento.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Separar resíduos combustíveis com presença de etanol para recuperação experimental;
- Realizar o processo de destilação simples e fracionada, em escala de bancada para purificação do etanol;
- Realizar processo de destilação em escala semi-piloto para purificação do etanol, a partir dos dados operacionais em escala de laboratório;
- Determinar o rendimento do processo de recuperação por batelada em diferentes arranjos experimentais (destilação simples, coluna de vidro e extrator de maior volume);
- Caracterizar com base no aspecto visual, cor, pH, massa específica e teor de hidrocarbonetos, em conformidade com a Resolução ANP n°907/2022;
- Avaliar a viabilidade técnica do reaproveitamento do etanol recuperado como alternativa ao descarte de resíduos combustíveis.

### 3 REVISÃO DE LITERATURA

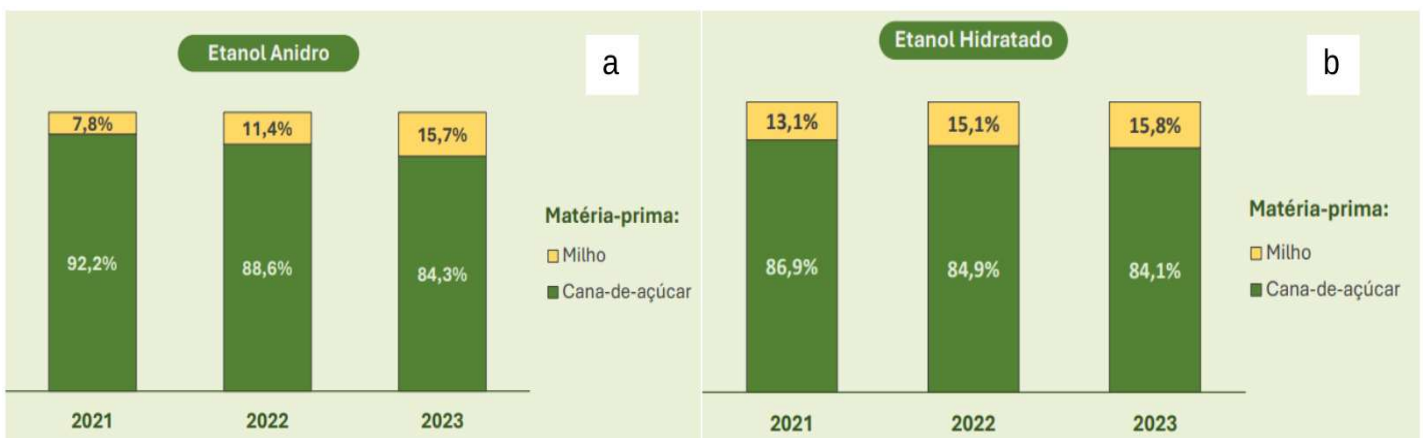
#### 3.1 A MATRIZ ENERGÉTICA E PAPEL DOS BIOCOMBUSTÍVEIS

A matriz energética mundial ainda é fortemente dependente de combustíveis fósseis cuja queima tem elevado as concentrações de CO<sub>2</sub> na atmosfera a patamares superiores a 400 ppm, valor acima do observado nos últimos anos. Esse cenário está associado ao aumento da frequência de eventos climáticos extremos e ao debate sobre o Antropoceno, período em que a ação humana passou a ser um dos fatores de mudança climática (GRASSI et al., 2019).

Diante disso, tem-se buscado alternativas sustentáveis, como o uso de biocombustíveis, que são combustíveis obtidos a partir de matéria orgânica renovável (PADDER et al, 2024). Há muitos estudos sobre a produção dos biocombustíveis utilizando biomassas, a fim de propor melhorias na qualidade e na eficiência (BAN et al., 2024; ALI et al.,2024 ; SIKIRU et al., 2024).

Entre esses biocombustíveis, tem-se o etanol, produzido pela fermentação de culturas, como o milho e a cana de açúcar. Esse etanol produzido pode ser utilizado em conjunto com a gasolina a fim de diminuir a dependência de combustíveis fósseis (PADDER et al, 2024).

Figura 1 – Participação das matérias-primas na produção de a) etanol anidro e b) hidratado no Brasil (2021–2023).



Fonte: EPE (2024)

De acordo com a Empresa de Pesquisa Energética (EPE, 2025), a produção de etanol no Brasil tem passado por um processo de diversificação das matérias-primas (Figura 1). Embora a cana-de-açúcar ainda responda pela maior parte do volume produzido, com cerca de 30 bilhões de litros produzidos em 2024, o etanol de milho vem crescendo de forma significativa, alcançando cerca de 5,8 bilhões de litros em 2023 e 7,5 bilhões em 2024, consolidando-se como a segunda principal fonte de etanol no país.

### 3.2 O ETANOL COMBUSTÍVEL

O Brasil foi um dos países pioneiros no uso do etanol combustível em larga escala, iniciando a mistura de etanol à gasolina ainda na década de 1930 e intensificando sua produção com o Programa Nacional do Álcool (Proálcool), na década de 1970. Esses incentivos permitiram a expansão das destilarias e o desenvolvimento de veículos dedicados ao etanol, integrando esse biocombustível de forma definitiva à matriz energética nacional (GRASSI et al., 2019).

Pela estrutura molecular, o etanol é um álcool de cadeia curta ( $C_2H_5OH$ ), cujas propriedades físico-químicas explicam sua adequação como combustível: é polar, miscível em água, possui volatilidade relativamente elevada, que permite a formação de misturas inflamáveis, e apresenta alto índice de octanagem. Ensaio com misturas etanol–gasolina mostram que a adição de etanol aumenta este índice e favorece o funcionamento em maiores taxas de compressão e com menor propensão à detonação (knock) em motores de ignição por centelha (CALVIN et al., 2022).

Além das propriedades de octanagem, destaca-se que o etanol possui calor de vaporização significativamente superior ao da gasolina, o que promove resfriamento da mistura ar–combustível e aumenta a resistência à detonação em motores de injeção direta. Contudo, sua densidade energética por unidade de volume é menor, o que implica maior consumo volumétrico quando esses benefícios não são plenamente aproveitados (RENEWABLE FUELS ASSOCIATION, 2017).

Segundo a Resolução ANP nº 907/2022, o etanol combustível comercializado no país apresenta duas classificações principais: etanol anidro combustível (EAC), utilizado como aditivo obrigatório à gasolina, e etanol hidratado combustível (EHC), empregado diretamente em motores do ciclo Otto (ANP, 2022).

### 3.2.1 Etanol anidro

O etanol anidro combustível (EAC) é definido pela Resolução ANP nº 907/2022 como o produto com teor mínimo de 99,3% (m/m) de etanol, sendo utilizado obrigatoriamente como componente da gasolina tipo C. Essa especificação é necessária porque o etanol hidratado obtido por fermentação e destilação convencional apresenta limitação imposta pelo azeótropo água-etanol, o que impede a obtenção de pureza superior por destilação simples (ANP, 2022).

Devido a essa barreira termodinâmica, a conversão do etanol hidratado em etanol anidro requer processos adicionais de desidratação. Nunes e Finzer (2019) destacam que para a obtenção de etanol anidro são empregados processos de destilação azeotrópica, destilação extrativa ou adsorção em peneiras moleculares, capazes de remover a água remanescente e elevar a pureza para valores acima de 99%. Entre essas rotas, a adsorção em peneiras moleculares tem sido amplamente adotada pela indústria, em razão de sua elevada seletividade e menor demanda energética quando comparada às técnicas baseadas em solventes.

O etanol anidro apresenta elevada sensibilidade à presença de água, sais inorgânicos e hidrocarbonetos, razão pela qual a ANP estabelece limites rigorosos para esses contaminantes (ANP, 2022). Relatórios do Programa de Monitoramento da Qualidade dos Combustíveis (PMQC) indicam que não conformidades envolvendo teor alcoólico, hidrocarbonetos e condutividade ocorrem com frequência no EAC comercializado, frequentemente relacionadas à contaminação cruzada durante transporte ou armazenamento.

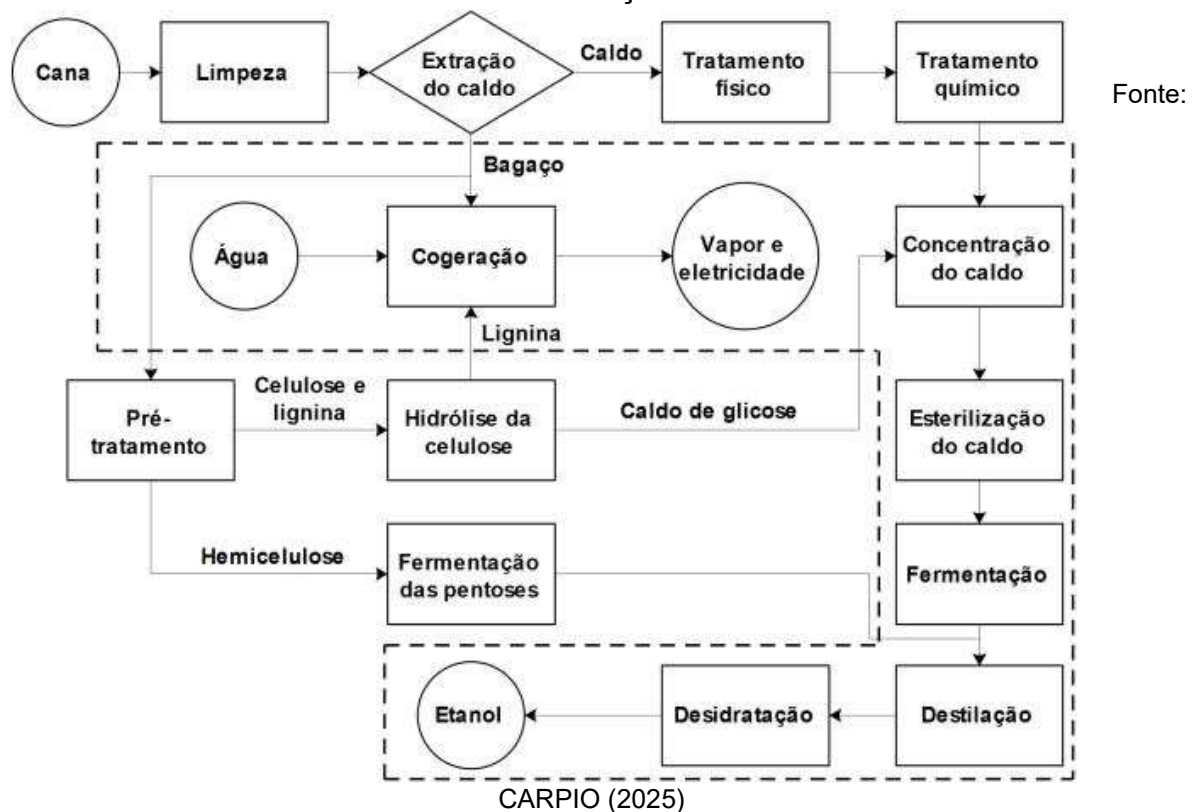
A combinação entre alta pureza requerida e sensibilidade a contaminantes justifica o rigor no controle de qualidade do EAC e sua relevância no contexto da gasolina tipo C. Esses aspectos também são fundamentais para avaliar a viabilidade de recuperação de etanol a partir de resíduos laboratoriais, especialmente quanto à possibilidade de enquadramento do material recuperado nas especificações regulamentares.

### 3.2.2 Etanol hidratado

O etanol hidratado (EHC) é comercializado como combustível acabado, destinado a uso direto em veículos, devendo atender a faixas específicas de teor alcoólico, massa específica, teor de água, teor de hidrocarbonetos e outros parâmetros físico-químicos definidos pela Resolução ANP n°907/2022.

O EHC é produzido no Brasil principalmente a partir da cana-de-açúcar pelo processo fermentativo do caldo concentrado, Figura 2, considerado como etanol de primeira geração (1G), mas pode ser obtido também pela tecnologia do etanol de segunda geração (2G) utilizando como matéria prima o próprio bagaço (Furlan *et al.*, 2013). Isto traz uma grande possibilidade de ganho para as indústrias de etanol, já que um subproduto do processo original vira matéria-prima para a fabricação do produto final. Dessa maneira, pode se chegar a aumentar a produção de etanol por hectare de área plantada em até 26% (Galdos *et al.*, 2013), diminuindo a pressão sobre a produção de alimentos.

Figura 2 – Fluxograma simplificado para a produção de etanol 1G e 2G a partir da cana-de-açúcar.

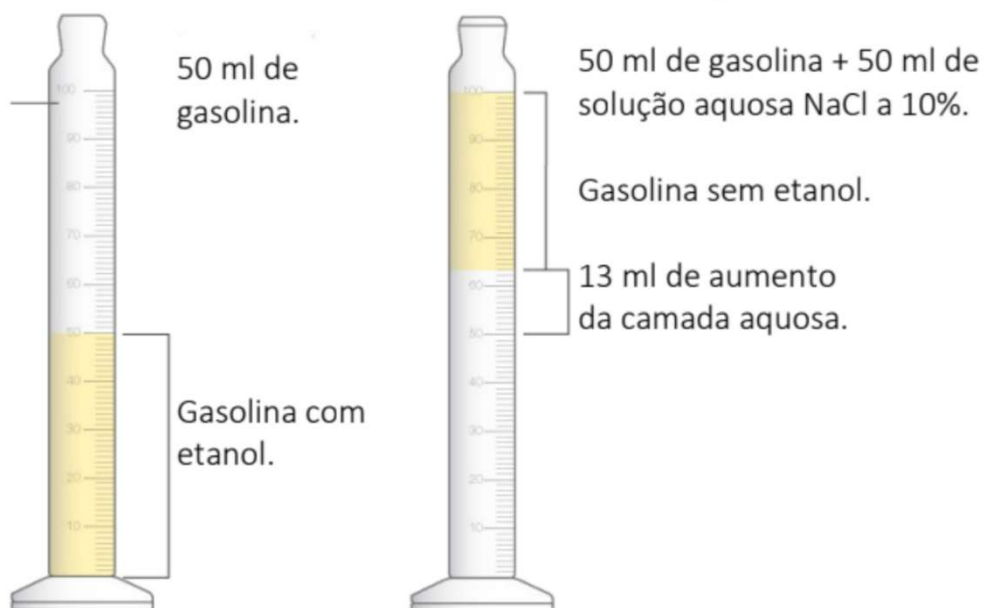


### 3.3 DETERMINAÇÃO DE TEOR DE ETANOL ANIDRO NA GASOLINA (ABNT NBR 13992)

O teor de etanol anidro na gasolina tipo C é um dos principais parâmetros de controle de qualidade, pois a proporção de etanol etílico anidro combustível (EAC) adicionada à gasolina tipo A é definida por especificações legais e fiscalizada pela Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP, 2022).

Para essa verificação, o método volumétrico descrito na ABNT NBR 13992 é o procedimento de referência utilizado em laboratórios e em ações de fiscalização em postos revendedores. O método baseia-se na separação líquido-líquido entre a fase orgânica da gasolina e uma fase aquosa contendo eletrólitos. A gasolina é colocada em uma proveta graduada juntamente com solução aquosa de cloreto de sódio e, após agitação e repouso, observam-se duas fases bem definidas: uma fase superior predominantemente orgânica e uma fase inferior hidroalcoólica (ABNT, 2015), conforme Figura 3.

Figura 3 – Esquema do teste da proveta.



Fonte: Adaptado de ANP (2017)

Amparado et al. (2016) atribuem essa separação à natureza anfifílica do etanol, cujo grupo hidroxila interage por ligações de hidrogênio com a solução aquosa, enquanto a porção apolar da molécula apresenta maior afinidade pela gasolina. Além da afinidade do etanol com a água, a presença de sal em solução contribui para a partição do álcool em direção à fase aquosa. Esse comportamento está relacionado ao efeito *salting-out*, descrito na literatura de físico-química como a redução da solubilidade de espécies orgânicas em meios aquosos na presença de eletrólitos, o que modifica o coeficiente de partição entre as fases (PIEROTTI, 1976; SILVA, 2018).

Estudos que aplicam o teste da proveta em amostras comerciais de diferentes municípios relatam que o método é adequado para verificar o atendimento aos limites regulamentares, destacando sua simplicidade, baixo custo e rapidez para análises de rotina (AMPARADO et al., 2016; NASCIMENTO et al., 2020). Outros trabalhos, voltados à avaliação metrológica, apontam limitações associadas à leitura do menisco, à resolução da escala da proveta e à possibilidade de interferência de outros componentes oxigenados, fatores que podem introduzir incertezas na determinação volumétrica (ZUCCHINI et al., 2008).

A formação de uma fase hidroalcoólica na parte inferior da proveta é consequência direta do procedimento descrito na NBR 13992, uma vez que o etanol é transferido para a solução aquosa de cloreto de sódio utilizada no ensaio (ABNT, 2015; AMPARADO et al., 2016; NETO, 2024). Essa fase é constituída, principalmente, por água, etanol e sal dissolvido.

### 3.4 LEGISLAÇÃO E NORMAS APLICÁVEIS

A qualidade do etanol comercializado no Brasil é regulamentada pela Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP), que estabelece especificações e realiza o Programa de Monitoramento da Qualidade dos Combustíveis (PMQC) para identificar não conformidades em postos de todo o país (NASCIMENTO et al., 2025). A Tabela 1 apresenta os principais parâmetros estabelecidos para Etanol anidro combustível (EAC), Etanol Hidratado combustível (EHC) e Etanol Hidratado Combustível Premium (EHCP).

Tabela 1 – Especificações do EAC, do EHC e do EHCP.

CARACTERÍSTICA	UNIDADE	LIMITE			MÉTODO (1)	
		EAC	EHC	EHCP (2)	NBR	ASTM/EN/ISO
Aspecto (3)	-	Límpido e Isento de Impurezas (LII)			Visual	
Cor	-	(4)	(5)		Visual	
Acidez total, máx. (em miligramas de ácido acético)	mg/L	30			9866 16047	ISO 17315
Condutividade elétrica, máx.	µS/m	300			10547	ISO 17308
Massa específica a 20°C (6)	kg/m <sup>3</sup>	791,5 máx.	805,2 a 811,2	799,7 a 802,8	5992 15639	D 4052
Teor alcoólico (6,7,8)	% massa	99,3 mín.	92,5 a 94,6	95,5 a 96,5	5992 15639	-
Potencial hidrogeniônico (pH)	-	-	6,0 a 8,0		10891	-
Teor de etanol, mín. (9)	% volume	98,0	94,5	96,3	16041	D5501
Teor de água, máx. (9, 10)	% massa	0,7	7,5	4,5	15531 15888	E203 E1064
Resíduo por evaporação, máx. (11,12)	mg/100mL	5			8644	-
Teor de hidrocarbonetos, máx. (11)	% volume	3			13993	-
Teor de cloreto, máx. (13)	mg/kg	1			10894	D7328 D7319
Teor de sulfato, máx. (14)	mg/kg	4			10894	D7328 D7319
Teor de ferro, máx. (14)	mg/kg	5			11331	-
Teor de sódio, máx. (14)	mg/kg	2			10422	-
Teor de cobre, máx. (15)	mg/kg	0,07	-		11331	-

Teor de enxofre, máx. (16)	mg/kg	Anotar	-	D5453 EN15485 EN15486 EN15837
Teor de metanol, máx. (17, 18, 19, 20)	% volume	0,5	16041 16943 (21)	1388-8

Fonte: Adaptado da ANP (2022)

Além disso, a Lei nº 14.993/2024 e o grupo técnico GT-E30 introduziram a possibilidade de elevação do teor de etanol na gasolina até 30% ou 35%, condicionada a estudos de desempenho, emissões e segurança veicular. Ensaio controlados realizados pelo Instituto Mauá de Tecnologia demonstraram que misturas E30 apresentaram comportamento semelhante ao da gasolina E27, contribuindo para fundamentar decisões regulatórias futuras (INSTITUTO MAUÁ DE TECNOLOGIA, 2025).

### 3.5 RESÍDUOS COMBUSTÍVEIS

Os resíduos combustíveis podem ser originados de diversas fontes industriais e comerciais, como ocorre nas operações de processamento, manipulação e análise de combustíveis derivados do petróleo e de biocombustíveis em refinarias, usinas, bases distribuidoras, postos revendedores e laboratórios de ensaios. Nesses diferentes contextos, a presença de substâncias inflamáveis e de compostos orgânicos voláteis faz com que esses resíduos constituam um passivo ambiental, em função da periculosidade, da toxicidade e do potencial de contaminação do solo e dos recursos hídricos quando não são manejados de forma adequada (NYCZ Et al., 2024).

O relatório Combustíveis Derivados de Resíduos no Brasil, elaborado por Nycz e Eudes (2024) no âmbito da IPEN/Toxisphera, discute o uso de resíduos como Combustíveis Derivados de Resíduos (CDR) em diferentes setores, destacando o papel da agroindústria e, em especial, da indústria sucroalcooleira. O documento aponta que resíduos associados à cadeia de combustíveis e derivados do petróleo apresentam elevado potencial de impacto ambiental, seja pela geração de emissões tóxicas, seja pela dificuldade de destinação e tratamento. Além disso, os autores ressaltam que a tendência de aumento da produção de petroquímicos e plásticos,

impulsionada pelas grandes corporações do setor de petróleo, pode ampliar significativamente o volume de resíduos e agravar problemas como a poluição por plásticos e as mudanças climáticas, em contraste com princípios de desenvolvimento sustentável, economia circular e resíduo zero.

Embora o relatório trate principalmente de resíduos em escala industrial, os princípios discutidos são relevantes para o contexto laboratorial, onde também são geradas misturas líquidas contendo combustíveis e solventes inflamáveis. Os resíduos provenientes de ensaios de qualidade de combustíveis, como aqueles que envolvem gasolina e etanol hidratado combustível, enquadram-se em categorias de risco semelhantes, uma vez que contêm compostos orgânicos voláteis que podem representar perigo à saúde humana e ao meio ambiente se descartados de maneira inadequada. As Fichas de Dados de Segurança de gasolina comum C e etanol hidratado combustível, disponibilizadas por distribuidoras brasileiras, indicam esses produtos como líquidos inflamáveis, com risco de inalação de vapores e de impacto ao ambiente aquático, recomendando que eventuais resíduos sejam encaminhados para tratamento ou destinação especializada, e não lançados em redes de esgoto ou corpos d'água (VIBRA ENERGIA, 2019).

Do ponto de vista normativo, a ABNT NBR 10004 estabelece critérios para classificação de resíduos sólidos e líquidos com base em propriedades como inflamabilidade, toxicidade e periculosidade ambiental, enquadrando como Classe I – Perigosos aqueles que apresentam risco significativo à saúde e ao meio ambiente (ABNT, 2004). A ABNT NBR 13221, por sua vez, define requisitos para o transporte terrestre de resíduos, incluindo aqueles classificados como perigosos, com orientações sobre acondicionamento, identificação e segurança operacional (ABNT, 2018). Assim, os resíduos líquidos gerados em análises de combustíveis devem ser tratados como resíduos perigosos, exigindo armazenamento, transporte e destinação em conformidade com as normas técnicas e com a legislação ambiental vigente.

Nesse contexto, torna-se relevante avaliar alternativas que contribuam para a redução do volume ou da periculosidade desses resíduos, seja por meio de processos de recuperação de componentes de interesse, seja por meio de rotas de tratamento que permitam sua destinação ambientalmente adequada. Essa abordagem dialoga com os princípios discutidos por Nycz e Eudes (2024) e reforça a importância de incorporar práticas de gestão e valorização de resíduos também na realidade dos laboratórios de ensaio de combustíveis.

### 3.6 PROCESSOS DE RECUPERAÇÃO DE ETANOL

A recuperação de etanol em resíduos combustíveis é um processo de extrema importância para o tratamento de um passivo ambiental potencialmente danoso, mas que pode se tornar uma grande fonte de reciclagem e reuso deste álcool como produto, contribuindo para reduzir a pressão na disponibilidade de biomassa e para a mitigação. Assim, a adoção de tecnologias utilizando operações unitárias contribui para reduzir impactos ambientais, custos e melhorar o aproveitamento do produto, o que é o caso da destilação (GRASSI et al., 2019).

#### 3.6.1 Fundamentos da destilação.

A destilação é uma operação unitária baseada na diferença de volatilidade entre os componentes de uma mistura. Em equilíbrio líquido-vapor, o vapor subindo apresenta composição mais rica no componente mais volátil que o líquido correspondente, enquanto o líquido fluindo para baixo se torna mais rico nos componentes menos voláteis (MCCABE et. al., 1993; FELDER et al., 2013).

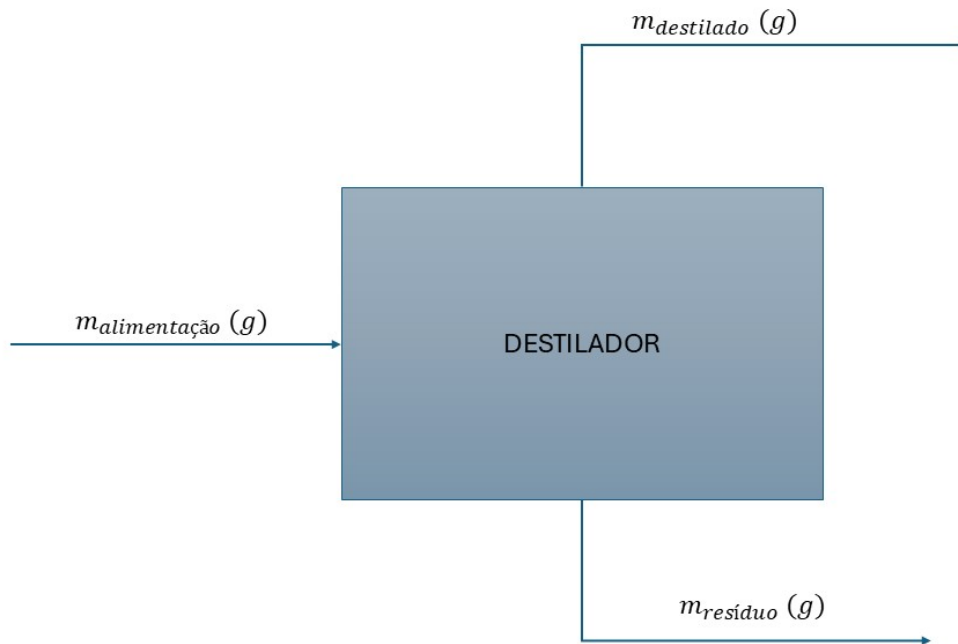
Na destilação simples, o processo ocorre essencialmente como um único estágio de equilíbrio. Em contraste, colunas de destilação com internos promovem sucessivos contatos que permitem maior eficiência de separação e obtenção de destilados com maior grau de pureza (MCCABE et. al., 1993). A coluna Snyder, embora seja compacta, incorpora elementos que funcionam como estágios discretos de contatos.

No sistema água-etanol, a separação por destilação convencional é limitada pela formação de um azeótropo em torno de 88% molar de etanol, o que impede a obtenção de etanol anidro apenas por destilação fracionada. Para ultrapassar esse limite, são empregados processos complementares, como destilação extrativa, destilação azeotrópica, adsorção em peneiras moleculares ou pervaporação, capazes de elevar o teor alcoólico a valores superiores a 99,5% (SOUZA et al., 2021).

Além dos aspectos termodinâmicos, a quantidade obtida baseia-se nos balanços de massa. Em sistemas sem reação química, a massa alimentada deve ser igual à soma das massas de destilado e resíduo (FELDER et. al., 2005). Assim, para

sistemas de destilação em batelada, a massa alimentada deve corresponder à soma das massas de destilado e resíduo, conforme a Figura 4.

Figura 4 – Representação esquemática do balanço de massa aplicado ao processo de destilação.



Fonte: Adaptado de FELDER et al. (2005)

O balanço global é dado pela Equação 1:

$$m_{alimentação} = m_{destilado} + m_{resíduo} \quad (1)$$

Para balanço sistema binário, pode-se escrever ainda por componente, conforme a Equação 2:

$$m_{alimentação} X_a = m_{destilado} X_a + m_{resíduo} X_a \quad (2)$$

Onde:

$m_{alimentação}$  = massa de alimentação em (g);

$m_{destilado}$  = massa de destilado em (g);

$m_{resíduo}$  = massa de resíduo em (g);

$X_a$  = fração mássica do componente A na respectiva corrente.

A partir desse balanço, define-se o rendimento mássico global da destilação como a razão entre a massa de destilado obtida e a massa de alimentação processada, expressa em porcentagem, de acordo com a Equação 3:

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{m_{\text{destilado}}}{m_{\text{alimentação}}} \times 100 \quad (3)$$

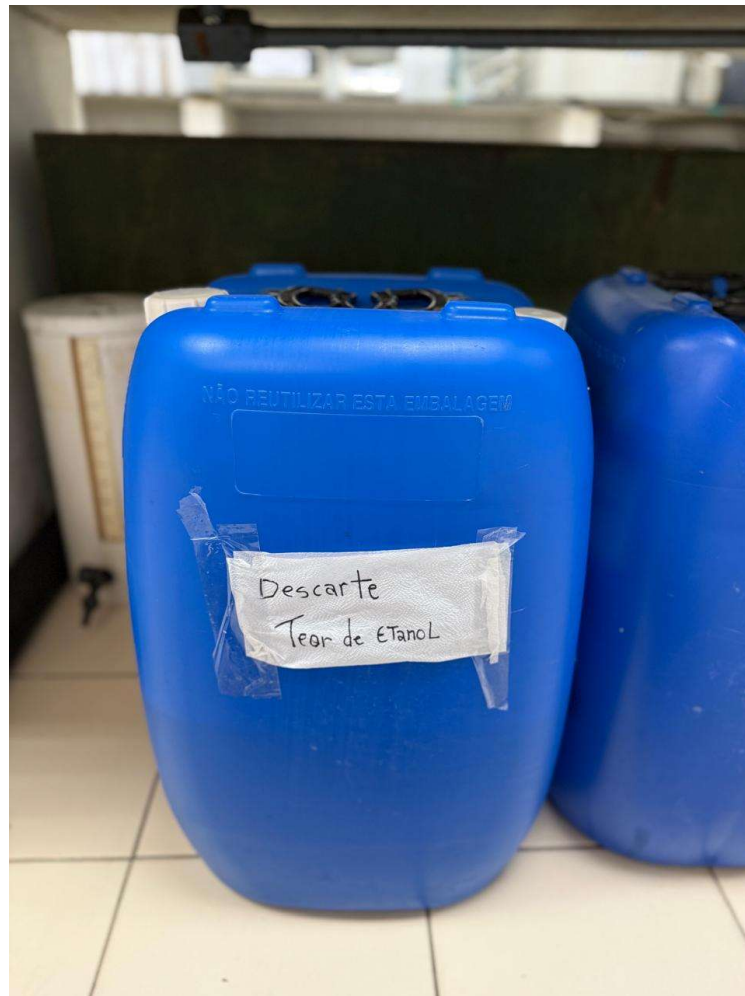
## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 MATERIAIS

#### 4.1.1 Matéria-Prima

Os resíduos utilizados, considerados um passivo ambiental, são constituídos por uma mistura de solução salina hidroalcoólica e hidrocarbonetos. Para o desenvolvimento deste trabalho, foi utilizado um volume de 20 litros, armazenado em bombonas de polipropileno conforme a figura 5.

Figura 5 – Bombona de armazenamento de descarte.



Fonte: A autora (2025)

#### 4.1.2 Reagentes e vidrarias

- Béqueres de 250 mL, 500 mL e 1 L;
- Proveta de 1L;
- Funil de decantação de 5 L;
- Picnômetro de 10 mL;
- Pipetas volumétricas;
- Solução de NaCl a 10% (m/v);
- Etanol 96 °GL;
- Água destilada.

#### 4.1.3 Equipamentos e instalações

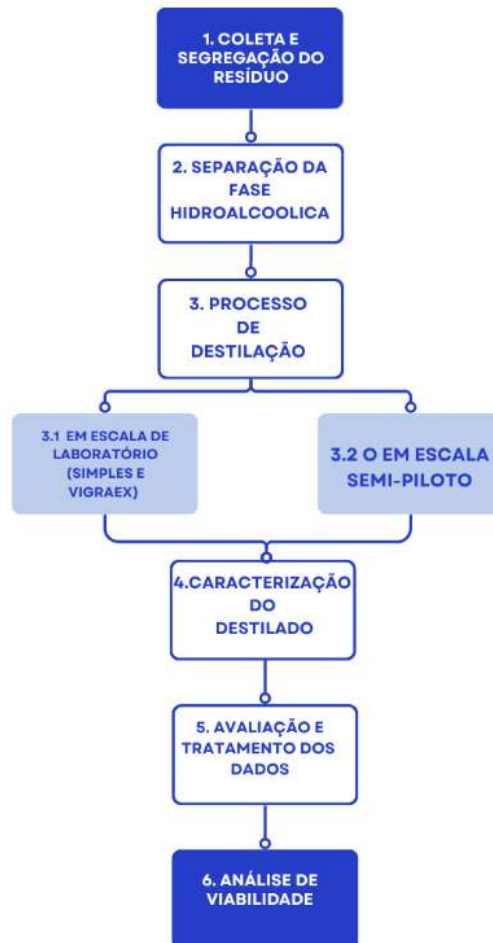
Os experimentos foram realizados no Laboratório de Controle e Qualidade (LCQ) e no Laboratório de Pesquisa e Ensaios em combustíveis (LAPEC), utilizando os seguintes equipamentos e instrumentos:

- 1 termopar do tipo K de 110 V;
- Controlador eletrônico digital com microprocessador do modelo HW4200 da marca COEL para controlar a temperatura do fundo;
- Condensador Liebig liso;
- Banho termostático banho termostatizado TE-2005 (Technal);
- Termômetro digital tipo espeto;
- Manta aquecedora com capacidade de até 350 °C;
- Coluna de vidro Vigrax Snyder;
- Destilador em aço inox em escala semi-piloto (extrator);
- Densímetro para etanol.

## 4.2 MÉTODOS

O fluxograma da figura 6 representa os métodos utilizados cujas etapas são descritas nos subitens a seguir.

Figura 6 – Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: A autora (2025)

### 4.2.1 Segregação dos resíduos

Os resíduos foram gerados e coletados a partir das análises *IN SITU* (postos de abastecimento) de teor de etanol anidro na gasolina de acordo com a ABNT NBR 13992 (Figura 7a). Inicialmente, os volumes residuais compostos majoritariamente por gasolina, etanol, solução salina (NaCl 10%) e pequenas quantidades de etanol 96° GL (proveniente da limpeza das provetas) foram armazenados em frascos de 1 L (Figura 7b). Em seguida, foram encaminhados para o Laboratório de Pesquisa e

Ensaio em Combustíveis (LAPEC), onde foram armazenados nas bombonas de polipropileno de 20 L, devidamente limpas e identificadas e livres de luz solar (Figura 7c).

Figura 7 – Etapas de obtenção do resíduo.



Fonte: A autora (2025)

#### 4.2.2 Separação da fração hidroalcolica

A separação da fração hidroalcolica foi realizada por decantação líquido-líquido em funis de separação de diferentes capacidades, de acordo com a etapa experimental.

Nos ensaios em escala de bancada (destilação simples e com coluna Snyder), empregou-se um funil de decantação de 500 mL. Para cada batelada, uma alíquota do resíduo previamente homogeneizado foi transferida para o funil, o qual foi mantido em repouso até a formação de duas fases bem definidas. Em seguida, abriu-se cuidadosamente a torneira para escoar a fase inferior, correspondente à fração hidroalcolica (mistura água-etanol e solução salina), que foi coletada em béqueres de 500 mL e posteriormente transferida para os balões de destilação utilizados nos sistemas de bancada, conforme ilustrado na Figura 8.

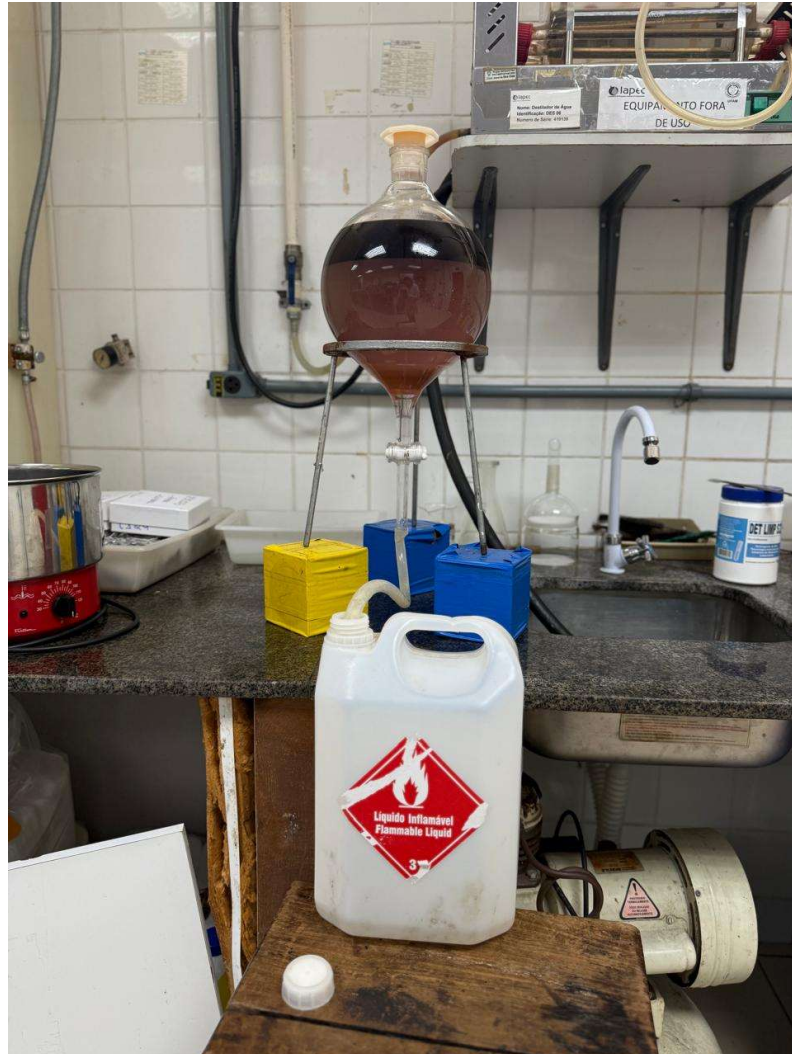
Figura 8 – Separação da fração hidroalcolica para os ensaios em bancada.



Fonte: A autora (2025)

Para o ensaio em escala semi-piloto, a separação da fração hidroalcolica foi conduzida em funil de decantação de 5 L, processando-se volumes maiores do mesmo resíduo, também previamente homogeneizado. O procedimento operacional foi análogo: após o enchimento do funil, aguardou-se o tempo necessário para a decantação e a formação de duas fases, coletando-se, pela torneira inferior, a fase hidroalcolica destinada à alimentação do destilador em aço inox em escala semi-piloto, enquanto a fase superior, enriquecida em gasolina, foi armazenada para posterior destinação adequada, conforme mostrado na Figura 9.

Figura 9 – Separação da fração hidroalcolica para semi-piloto.



Fonte: A autora (2025)

#### 4.2.3 Processo de destilação

Para cada ensaio, pesou-se em balão de destilação, utilizando balança analítica, uma massa definida da fração hidroalcolica previamente separada. Nos ensaios em escala de bancada, foram carregados aproximadamente 460 g de fração hidroalcolica por batelada, correspondentes a um volume de 435 mL. Para o ensaio em escala semi-piloto, a carga de alimentação foi de cerca de 5280 g, correspondendo um valor de 5 L de fração hidroalcolica.

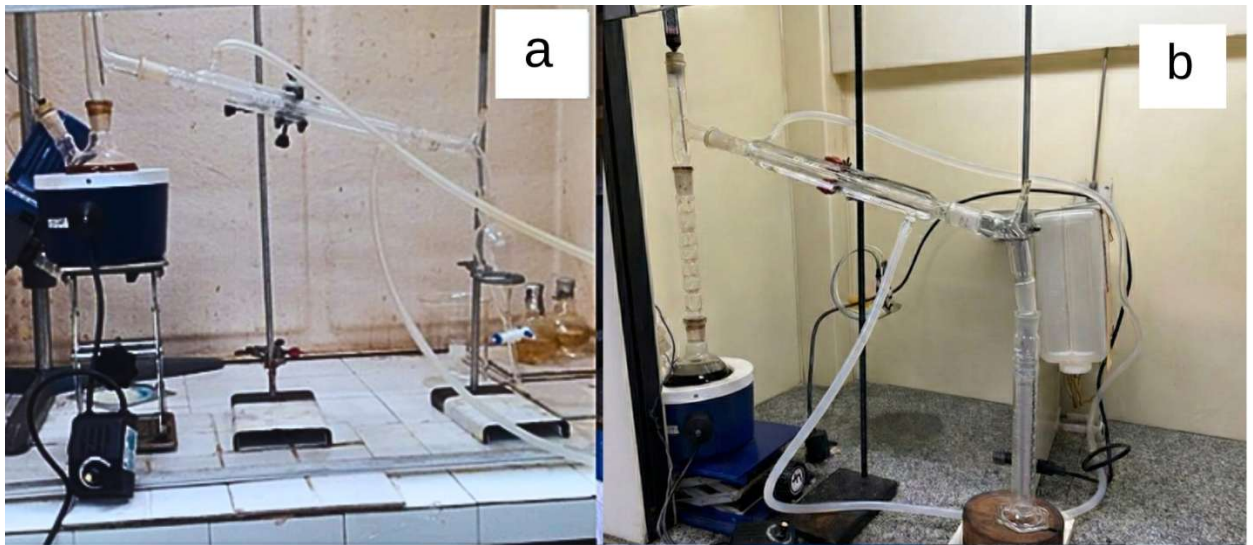
A otimização dos parâmetros operacionais foi conduzida inicialmente em escala de bancada, utilizando duas configurações de coluna (destilação simples e com coluna Snyder), com todos os ensaios realizados em triplicata para garantir

reprodutibilidade. Em seguida, as condições otimizadas foram aplicadas ao sistema de destilação em escala semi-piloto.

#### 4.2.3.1 Recuperação em escala laboratorial

Na recuperação em escala laboratorial, foram montados dois arranjos de destilação: (10a) destilação simples e (10b) destilação com coluna de vidro tipo Snyder, ilustrado pela figura 10. Em ambos os casos, a fase hidroalcoólica previamente separada foi transferida para um balão de destilação adequado para o volume da operação. O sistema foi acoplado a um condensador Liebig liso, mantido sob circulação de água proveniente de banho TE-2005 (Technal), posicionado sobre manta aquecedora, e operado à pressão atmosférica de aproximadamente 1 atm.

Figura 10 – Sistemas de destilação a nível de bancada.



Fonte: A autora (2025)

O banho TE-2005 foi mantido a 20 °C, de modo que a condensação permanecesse eficiente durante o ensaio. Após o aquecimento, monitorou-se a temperatura do topo com um termômetro digital e no fundo (refervedor), por meio de um termopar acoplado ao controlador eletrônico. Para cada ensaio, registrou-se a temperatura máxima do fundo que foi aproximadamente 86 °C.

O destilado foi coletado em frascos limpos e devidamente identificados, pesando-se a massa de alimentação inicial e a massa de destilado ao final de cada

ensaio, para posteriormente calcular o rendimento. Os experimentos foram realizados em triplicata, para garantir uma melhor análise dos dados.

#### 4.2.3.2 Recuperação em escala semi-piloto

Nesta etapa, montou-se o sistema de destilação, com as mangueiras do destilador de aço inox conectadas ao banho termostatizado TE-2005 (Technal), ajustado a 20 °C, de forma a garantir o devido resfriamento.

Após a montagem, iniciou-se a verificação das condições de operação do equipamento, ou seja, se havia algum vazamento nos anéis de vedação do braço de ligação, tampas do refeedor e no reservatório de coleta. Após isso, o equipamento foi ligado e testado com água para a verificação da temperatura máxima, com auxílio de um termômetro. A figura 11 apresenta o sistema de destilação semi-piloto.

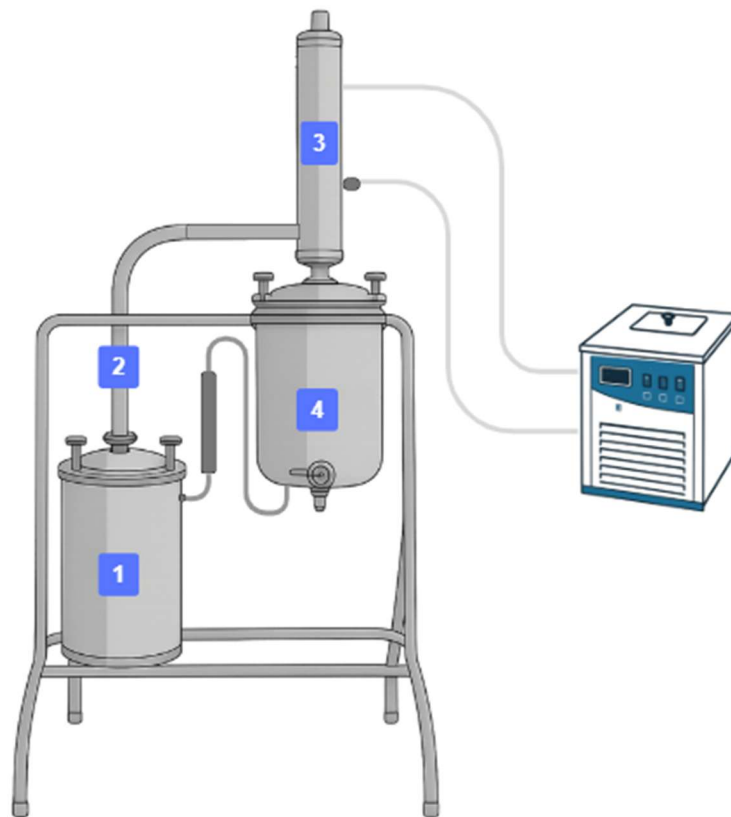
Figura 11 – Sistema de destilação semi-piloto.



Fonte: A autora (2025)

A etapa de operação do extrator iniciou-se com a introdução da fase hidroalcoólica no refervedor, conforme ilustrado na Figura 12, etapa 1. O sistema foi acionado, até que o vapor se tornasse mais rico em etanol, registrando valores no topo de aproximadamente 86 °C. O vapor foi conduzido pelo braço de ligação, etapa 2, até o condensador, resfriado pelo banho termostaticado, onde foi convertido a líquido, como ilustrado na etapa 3. O destilado gotejou até o reservatório de coleta, etapa 4.

Figura 12 – Esquema ilustrativo do extrator utilizado.



Fonte: A autora (2025)

A operação prosseguiu até que o volume de gotejamento se tornasse mínima, indicando o término da batelada. Ao final dos ensaios, registrou-se as massas de alimentação e de destilado, para o cálculo do rendimento.

#### 4.2.4 Caracterização do destilado

Para a caracterização do etanol destilado, seguiram-se os métodos analíticos estabelecidos pelas normas da ABNT aplicáveis aos ensaios de etanol, principalmente a NBR 5992 (massa específica e teor alcoólico) e a NBR 13993 (determinação de hidrocarbonetos). Os resultados obtidos foram comparados aos limites de conformidade definidos pela Resolução ANP n°907/2022 que determina os parâmetros de conformidade do Etanol Hidratado (EHC) e Etanol Anidro (EAC).

Nas amostras obtidas em bancada (destilação simples e Snyder), foi necessária a adaptação dos métodos normativos devido ao volume reduzido de destilado disponível.

##### 4.2.4.1 Aspecto e cor

Na determinação do aspecto e cor, os ensaios foram realizados de forma visual. Em escala de bancada (simples e Snyder) utilizou-se uma proveta de 50 mL, na qual foi observado se havia a presença de material particulado e turbidez. Para o sistema semi-piloto, utilizou-se uma proveta de 1L, na qual adicionou-se o destilado. Com o auxílio de um bastão de vidro, a amostra foi homogeneizada e, em seguida, observou-se se o produto estava Límpido e Isento de impurezas (LII) ou Límpido com Impurezas (LCI).

##### 4.2.4.2 Massa específica

Após a determinação do aspecto e cor, utilizou-se um picnômetro de 10 mL para determinar a massa específica dos destilados, provenientes da destilação simples e coluna Snyder com volume calibrado de 10,416 mL. Com auxílio de uma balança analítica, pesou-se o béquer vazio, e seguida, adicionou-se o etanol e pesou-se novamente. Por fim, calculou-se a massa específica através da Equação 4:

$$d = \frac{m}{v} \quad (4)$$

Para o semi-piloto, a massa específica foi determinada por densimetria de acordo com a ABNT NBR 5992. Utilizou-se densímetro devidamente calibrado, imerso em amostra contida em proveta de 1L e adicionou-se o termômetro de mercúrio. A leitura foi realizada com base no menisco, posteriormente, os valores foram convertidos para 20° C por meio das tabelas de conversão disponibilizadas pela Resolução ANP nº 894/2022.

#### 4.2.4.3 Teor alcoólico

O teor alcoólico dos destilados obtidos em escala de bancada e no sistema semi-piloto foi determinado de forma indireta, a partir dos valores de massa específica corrigidos para 20° C. Para cada amostra, a massa específica média foi relacionada ao teor alcoólico em % (m/m), de acordo com a Equação 5 do modelo de Bettin e Spieweck (1990) que consta para o cálculo das tabelas alcoolométricas determinada na ABNT NBR 5992.

$$ME = A_1 + \sum_{k=2}^{12} A_k \times \left(\frac{GM}{100} - 0,5\right)^{k-1} + \sum_{k=1}^6 B_k \times (t - 20)^k + \sum_{i=1}^n \sum_{k=1}^{m_1} C_{i,k} \times \left(\frac{GM}{100} - 0,5\right)^k + (t - 20)^i \quad (5)$$

Onde:

ME: é o valor numérico da massa específica do etanol, expresso em quilogramas por metro cúbico (kg/m<sup>3</sup>);

GM: é o valor numérico do teor alcoólico, expresso em porcentagem mássica (%m/m);

t: é o valor numérico da temperatura de ensaio da amostra de etanol combustível, expresso em graus Celsius (°C);

A, B e C são os coeficientes de Bettin e Spieweck.

n=5; m<sub>1</sub>=11; m<sub>2</sub>=10; m<sub>3</sub>=9; m<sub>4</sub>=4; m<sub>5</sub>=2.

#### 4.2.4.4 Teor de hidrocarbonetos

O teor de hidrocarbonetos presentes no destilado foi determinado de acordo com a ABNT NBR 13993:2015. Utilizou-se uma proveta graduada de 100 mL e transferiu-se 50 mL do destilado e em seguida adicionou-se solução de NaCl a 10% até que se completasse o volume total de 100 mL. Após isso, tampou-se a proveta,

agitou-se 10 vezes a amostra com inversões e aguardou-se 10 minutos para que houvesse a separação das fases, conforme ilustrado na figura 8.

#### **4.2.5 Avaliação e tratamento dos dados**

As destilações foram realizadas em triplicata, com exceção do experimento conduzido em escala semi-piloto, que foi executado em duplicata. As análises foram efetuadas por meio de análise de variância (ANOVA), adotando-se um nível de significância de 0,05. Letras foram atribuídas às médias para indicar a existência de diferenças estatísticas entre os tratamentos ( $p < 0,05$ ). Todos os cálculos foram realizados no Microsoft Excel – Microsoft 365 (versão 2510).

#### **4.2.6 Análise da viabilidade**

Avaliou-se, principalmente, o rendimento de recuperação em massa, a qualidade do destilado, conforme os parâmetros estabelecidos pela ANP nº 907/2022 para etanol hidratado combustível e a redução de resíduo a ser destinado para tratamento.

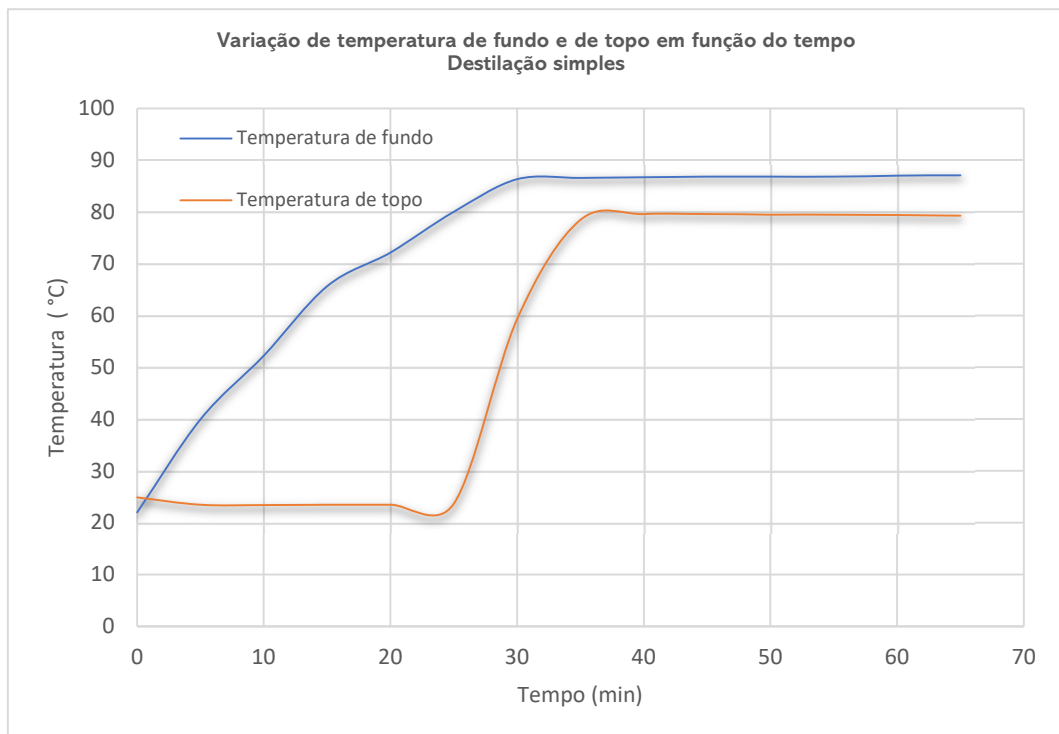
## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 ANÁLISE DOS PARÂMETROS

A análise dos parâmetros foi realizada a partir do monitoramento da temperatura de fundo e de topo durante a destilação simples e coluna Snyder. As destilações foram feitas em triplicata, no entanto, é apresentado apenas um ensaio representativo, uma vez que os perfis de temperatura se apresentaram semelhantes.

Na destilação simples, ilustrada na Figura 13, verifica-se uma faixa de aquecimento inicial seguida da estabilização do fundo em 86 a 87 °C e do topo em 79 a 80 °C. Essa estabilização indica que o sistema alcançou a condição operacional típica de misturas etanol-agua, na qual a temperatura do topo passa a refletir a composição do vapor enriquecido em etanol, conforme descrito por McCabe, Smith e Harriott (1993).

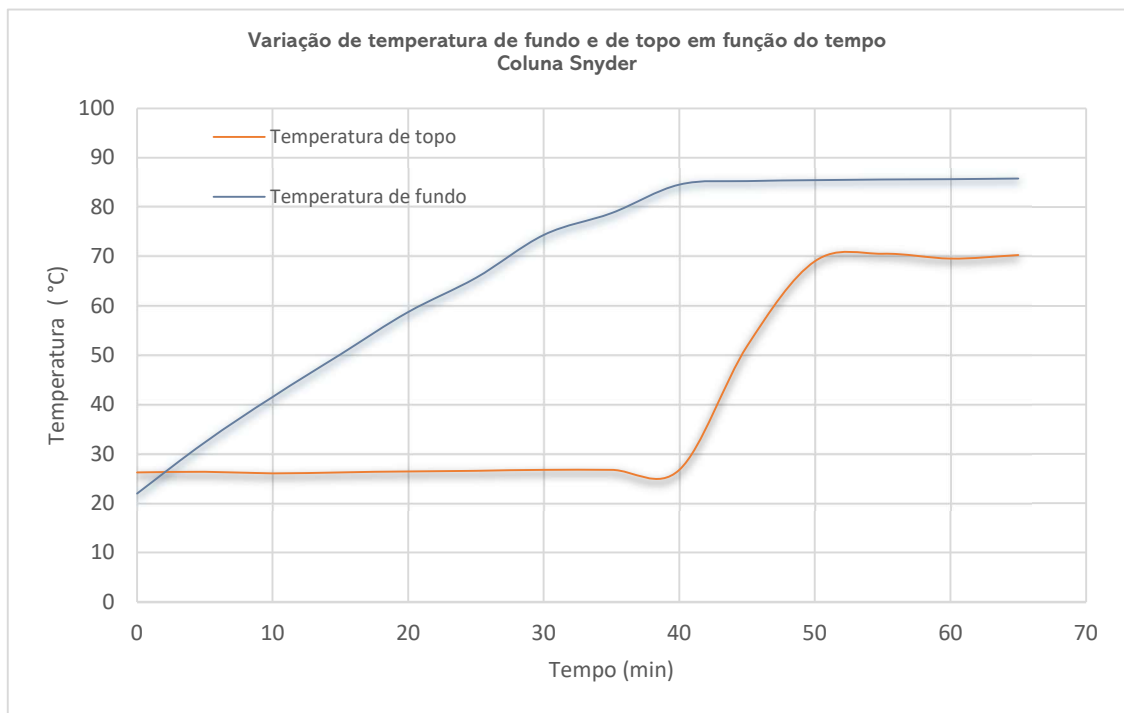
Figura 13 – Variação de temperatura de fundo e topo em função do tempo na destilação simples.



Fonte: A autora (2025)

Na coluna Snyder, ilustrada na Figura 14, o comportamento térmico foi bem semelhante, porém com atraso na elevação da temperatura do topo que só se acelera após os 40 minutos, estabilizando em torno de 70 °C. Esse atraso e a menor temperatura são esperados devido as bolas internas de refluxo, que aumentam a resistência à passagem de vapor e promovem ciclos de condensação e evaporação.

Figura 14 – Variação de temperatura de fundo e topo em função do tempo na coluna Snyder.



Fonte: A autora (2025)

Dessa forma, considerou-se como condições otimizadas as faixas em que o fundo permaneceu estável entre 85 a 86 °C o topo se manteve estável entre 79-80 °C, após o período inicial do aquecimento. Esses parâmetros foram utilizados como referência para os ensaios em escala semi-piloto, permitindo avaliar o desempenho do processo com os parâmetros previamente estabilizados.

## 5.2 CARACTERIZAÇÃO DOS DESTILADOS

### 5.2.1 Aspecto e cor

A tabela 2 representa a cor e o aspecto dos destilados obtidos.

Tabela 2 – Aspecto e cor dos destilados.

<b>Amostras</b>	<b>Cor</b>	<b>Aspecto</b>	<b>Especificação ANP (Cor)</b>	<b>Especificação ANP (Aspecto)</b>
Destilação simples (bancada)	Incolor	Límpido e isento de impurezas		
Destilação coluna Snyder (bancada)	Incolor	Límpido e isento de impurezas	Sem coloração laranja/azul	Límpido e isento de impurezas
Semi-piloto	Incolor	Límpido e isento de impurezas		

Fonte: A autora (2025)

Conforme a tabela 2, todos os destilados estão em conformidade com a Resolução ANP n°907/2022 que determina o padrão do aspecto e cor do etanol hidratado (EHC), o qual não deve apresentar coloração laranja ou azul, além de estar isento de impurezas. Além disso, ausência de turbidez ou coloração indica ainda que há baixa formação de produtos de degradação oxidativa, como ácidos orgânicos, que são relacionados na literatura como impurezas ligadas à deterioração da qualidade do etanol (ONUKI et al., 2016). Dessa forma, esse comportamento demonstra que a pré-separação da fração hidroalcoólica por decantação foi eficiente e que não houve arraste de materiais particulados e grandes frações orgânicas da gasolina durante a destilação para os três modelos.

### 5.2.2 Massa específica

A tabela 3 indica a massa específica encontrada a 20° C para cada destilação.

Tabela 3 – Massa específica a 20°C dos destilados.

<b>Amostras</b>	<b>Massa específica a 20°C (kg/m<sup>3</sup>)</b>	<b>Especificação ANP (kg/m<sup>3</sup>)</b>
Destilação simples (bancada)	846	
Destilação coluna Snyder (bancada)	806	802,9-811,2
semi-piloto	837	

Fonte: A autora (2025)

A massa específica obtida na destilação simples em escala de bancada e na destilação em escala semi-piloto apresentou valores fora dos limites especificados pela Resolução ANP n° 907/2022, caracterizando não conformidade em ambos os casos. Por outro lado, a coluna Snyder apresentou massa específica dentro do exigido, evidenciando um desempenho superior.

Conforme mencionado por Rossi (2013), as misturas de etanol-água apresentam forte não idealidade, de modo que a destilação simples tende a apresentar baixa eficiência na remoção da fase aquosa. Assim, os arranjos de destilação simples e semi-piloto resultam em destilados com maior teor de água residual, enquanto a coluna Snyder, por possuir bulbos internos que funcionam como estágios de contato líquido-vapor, apresentou maior eficiência na separação.

### 5.2.3 Teor alcoólico

Considerando que a massa específica apresenta relação direta com o teor alcoólico, quando essa propriedade se encontra fora da especificação, o teor alcoólico também estará, conforme ilustrado na Tabela 4.

Tabela 4 – Teor alcoólico dos destilados.

<b>Amostras</b>	Teor alcoólico % (m/m)	Especificação ANP (kg/m <sup>3</sup> )
Destilação simples	79,9	
Destilação coluna Snyder	94,3	92,5 a 95,4
Semi-piloto	83	

Fonte: A autora (2025)

Observa-se, na Tabela 4, que apenas o destilado obtido na coluna Snyder apresentou teor alcoólico dentro do limite para etanol hidratado, com valor de 94,3% (m/m). Os menores teores encontrados na destilação simples e na semi-piloto refletem a limitação desses arranjos, uma vez que, na destilação simples, o vapor ascende diretamente ao condensador, tendo apenas um estágio de equilíbrio efetivo, o que reduz a eficiência. No semi-piloto, apesar de apresentar maior estabilidade térmica, essa ausência de fracionamento também limita o aproveitamento da diferença de volatilidade, resultando em um teor alcoólico superior ao da destilação simples, mas ainda ineficiente para os requisitos da ANP nº 907/2022.

A coluna Snyder apresenta bulbos que proporcionam contatos sucessivos entre as fases líquida e vapor, criando um refluxo interno. Esse fracionamento explica o teor alcoólico mais elevado obtido nesse arranjo, sendo coerente com a literatura. No estudo de Neagu e Pricop Nicolae (2025), a eficiência de purificação do etanol é diretamente proporcional ao número de estágios de equilíbrio disponíveis, destacando-se que sistemas simplificados apresentam limitações na remoção de água.

#### 5.2.4 Teor de hidrocarbonetos

Os teores de hidrocarbonetos nos destilados obtidos foram avaliados a partir da separação da fase orgânica na proveta graduada, conforme descrito na metodologia. A figura 15 demonstra o aspecto dessa fase orgânica.

Figura 15 – Determinação dos hidrocarbonetos.



Fonte: A autora (2025)

Em todas as amostras analisadas, observou-se a formação de aproximadamente 1 mL de fase orgânica, correspondente à fração de hidrocarbonetos separada após o contato com a solução salina, o que equivale a 3% (v/v). Os valores obtidos para cada sistema de destilação estão apresentados na tabela 5.

Tabela 5 – Teor de hidrocarbonetos dos destilados.

<b>Amostras</b>	<b>Volume de hidrocarbonetos (mL)</b>	<b>Teor de hidrocarbonetos (%v/v)</b>	<b>Especificação ANP (%v/v)</b>
Destilação simples	1	3	
Destilação coluna Snyder	1	3	< 3
Semi-piloto	1	3	

Fonte: A autora (2025)

Os resultados mostraram que não houve variação significativa entre os diferentes arranjos de destilação, tendo em vista que todos apresentaram o mesmo volume de fase orgânica. Isso indica que nas condições estudadas, a etapa de

destilação não exerceu influência expressiva sobre esse parâmetro, que permanece associado a separação da fase orgânica antes da destilação.

Ao comparar os volumes obtidos com os parâmetros da ANP, verifica-se que estão em conformidade com a especificação, porém estão no limite (3% (v/v)). Esse resultado evidencia a necessidade de um cuidado maior da extração da fase orgânica, garantindo uma margem maior em relação ao limite normativo.

De acordo com Sousa (2018), a conformidade aos parâmetros de qualidade exige que o etanol apresente baixos teores de impurezas orgânicas e inorgânicas, uma vez que essas substâncias podem alterar significativamente as propriedades físico-químicas e comprometer a estabilidade do combustível. O autor destaca ainda que esse parâmetro está entre as não conformidades mais frequentes pelo Programa de Monitoramento da Qualidade dos Combustíveis (PMQC).

### 5.3 RENDIMENTO DOS DESTILADOS

O rendimento obtido para cada destilação encontra-se descrito na tabela 6 abaixo.

Tabela 6 – Rendimento dos destilados.

<b>Amostras</b>	<b>Rendimento (%)</b>
Destilação simples	11,77 ± 2,14 <sup>a</sup>
Destilação coluna Snyder	17,77 ± 4,15 <sup>a</sup>
Semi-piloto	16,03 ± 1,49 <sup>a</sup>

Médias seguidas da mesma letra não apresentam variação para o teste anova ( $p > 0,05$ ).

Conforme observado na tabela 6, os rendimentos médios foram de 11,77 ± 2,14 % para a destilação simples, 17,77 ± 4,15 para destilação na coluna Snyder e 16,03 ± 1,49 para o sistema semi-piloto. Embora a coluna Snyder apresente o maior valor médio e a destilação simples o menor, a análise de variância (ANOVA) indicou ausência de diferença significativa ( $p > 0,05$ ).

Vale ressaltar que esses valores correspondem à recuperação de etanol presente em um resíduo de combustíveis, e não à operação com uma alimentação

convencional de etanol hidratado. Como a fração hidroalcoólica inicial apresenta composição variável e teor alcoólico reduzido, é esperado que os rendimentos obtidos se situem em patamares inferiores aos relatados para processos industriais de purificação.

A tendência observada nos valores médios está alinhada com os princípios de separação por destilação. Segundo McCabe, Smith e Harriott (1993), o desempenho do sistema depende diretamente do número de estágios de equilíbrio e da intensidade do contato vapor-líquido, sendo que colunas providas de recheio tendem a operar com maior eficiência por ampliarem a área de contato entre as fases e favorecerem a aproximação ao equilíbrio em cada estágio. Dessa forma, embora a coluna Snyder seja compacta, sua geometria interna promove múltiplos ciclos de evaporação e condensação, o que proporciona maior eficiência de separação quando comparada à destilação simples.

Além disso, fatores operacionais e experimentais podem ter contribuído para os rendimentos observados, como possíveis perdas mecânicas por arraste de líquido, incertezas na medição de massas e volumes em pequena escala, bem como a ocorrência de queda de energia durante a condução de alguns ensaios, que pode ter comprometido a estabilidade das condições de aquecimento e aumentado a variabilidade dos resultados.

#### 5.4 VIABILIDADE TÉCNICA

Com base nos resultados obtidos, apenas o destilado obtido na coluna Snyder atingiu teor alcoólico e massa específica compatíveis com os limites estabelecidos pela ANP na Resolução nº 907/2022 para etanol hidratado combustível. Os demais sistemas, embora promovam recuperação de etanol, não atingiram os requisitos de qualidade necessários para uso direto como combustível, de modo que o destilado se limita a usos internos no laboratório. Esse resultado indica que colunas com maior grau de fracionamento são mais adequadas quando se deseja obter um produto dentro das especificações da ANP.

Diante disso, o processo de destilação na coluna de fracionamento Snyder aplicado aos resíduos para a recuperação de etanol mostra ser viável tecnicamente, quando analisado com base nos resultados de massa específica, teor alcoólico, teor

de hidrocarbonetos e rendimento, carecendo, entretanto, de maior refinamento dos parâmetros de processo, escalabilidade e aparato tecnológico.

## 6 CONCLUSÃO

Este trabalho avaliou a recuperação do etanol em resíduos líquidos provenientes dos ensaios de teor alcoólico na gasolina, utilizando destilações em bancada (destilação simples e coluna Snyder) e em semi-piloto. Os resultados mostraram que todos os destilados apresentaram aspecto límpido e incolor, sem a presença de impurezas, estando em conformidade com a Resolução ANP 907/2022.

A massa específica e o teor alcoólico variaram entre os diferentes sistemas de destilação. Apenas a coluna Snyder apresentou destilado dentro da faixa especificada para etanol hidratado combustível, evidenciando maior eficiência de separação. As destilações simples e semi-piloto apresentaram valores de massa específica elevados, indicando maior retenção de água nos destilados.

Os rendimentos mássicos médios, variaram de 11,77% a 17,77%, sem diferença significativa entre os sistemas. Esse comportamento está associado ao baixo teor alcoólico inicial da alimentação e à variabilidade das condições de ensaio. Mesmo assim, o processo mostrou-se capaz de recuperar parte do etanol presente no resíduo e reduzir o volume final a ser destinado.

Em geral, os resultados indicam que a recuperação de etanol por destilação apresenta viabilidade técnica, porém com limitações, apresentando melhor desempenho na coluna Snyder, que apresentou o destilado mais próximo das especificações da ANP.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se avaliar de forma mais detalhada as condições operacionais do processo, sobretudo no sistema semi-piloto, testando diferentes cargas de alimentação, perfis de aquecimento, tempos de batelada e ajustes no equipamento, a fim de aumentar o teor alcoólico e o rendimento da recuperação. Também é importante ampliar a caracterização do destilado, incluindo parâmetros como condutividade elétrica, acidez total, teor de água e íons metálicos, de modo a obter um panorama mais completo em relação às especificações estabelecidas pela ANP para etanol combustível.

Além disso, recomenda-se investigar etapas adicionais de purificação e aprimorar a separação da fase orgânica, buscando reduzir o teor de hidrocarbonetos para valores mais afastados do limite máximo permitido. Por fim, a realização de uma análise econômica e ambiental, comparando a recuperação do etanol com a destinação direta dos resíduos, é indicada para quantificar o impacto na redução do passivo ambiental e no custo global de gerenciamento dos resíduos combustíveis gerados no laboratório.

## REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 10004: Resíduos sólidos – Classificação**. Rio de Janeiro, 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS; **ABNT NBR 13221: Transporte terrestre de resíduos**. Rio de Janeiro, 2018.

AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCMBUSTÍVEIS (ANP). **ANP ajusta especificações da gasolina para garantir qualidade com aumento da mistura de etanol (E30)**. Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis – ANP, 24 jul. 2025. Disponível em: [https://www.gov.br/anp/pt-br/canais\\_atendimento/imprensa/noticias-comunicados/e30](https://www.gov.br/anp/pt-br/canais_atendimento/imprensa/noticias-comunicados/e30). Acesso em: 31 jul. 2025.

AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCMBUSTÍVEIS (ANP). **Etanol: produção e fornecimento de biocombustíveis**. ANP, 13 jul. 2020 (atualizado). Disponível em: <https://www.gov.br/anp/pt-br/assuntos/producao-e-fornecimento-de-biocombustiveis/etanol>. Acesso em: 31 jul. 2025.

AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCMBUSTÍVEIS. Resolução ANP nº 894, de 22 de novembro de 2022. **Estabelece os coeficientes de correção para temperatura de 20 °C da densidade e do volume de derivados de petróleo**. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 24 nov. 2022.

AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCMBUSTÍVEIS. Resolução ANP nº 907, de 18 de novembro de 2022. **Dispõe sobre as especificações do etanol combustível e suas regras de comercialização em todo o território nacional**. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 23 nov. 2022.

ALI, H.E.A; EL- FAYOUMY, E.A; SOLIMAN, R.M; ELKHATAT, A; AL-MEER, S; ELSAID, K; HUSSEIN, H.A; ROZAINI, M.Z.H; ABDULLAH, M. A. **Nanoparticle applications in Algal-biorefinery for biofuel production**. Renewable and Sustainable Energy Reviews, v. 192, 2024.

AMPARADO, B. L. R.; REIS, M. J.; BORGES, D. G. **Determinação do teor de etanol na gasolina dos postos de combustíveis do município de Passos (MG)**. Ciência et Praxis, v. 9, n. 18, p. 25–28, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 13992: gasolina automotiva – determinação do teor de etanol anidro combustível (EAC)**. 3. ed. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 13993: etanol combustível – determinação do teor de hidrocarbonetos – método volumétrico**. Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 5992: álcool etílico e suas misturas com água – determinação da massa específica e do teor alcoólico – método do densímetro de vidro**. Rio de Janeiro, 2008.

BAN, L; WU, D; SUN, D; ZHOU, H; WANG, H; ZHANG, H; XU, C.C; YANG, S. **Sustainable Production of Biofuels from Biomass Feedstocks Using Modified Montmorillonite Catalysts**. Chemistry-Sustainability-Energy-Materials, .2024

BRASIL. Presidência da República. **Governo aprova aumento de etanol na gasolina de 27 % para 30 % e de 14 % para 15 % no biodiesel**. Portal do Planalto, 25 jun. 2025. Disponível em: <https://www.gov.br/planalto/pt-br/acompanhe-o-planalto/noticias/2025/06/governo-aprova-aumento-de-etanol-na-gasolina-de-27-para-30-e-de-14-para-15-no-biodiesel>. Acesso em: 31 jul. 2025.

CALVIN, Yoshua Lian et al. **Volatility and physicochemical properties of gasoline–ethanol blends with gasoline RON-based 88, 90 and 92**. Fuel, v. 307, art. 121850, 2022.

CARPIO, R. R.; GIORDANO, R. C.; SECCHI, A. R. **Modelagem, simulação e otimização de uma biorrefinaria integrada para a produção de etanol de primeira e segunda geração**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA, 22., 2018, São Paulo. Anais [...]. São Paulo: ABEQ, 2018.

AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS (ANP). **CARTILHA do posto revendedor de combustíveis**. Rio de Janeiro, 2017.

EMPRESA DE PESQUISA ENERGÉTICA. **Balanço Energético Nacional 2025: relatório síntese – Ano base 2024**. Brasília: EPE, 2025.

FELDER, R. M.; ROUSSEAU, R. W. **Princípios elementares dos processos químicos**. 3. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2005.

FURLAN, F. F. et al. **Bioelectricity versus bioethanol from sugarcane bagasse: is it worth being flexible? Biotechnology for Biofuels**, v. 6, n. 1, p. 142, 2013.

GALDOS, M. et al. **Trends in global warming and human health impacts related to Brazilian sugarcane ethanol production considering black carbon emissions**. Applied Energy, v. 104, p. 576–582, 2013.

GRASSI, M. C. B.; PEREIRA, G. A. G. **Energy-cane and RenovaBio: Brazilian vectors to boost the development of biofuels**. 2019. P 201.

INSTITUTO MAUÁ DE TECNOLOGIA. **Avaliação da utilização de percentual de 30 % de etanol anidro na gasolina em veículos leves e motocicletas**. São Caetano do Sul, 2025. Relatório técnico.

MARQUINI, M. F. **Simulação e análise de um sistema industrial de colunas de destilação**. 2007.

MCCABE, Warren L.; SMITH, Julian C.; HARRIOTT, Peter. **Unit operations of chemical engineering**. 5th ed. New York: McGraw Hill, 1993. xx, 1130 p. (McGraw-Hill chemical engineering series McGraw-Hill chemical engineering series). ISBN 0070448442.

MORAIS, J. M.; POMPERMAYER, F. **O potencial das energias renováveis para substituir o petróleo e as políticas para o etanol brasileiro**. Radar: tecnologia, produção e comércio exterior, n. 78, p. 47–51, abr. 2025. Disponível em: <https://www.ipea.gov.br/radar>. Acesso em: 30 jul. 2025.

NASCIMENTO, R. S. et al. **Avaliação do teor de etanol anidro em combustíveis comercializados no sudoeste goiano**. Revista Científica da FAMP, v. 3, n. 1, p. 66–73, 2020.

NEAGU, M.; PRICOP-NICOLAE, M. **Azeotropic and extractive distillation for bio-ethanol dehydration: process design, simulation and cost analysis**. Processes, 2025.

NUNES, T. S.; FINZER, J. R. D. **Estudos da produção de etanol anidro por destilação azeotrópica, extrativa e adsorção**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 13., 2019, São Paulo. Anais [...]. São Paulo: Blucher, 2019. p. 3136–3142.

NYCZ, Z.; EUDES, R. **Combustíveis derivados de resíduos no Brasil**. [S.l.]: Toxisphera Health Environmental Association; International Pollutants Elimination Network, 2024.

ONUKE, S.; KOZIEL, J. A.; JENKS, W. S.; CAI, L.; GREWELL, D.; VAN LEEUWEN, J. H. **Taking ethanol quality beyond fuel grade: a review**. Journal of Industrial Microbiology & Biotechnology, v. 43, n. 1, p. 1–15, 2016.

PADDER, S. A; KHAN, R; RATHER, R.A. **Biofuel generations: New insights into challenges and opportunities in their microbe-derived industrial production**. Biomass and Bioenergy, v.185, 2024.

PAULA NETO, J. C. **Análise do teor de etanol na gasolina comercializada em Jataí–GO**. Revista Eletrônica do IF Goiano, v. 4, p. 101–109, 2024.

RENEWABLE FUELS ASSOCIATION. Literature **Review of Ethanol Use for High Octane Fuels**: Final Report. Washington, DC: Ricardo Inc., 2017.

ROSSI, Arley Silva. **Cálculo de mapas de curvas residuais aplicando modelos de equilíbrio e correção por eficiência**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2013.

SIKIRU, S; ABIOYE, J.K; ADEDAYO, H.B; ADEBUKOLA, S.Y; SOLEIMANI, H; ANAR, M. **Technology projection in biofuel production using agricultural waste materials as a source of energy sustainability: A comprehensive review**. Renewable and Sustainable Energy Reviews, v. 200, 2024.

SILVA, M. R. **Efeito salting-out na extração líquido-líquido: fundamentos e aplicações**. 2018. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) — Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2018.

Sousa, Rafael Laurentino F. de. **Uma pesquisa exploratória sobre: Quando em conformidade com a norma ANP 19/2015, o etanol combustível brasileiro é corrosivo?**.Rafael Laurentino F. de Sousa. - João Pessoa, 2018.

SOUZA, A. E. C.; CERQUEIRA, D. A.; SOUSA, N. G.; CARDOSO, C. R. **Simulação do processo de destilação extrativa para produção de etanol anidro utilizando etilenoglicol como agente de separação**. Research, Society and Development, v. 10, n. 4, e45610414228, 2021.

VIBRA ENERGIA S.A. **Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos – Gasolina Comum C**. Rio de Janeiro, 2021. 16 p.

VIBRA ENERGIA S.A. **Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos – Álcool etílico hidratado combustível (EHC)**. Rio de Janeiro, 2021. 9 p.

ZUCCHINI, R. R.; ENZWEILER, J.; WACHHOLZ, F. **Determinação do teor de etanol na gasolina por diferentes métodos analíticos**. Química Nova na Escola, v. 28, n. 3, p. 14–19, 2008.