

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

ADRIANE ZANUTTO

**ESTUDO EXPERIMENTAL DA AGITAÇÃO INTERMITENTE EM
REATOR BATELADA**

DISSERTAÇÃO

PONTA GROSSA

2020

ADRIANE ZANUTTO

**ESTUDO EXPERIMENTAL DA AGITAÇÃO INTERMITENTE EM
REATOR BATELADA**

Dissertação apresentada como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Química, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Orientador: Prof. Dr. Everton Moraes Matos

Coorientadora: Prof^ª. Dr^ª. Juliana Martins Teixeira de Abreu Pietrobelli

PONTA GROSSA

2020

Ficha catalográfica elaborada pelo Departamento de Biblioteca
da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Ponta Grossa
n.69/20

Z34 Zanutto, Adriane

Estudo experimental da agitação intermitente em reator batelada. / Adriane Zanutto,
2020.

115 f.; il. 30 cm.

Orientador: Prof. Dr. Everton Moraes Matos

Coorientadora: Profa. Dra. Juliana Martins Teixeira de Abreu Pietrobelli

Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Programa de Pós-Graduação
Engenharia Química, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2020.

1. Reatores químicos. 2. Planejamento. 3. Processos químicos. 4. Arduino (Controlador
programável). I. Matos, Everton Moraes. II. Pietrobelli, Juliana Martins Teixeira de Abreu.
III. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. IV. Título.

CDD 660



Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Campus Ponta Grossa
Diretoria de Pesquisa e Pós-Graduação
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA QUÍMICA



FOLHA DE APROVAÇÃO

Título de Dissertação Nº 09/2020

ESTUDO EXPERIMENTAL DA AGITAÇÃO INTERMITENTE EM REATOR BATELADA

por

Adriane Zanutto

Esta dissertação foi apresentada às 14 horas do dia **18 de setembro de 2020** como requisito parcial para a obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA QUÍMICA, com área de concentração em Desenvolvimento de Processos, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. A candidata foi arguida pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Prof^a. Dr^a. Márcia Regina Fagundes Klen
(UNIOESTE)

Prof^a. Dr^a. Erica Roberta Lovo da Rocha
Watanabe (UTFPR)

Prof^a. Dr^a. Juliana Martins Teixeira de Abreu
Pietrobelli (UTFPR) - *Coorientadora*

Prof. Dr. Everton Moraes Matos (UTFPR) -
Orientador

Prof^a. Dr^a. Simone Delezuk Inglez (UTFPR)
Coordenadora do PPGEQ

A FOLHA DE APROVAÇÃO ASSINADA ENCONTRA-SE NO DEPARTAMENTO DE
REGISTROS ACADÊMICOS DA UTFPR - CÂMPUS PONTA GROSSA

Dedico este trabalho a Deus, que opera em mim tanto o querer como o efetuar. E aos meus pais e meu irmão, que foram uma grande motivação.

AGRADECIMENTOS

Especialmente a Deus, por estar comigo todos os dias, protegendo, abençoando, dirimindo cada uma das dificuldades que surgiram e dando forças.

À minha mãe, Rosângela Maria Luchetti Zanutto, por me incentivar desde o princípio. Meu pai, Wanderley Zanutto, por acreditar na minha capacidade. E ao meu irmão, Anderson Zanutto, pela paciência nos momentos de ausência.

Ao meu companheiro Fábio Sérgio Pinheiro, por estar comigo em muitos momentos bons, mas também nos difíceis, por cada palavra de conforto e incentivo.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Everton Moraes Matos, pela confiança em mim depositada, por suas ideias inovadoras e pelos recursos que providenciou para a execução deste projeto.

À minha “mãe acadêmica”, Prof^a Dr^a Juliana Martins Teixeira de Abreu Pietrobelli por, mesmo com tantas funções, aceitar me acompanhar em mais este passo da minha jornada, me incentivando sempre e sendo um exemplo não só de profissional como de ser humano.

À Prof^a Dr^a Giane Gonçalves pelas contribuições dadas na banca de qualificação, assim como pelo incentivo à realização deste curso.

À Prof^a Dr^a Erica Roberta Lovo R. Watanabe pelas contribuições dadas tanto na banca de qualificação quanto de defesa, e também por todos os ensinamentos sobre planejamento experimental, que foram dados de uma forma muito prática, sendo extremamente importantes e úteis.

À Prof^a Dr^a Márcia Regina Fagundes Klen pelas contribuições dadas na banca de defesa deste trabalho.

À minha querida amiga Bruna Cássia da Silva, que me incentivou a fazer o mestrado.

Às colegas de curso, Maria Eduarda Kounaris Fuziki, Luana Cerri Gabriel, Cecilia Ricaczeski e Jessica do Rocio pela troca de experiências e por toda a ajuda compartilhada principalmente para a conclusão das disciplinas.

Às instituições de ensino que me formaram no ensino fundamental e médio: Escola Municipal Archelau de Almeida Torres, Colégio Estadual Professora Helena Wysocki e Colégio Estadual Professor Julio Szymanski. Assim como a todos os professores a elas pertencentes.

Ao curso de Engenharia Química da UTFPR Câmpus Ponta Grossa e aos seus professores, que me proporcionaram a qualificação necessária para ingressar no mestrado e concluir este trabalho.

À Prof^a Dr^a Claudia Tania Picinin, do departamento acadêmico de engenharia de produção, por disponibilizar o laboratório para a realização das análises no software *Statistica* licenciado da instituição.

Ao engenheiro químico João Felipe Lopes Iamarino pelo projeto e construção do reator utilizado.

Ao colega Julian José de Brito, pelo auxílio com a parte eletrônica desta pesquisa, a ele seja dado o mérito pelo funcionamento do reator utilizado neste trabalho.

Aos professores, secretário e coordenadores que passaram pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da UTFPR Câmpus Ponta Grossa.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo apoio financeiro - código de financiamento 001 (88882.432294/2019-01).

Aos meus demais familiares e amigos que contribuíram indiretamente para a execução deste trabalho, nos momentos de lazer, distração e comunhão, que me fortaleceram nos momentos necessários.

E a todos que, de certa forma, contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

Graças dou por meu futuro, e por tudo o que passou.

*“Bem-aventurado o homem que acha
sabedoria, e o homem que adquire
conhecimento.”*

Provérbios 3:13

RESUMO

ZANUTTO, Adriane. **Estudo experimental da agitação intermitente em reator batelada**. 2020. 115 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2020.

Os reatores químicos são utilizados industrialmente na transformação de diversas matérias-primas em produtos de maior valor agregado. Por esta razão, é importante estudar como diminuir os gastos gerados pelo uso dos reatores, promovendo melhorias nos processos reacionais. Neste sentido, este trabalho promoveu um estudo da agitação intermitente em um reator batelada em escala laboratorial automatizado por Arduino, com o objetivo de minimizar o gasto de energia elétrica, sem prejudicar a conversão da reação de saponificação entre hidróxido de sódio e acetato de etila. Também foram avaliados outros fatores que poderiam interferir no consumo de energia e na conversão da reação, mas sem alterar as configurações originais do reator, para não gerar custos adicionais. Realizou-se um planejamento experimental 2^3 com os fatores: nível de preenchimento, velocidade e intermitência da agitação. As variáveis de resposta consideradas foram: conversão (%) e energia elétrica gasta (Wh). Observou-se que em todos os experimentos a conversão foi superior a 90% num tempo de 3 horas de reação. Nenhum dos fatores avaliados foi estatisticamente significativo para a conversão. Já para a energia elétrica o fator que mais contribuiu para sua redução foi a intermitência da agitação, considerada estatisticamente significativa. Além do planejamento experimental foram realizados 3 experimentos, em duplicata, mantendo a agitação constante, sem a intermitência. Nestes experimentos a conversão ficou próxima dos valores encontrados no planejamento experimental, porém, o gasto de energia elétrica foi superior a todos os ensaios realizados com a agitação intermitente. Sendo assim, concluiu-se que a agitação intermitente é capaz de reduzir a energia elétrica gasta para a reação proposta, sem interferir na sua conversão, promovendo a otimização do reator batelada utilizado.

Palavras-chave: Reator batelada. Planejamento experimental. Agitação. Intermitência. Arduino.

ABSTRACT

ZANUTTO, Adriane. **Experimental study of intermittent agitation in a batch reactor**. 2020. 115 p. Thesis (Master's Degree in Chemical Engineering) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2020.

Chemical reactors are used industrially in the transformation of various raw materials into products with higher added value. For this reason, it is important to study how to reduce the costs generated by the use of the reactors, promoting improvements in the reaction processes. In this sense this work promoted a study of intermittent agitation in a batch reactor on a laboratory scale automated by Arduino, with the objective of minimizing the expenditure of electrical energy, without jeopardizing the conversion of the saponification reaction between sodium hydroxide and ethyl acetate. Other factors that could interfere with energy consumption and reaction conversion were also evaluated, but without changing the original reactor settings, so as not to generate additional costs. An experimental planning 2^3 was carried out with the factors: level of filling, speed and intermittence of agitation. The response variables considered were: conversion (%) and spent electricity (Wh). It was observed that in all experiments the conversion was greater than 90% in a time of 3 hours of reaction. None of the factors evaluated was statistically significant for the conversion. As for electric energy, the factor that most contributed to its reduction was the intermittency of agitation, considered statistically significant. In addition to the experimental planning, 3 experiments were performed, in duplicate, keeping the agitation constant, without intermittence. In these experiments the conversion was close to the values found in the experimental design, however, the expenditure of electrical energy was higher than all the tests performed with intermittent agitation. Thus, it was concluded that intermittent agitation is able to reduce the electrical energy used for the proposed reaction, without interfering its conversion, promoting the optimization of the batch reactor used.

Keywords: Batch reactor. Experimental planning. Agitation. Intermittence. Arduino.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Balanço no volume do sistema	23
Figura 2 - Reator batelada.....	26
Figura 3 - Tanque típico de agitação	28
Figura 4 - Impelidores de mistura: (a) hélice marinha de três pás; (b) turbina de lâmina reta aberta; (c) turbina de disco laminado; (d) turbina de lâmina curva vertical; (e) turbina de lâmina inclinada	30
Figura 5 - Padrão de fluxo do impelidor tipo PBT	30
Figura 6 - Placa Arduino Mega 2560	36
Figura 7 - Alguns dos modelos comercializados da plataforma Arduino	37
Figura 8 - Identificação dos pinos de conexão e dos principais componentes da placa Arduino Mega 2560.....	38
Figura 9 - Tela do ambiente de desenvolvimento do Arduino	39
Figura 10 - Tela do monitor <i>serial</i> do Arduino	40
Figura 11 - Esquema ilustrativo de (a) motor de passo bipolar e (b) motor de passo unipolar	41
Figura 12 - <i>Driver</i> A4988	42
Figura 13 - Módulo <i>driver</i> para motor de passo A4988	42
Figura 14 - Conexões entre o <i>driver</i> A4988, microcontrolador e motor de passo Nema 17	43
Figura 15 - Superfície de resposta tridimensional onde se indica o rendimento esperado (n) como uma função de temperatura (x_1) e pressão (x_2).....	48
Figura 16 - Diagrama esquemático da configuração experimental	53
Figura 17 - Gráfico de Pareto de efeitos padronizados para a energia (Wh)	68
Figura 18 - Gráfico de Probabilidade Normal para a energia (Wh)	69
Figura 19 - Superfície de resposta: intermitência x velocidade de agitação.....	70
Figura 20 - Curva de nível: intermitência x velocidade de agitação	71
Figura 21 - Superfície de resposta: intermitência da agitação x nível de preenchimento.....	72
Figura 22 - Curva de nível: intermitência da agitação x nível de preenchimento	73
Figura 23 - Superfície de resposta: nível de preenchimento x velocidade de agitação.....	74
Figura 24 - Curva de nível: nível de preenchimento x velocidade de agitação.....	75
Figura 25 - Gráfico de Pareto de efeitos padronizados para a conversão (%)	77
Figura 26 - Gráfico de Probabilidade Normal para a conversão (%).....	78

Figura 27 - Superfície de resposta: nível de preenchimento x velocidade de agitação.....	79
Figura 28 - Curva de nível: nível de preenchimento x velocidade de agitação.....	80
Figura 29 - Superfície de resposta: nível de preenchimento x intermitência da agitação.....	81
Figura 30 - Curva de nível: nível de preenchimento x intermitência da agitação	82
Figura 31 - Superfície de resposta: velocidade x intermitência da agitação.....	83
Figura 32 - Curva de nível: velocidade x intermitência da agitação	84

LISTA DE FOTOGRAFIAS

Fotografia 1 - Vista frontal do reator	49
Fotografia 2 - Vista interna do reator	50
Fotografia 3 - Vista lateral de uma das lâminas do impelidor	51
Fotografia 4 - Impelidor acoplado à tampa do reator.....	51
Fotografia 5 - Arduino e placa de circuitos ligados por cabos <i>jumper</i>	54
Fotografia 6 - Placa de circuitos de energia e controle	55
Fotografia 7 - Placa Arduino Mega 2560 com os pinos utilizados	61

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Tempo x conversão dos 11 experimentos do planejamento 2^3	63
Gráfico 2 - Tempo x energia dos 11 experimentos do planejamento 2^3	64
Gráfico 3 - Tempo x conversão dos experimentos com agitação constante	85
Gráfico 4 - Tempo x energia dos experimentos com agitação constante	86
Gráfico 5 - Tempo x conversão de todos os experimentos	87
Gráfico 6 - Tempo x energia de todos os experimentos	88

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Propriedades físico-químicas do acetato de etila	32
Quadro 2 - Propriedades físico-químicas do hidróxido de sódio	34
Quadro 3 - Propriedades físico-químicas do acetato de sódio	35
Quadro 4 - Técnicas disponíveis para planejamentos de experimentos	44

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Matriz de planejamento fatorial 2^2	45
Tabela 2 - Dimensões do reator e resistência interna	50
Tabela 3 - Dimensões do impelidor	52
Tabela 4 - Matriz do planejamento experimental 2^3 com três pontos centrais (variáveis codificadas)	58
Tabela 5 - Ordem dos ensaios do planejamento experimental 2^3 com três pontos centrais.....	59
Tabela 6 - Ensaios com agitação constante.....	60
Tabela 7 - Matriz do planejamento experimental.....	62
Tabela 8 - Efeitos estimados e p-valores considerando a energia (Wh) como variável de resposta	67
Tabela 9 - Efeitos estimados e p-valores considerando a conversão (%) como variável de resposta	76
Tabela 10 - Resultados dos experimentos com agitação constante	85

LISTA DE ABREVIATURAS

$[H^+]$	Concentração de íons hidrônio
$[OH^-]$	Concentração de íons hidroxila
C_{A0}	Concentração do reagente limitante alimentado
C_D	Concentração do produto desejado formado
cm	Centímetros
<i>et al.</i>	Forma abreviada da expressão em latim <i>et alii</i> , que significa “e outros”
F_j	Saída (mols/tempo)
F_{j0}	Entrada (mols/tempo)
g	Gravidade
G_j	Geração (mols/tempo)
°C	Graus Celsius
j	Espécie arbitrária
K	Graus Kelvin
L	Comprimento
L	Litro(s)
M	Número de subvolumes
μS	Microsiemens
min	Minuto(s)
mmHg	Milímetros de mercúrio
mS	Millisiemens
N_j	Número de mols da espécie j no sistema
p	Pressão
pH	Potencial hidrogeniônico
pOH	Potencial hidroxiliônico
ρ	Massa específica
r_j	Velocidade de formação da espécie j
s	Segundo
t	Tempo
v	Velocidade
V	Volume
Wh	Watt-hora
X	Conversão

LISTA DE SIGLAS

CFD	<i>Computational Fluid Dynamics</i> (Fluidodinâmica Computacional)
CPU	<i>Central Processing Unit</i> (Unidade Central de Processamento)
CSTR	<i>Continuous Stirred Tank Reactor</i> (Reator Contínuo de Tanque Agitado)
EDP	Equação Diferencial Parcial
GPS	<i>Global Positioning System</i> (Sistema de Posicionamento Global)
ICSP	<i>In-Circuit Serial Programming</i> (Conector Serial de Programação)
IDE	<i>Integrated Development Environment</i> (Ambiente Integrado de Desenvolvimento)
MDF	Método das Diferenças Finitas
MEF	Método dos Elementos Finitos
MVF	Método dos Volumes Finitos
NaOH	Hidróxido de Sódio
PBR	<i>Packed Bed Reactor</i> (Reator de Leito Fixo)
PBT	<i>Pitched-Blade Turbine</i> (Turbina de Lâmina Inclinada)
PFR	<i>Plug Flow Reactor</i> (Reator com Escoamento Empistonado)
PVC	Policloreto de Vinila
PWM	<i>Pulse Width Modulation</i> (Modulação por Largura de Pulso)
rpm	Rotações por minuto
RSM	<i>Response Surface Methodology</i> (Metodologia de Superfícies de Resposta)
USB	<i>Universal Serial Bus</i> (Porta Universal)
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná

LISTA DE ACRÔNIMOS

FISPQ	Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos
LEI	Limite de Explosividade Inferior
LED	<i>Light Emissor Diode</i> (Diodo Emissor de Luz)
LES	Limite de Explosividade Superior

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	20
1.1 OBJETIVO GERAL	21
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	21
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1 REATORES QUÍMICOS	22
2.1.1 Tipos de Reatores Químicos.....	22
2.1.2 Balanço Molar Geral	23
2.1.3 Reator Batelada	25
2.1.4 Agitação e Mistura em Reatores.....	27
2.1.4.1 Impelidores.....	29
2.2 REAÇÃO DE SAPONIFICAÇÃO.....	31
2.2.1 Acetato de Etila.....	32
2.2.1.1 Características	32
2.2.1.2 Aplicações.....	33
2.2.2 Hidróxido de Sódio.....	33
2.2.2.1 Características	33
2.2.2.2 Aplicações.....	34
2.2.3 Acetato de Sódio.....	34
2.2.3.1 Características	35
2.2.3.2 Aplicações.....	35
2.3 ARDUINO	36
2.4 MOTORES DE PASSO.....	40
2.5 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	43
2.5.1 Planejamento Fatorial 2^k	45
2.5.2 Metodologia de Superfícies de Resposta (RSM)	47
3 METODOLOGIA	49
3.1 CARACTERIZAÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL	49
3.1.1 Coleta de Dados de Conversão da Reação.....	56
3.2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	57
3.3 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL 2^3	57
3.4 EXPERIMENTOS COM AGITAÇÃO CONSTANTE.....	60
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	61
4.1 FUNCIONAMENTO DO REATOR BATELADA.....	61

4.2 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL 2 ³	62
4.2.1 Variável de Resposta: Energia (Wh)	66
4.2.2 Variável de Resposta: Conversão (%)	75
4.3 EXPERIMENTOS COM AGITAÇÃO CONSTANTE.....	84
4.4 COMPARAÇÃO DOS EXPERIMENTOS	87
5 CONCLUSÃO	89
REFERÊNCIAS	90
APÊNDICE A - Algoritmo utilizado no Arduino para controle e comunicação com o reator.....	96
APÊNDICE B - Tabelas de conversão e energia dos experimentos do planejamento experimental 2³ e dos experimentos sem agitação intermitente.....	111

1 INTRODUÇÃO

Os reatores químicos são muito utilizados industrialmente, pois neles ocorrem as reações responsáveis pela transformação de matérias-primas em produtos específicos de maior valor agregado. A agitação é um dos recursos comumente utilizado para promover esta transformação. Além dela, outras variáveis são importantes para chegar ao produto final desejado, como controladores de temperatura, nível e vazão, resistências e jaquetas de resfriamento. Todas estas funcionalidades necessitam de energia elétrica para atingirem seu objetivo. Desta forma, quanto maior o tempo de uma reação, mais eletricidade será necessária para manter um reator em funcionamento. Assim como quanto maior o volume do reator, maior será o aporte energético necessário para que o mesmo entre em funcionamento.

Uma alternativa para reduzir o consumo de energia elétrica gasta em uma reação, é alterar as configurações que forem possíveis do reator já utilizado, verificando se a conversão da reação não será prejudicada. Algumas das configurações que podem ser alteradas são: velocidade e tempo de rotação do impelidor, nível de preenchimento do reator, temperatura, o tipo de processo: contínuo ou em batelada, tipo de impelidor e uso de chicanas. A diminuição do gasto energético é relevante tanto para aumentar o lucro proveniente da venda do produto obtido, quanto para economizar os recursos naturais necessários para a geração da energia utilizada no processo.

Reatores com controladores específicos e sistemas robustos podem ser de custo elevado e nem sempre são acessíveis para a utilização em pesquisas. Portanto, uma boa opção é utilizar uma tecnologia de código aberto capaz de promover seu funcionamento. O microcontrolador Arduino é um bom exemplo dessa tecnologia, pois é uma placa-única de baixo custo, capaz de atuar como uma plataforma de hardware de código aberto, não só promovendo o funcionamento e controle do reator, como sendo capaz de ser programado para exercer funções específicas de interesse, como no caso da agitação intermitente. A plataforma Arduino está cada vez mais presente no ambiente acadêmico devido à sua versatilidade e capacidade de desenvolver sistemas específicos de acordo com a necessidade.

Para alterar mais de uma configuração do reator simultaneamente, o planejamento experimental é uma boa ferramenta para organizar os experimentos e

obter deles resultados confiáveis. Alguns fatores que podem ser analisados experimentalmente, sem necessidade de alterar as configurações originais do reator são: nível de preenchimento, velocidade de agitação e intermitência de agitação. A intermitência de agitação foi o principal fator de interesse de estudo deste trabalho, pois não foram encontrados na literatura estudos semelhantes considerando-o. Os demais fatores foram escolhidos para verificar se eles também interferem no gasto energético e na conversão da reação, buscando a melhor combinação entre eles, de forma a minimizar a energia elétrica gasta, sem comprometer a conversão da reação.

Deste modo, este trabalho utilizou experimentos para avaliar se a agitação intermitente, em conjunto com os outros fatores selecionados, pode minimizar o gasto de energia elétrica sem interferir na conversão da reação entre hidróxido de sódio e acetato de etila, em um reator batelada em escala laboratorial, controlado e automatizado por Arduino.

1.1 OBJETIVO GERAL

Estudar como a agitação intermitente, o nível de preenchimento e a velocidade de agitação interferem na conversão e na energia elétrica gasta em um reator batelada através de experimentos.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Promover o funcionamento de um reator batelada utilizando o microcontrolador Arduino;
- Realizar um planejamento experimental 2^3 , com os fatores: nível de preenchimento, velocidade de agitação e intermitência da agitação, considerando as variáveis de resposta: energia (Wh) e conversão (%) para a reação entre hidróxido de sódio e acetato de etila;
- Realizar experimentos com agitação constante e comparar com os experimentos do planejamento;
- Definir as melhores condições de operação do reator.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesta seção serão tratados os tópicos necessários para o entendimento dos assuntos envolvidos nesta pesquisa. Primeiramente serão apresentados os conceitos de reatores químicos, bem como as principais equações envolvidas, especificidades do tipo de reator utilizado, agitação e mistura, e impelidores. Posteriormente será abordada a reação proposta, assim como os reagentes e produtos que a compõem. Em seguida, será dado enfoque ao Arduino, motores de passo e ao planejamento experimental.

2.1 REATORES QUÍMICOS

Um reator químico é um equipamento composto basicamente por um tanque, geralmente metálico ou de vidro, onde se processam reações químicas. Além do tanque, o reator pode conter outras partes que auxiliam no seu funcionamento, de acordo com cada necessidade, como agitadores, chicanas, resistências, camisas de resfriamento ou aquecimento e controladores de nível (ISENMANN, 2018).

Os reatores são utilizados em diversas atividades, especialmente nas indústrias de transformação, que realizam reações químicas em escala industrial. Além das aplicações industriais, os reatores químicos são utilizados em laboratórios, em escalas menores. Isto inclui as pesquisas científicas, assim como a produção de fármacos e cosméticos em pequena escala.

2.1.1 Tipos de Reatores Químicos

Existem diversos tipos de reatores, e cada um é mais adequado para um tipo específico de reação. Os reatores batelada geralmente são utilizados para reações em fase líquida. Sua composição varia ao longo do tempo, pois os reagentes são alimentados somente no início. Para controlar melhor a temperatura, este tipo de operação pode não ser aconselhável, e os reagentes podem ter que ser adicionados progressivamente ao recipiente. Ou também, quando um produto precisa ser retirado, como ocorre com a água em uma esterificação, para alcançar a conversão completa dos reagentes. Nestes casos, a forma de operação é chamada de semibatelada.

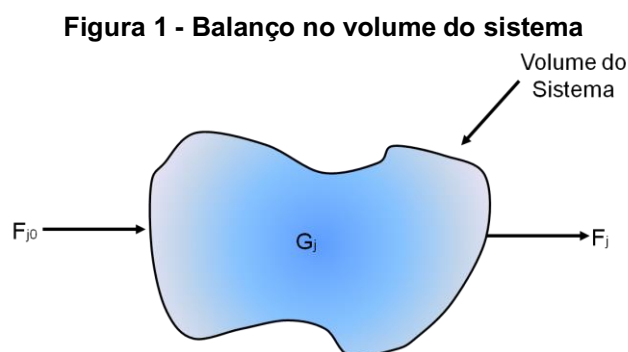
Reatores batelada e semibatelada frequentemente são utilizados para produções em pequena escala, como químicos específicos, polímeros, fármacos e em plantas com grande variedade de produtos (FROMENT e BISCHOFF, 1990).

Reatores do tipo escoamento contínuo são quase sempre operados em estado estacionário. Basicamente são três tipos de reatores que se enquadram nesta definição: o reator contínuo de tanque agitado (CSTR, do inglês *Continuous Stirred Tank Reactor*), o reator com escoamento empistonado (PFR, do inglês *Plug Flow Reactor*) e o reator de leito fixo (PBR, do inglês *Packed Bed Reactor*).

Apesar das diferenças entre eles, os tipos básicos de reatores: batelada, semibatelada e os do tipo escoamento contínuo, podem ter seus parâmetros de projeto calculados a partir de um balanço molar geral.

2.1.2 Balanço Molar Geral

Para obter as equações de projeto, que possibilitem o cálculo de tempo de reação ou volume de reator, necessários para converter os reagentes de interesse em produtos, é preciso considerar um balanço molar geral. Para isso, é necessário primeiramente estabelecer as fronteiras do sistema. O volume delimitado pelas fronteiras é denominado volume do sistema, como representado na Figura 1. O balanço molar será realizado para uma espécie arbitrária j em um volume do sistema, em que j representa a espécie química de interesse (FOGLER, 2013).



Fonte: Adaptado de Fogler, 2013.

Um balanço molar de j , em um dado instante de tempo, t , é dado por:

$$\text{Entrada} - \text{Saída} + \text{Geração} = \text{Acúmulo} \quad (1)$$

Em que:

- Entrada = Taxa de j que entra no sistema (mols/tempo);
- Saída = Taxa de j que sai do sistema (mols/tempo);
- Geração = Taxa de geração de j por reação química dentro do sistema (mols/tempo);
- Acúmulo = Taxa de acúmulo de j dentro do sistema (mols/tempo).

Simbolicamente, esta equação pode ser escrita da forma:

$$F_{j0} - F_j + G_j = \frac{dN_j}{dt} \quad (2)$$

Sendo:

- F_{j0} = Entrada;
- F_j = Saída;
- G_j = Geração;
- $\frac{dN_j}{dt}$ = Acúmulo;
- N_j = Número de mols da espécie j no sistema no tempo t .

Considerando as variáveis do sistema uniformes ao longo do espaço, o termo de geração, G_j , será o produto entre o volume de reação, V , e a velocidade de formação da espécie j , r_j .

$$G_j = r_j \cdot V \quad (3)$$

Considerando que a velocidade de formação da espécie j não seja uniforme ao longo do sistema, isto é, em um dado subvolume a velocidade possui determinado valor, em outro subvolume este valor é diferente do primeiro, e assim por diante. Portanto, a velocidade total de geração no volume inteiro será dada pela soma de todas as velocidades em cada subvolume, como apresentado na equação (4).

$$G_j = \sum_{i=1}^M \Delta G_{ji} = \sum_{i=1}^M r_{ji} \Delta V_i \quad (4)$$

Sendo M o número de subvolumes.

Usando a definição de integral, podemos reescrever a equação (4) como:

$$G_j = \int^V r_j dV \quad (5)$$

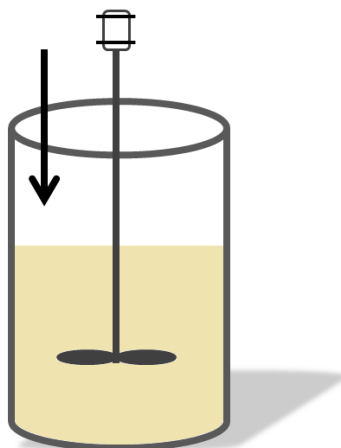
Substituindo G_j na equação (2) pela forma integral apresentada na equação (5), obtemos uma equação geral do balanço molar para qualquer espécie química j que esteja entrando, saindo, reagindo e/ou acumulando-se no interior do volume do sistema considerado, V , conforme apresentado na equação 6 (FOGLER, 2013).

$$F_{j0} - F_j + \int^V r_j dV = \frac{dN_j}{dt} \quad (6)$$

2.1.3 Reator Batelada

O reator selecionado para este trabalho foi o batelada, por ser comumente utilizado em experimentos de pequena escala, para reações em fase líquida e com fluidos de baixas viscosidades. Além disso, ele é comumente encontrado no ambiente acadêmico de engenharia química, tanto para o estudo teórico, quanto para o funcionamento prático. Atualmente, os processos em batelada estão se tornando mais populares para a fabricação de produtos químicos, por atenderem às demandas mais específicas e personalizadas (YE *et al.*, 2017). Para plantas industriais que produzem variados produtos, os processos em batelada são mais indicados (SUN *et al.*, 2007). A Figura 2 apresenta o modelo geral de um reator batelada.

Figura 2 - Reator batelada



Fonte: Autoria própria.

Os reagentes são carregados no reator e somente depois da reação terminar os produtos são retirados. Ele opera em estado transiente, portanto, não há entrada, nem saída.

$$F_{j0} = F_j = 0 \quad (7)$$

A equação geral do balanço molar (6) então fica:

$$\int^V r_j dV = \frac{dN_j}{dt} \quad (8)$$

Integrando e isolando o tempo, temos:

$$t = \frac{N_j}{r_j V} \quad (9)$$

Esta equação fornece o tempo necessário para formar o número de mols da espécie j desejado (FOGLER, 2013).

Ye *et al.* (2017) aplicaram uma técnica de otimização em processos batelada com uma estratégia de controle de auto-otimização. Sun *et al.* (2007) utilizaram uma técnica de otimização dinâmica para o estudo da operação de reatores batelada. Os autores ressaltaram que para reações em batelada frequentemente se consideram

duas coisas: alcançar rendimentos máximos do produto de interesse em um período de operação e alcançar um rendimento específico no menor tempo possível de operação. Ambos os trabalhos demonstram a busca por melhorias e otimizações em reatores batelada, promovendo a maximização do produto final obtido, se possível em menos tempo, de acordo com as especificidades impostas para cada processo.

2.1.4 Agitação e Mistura em Reatores

As operações unitárias de agitação e mistura são muito importantes para o funcionamento adequado dos reatores químicos. Tanto a agitação quanto a mistura buscam reduzir não uniformidades no interior do reator, diminuir heterogeneidades da composição, temperatura ou outras propriedades dos fluidos envolvidos. Para ser considerado eficiente, um sistema de agitação deve atingir a mistura no menor tempo possível e com o menor gasto energético, tanto para fornecer um melhor rendimento ao processo, como para melhorar a troca térmica ou a qualidade do produto, de acordo com a necessidade (VERGEL, 2013).

Embora os termos de agitação e mistura sejam comumente confundidos, eles não são sinônimos. Agitação se refere ao movimento induzido de um material em uma forma específica, geralmente em um fluxo circular dentro de algum recipiente. Já a mistura é uma distribuição aleatória entre e através de duas ou mais fases inicialmente separadas. Por exemplo, um fluido homogêneo sozinho pode ser agitado, mas não misturado. Já um fluido a baixa temperatura pode ser misturado a esse mesmo fluido em alta temperatura (McCABE *et al.*, 1993).

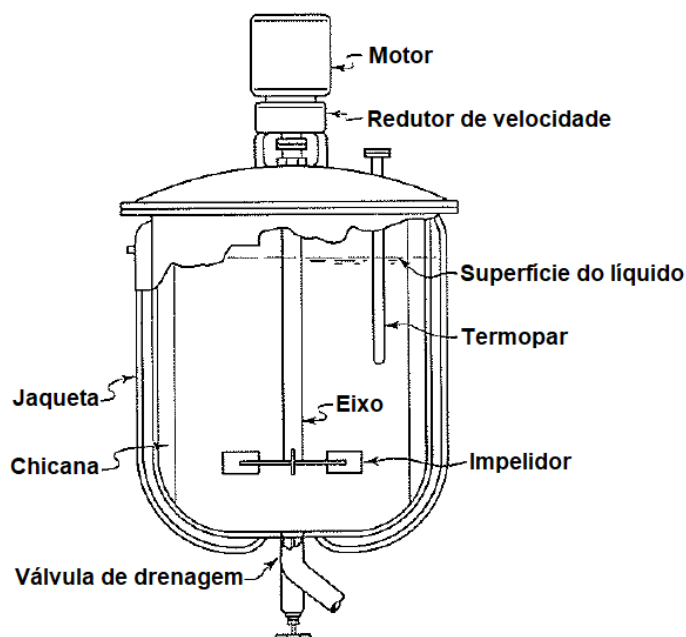
As operações de agitação e mistura têm por finalidade obter matérias-primas e produtos uniformes que atendam ao mercado alimentício, petroquímico, farmacêutico, entre outros. Existe um grande potencial para a otimização de processos envolvendo agitação, pois os resultados em relação ao custo-benefício podem minimizar custos, além de promover melhorias em relação à qualidade e à produtividade (COSTA JÚNIOR e CORRÊA, 2018).

Garavito (2013) propôs a determinação do consumo de potência para impelidores âncora e helicoidal usando fluidos pseudoplásticos de alta viscosidade. Gualdrón *et al.* (2013) simularam através de fluidodinâmica computacional a homogeneização de óleo cru em escala piloto, com o propósito de observar a mistura e calcular suas propriedades. Costa Júnior e Corrêa (2018) avaliaram diferentes

configurações de impelidores em um reator convencional, com os objetivos de alcançar maior eficiência, reduzindo tempo de mistura e consumo de potência. Estes estudos exemplificam a relevância do estudo de sistemas envolvendo agitação e mistura, visto que a redução do gasto de energia com estes processos podem reduzir significativamente o custo do produto final de interesse (COSTA JÚNIOR e CORRÊA, 2018; GARAVITO, 2013).

A agitação de líquidos frequentemente ocorre em tanques, usualmente cilíndricos com eixo vertical. As proporções do tanque variam muito, dependendo da natureza do problema de agitação. Um exemplo típico deste sistema é apresentado na Figura 3. (McCABE *et al.*, 1993).

Figura 3 - Tanque típico de agitação



Fonte: Adaptado de McCabe *et al.*, 1993.

Um impelidor é montado em um eixo suspenso, suportado por cima. Este eixo, por sua vez, é acionado por um motor, que pode estar diretamente conectado a ele, mas frequentemente está conectado a ele através de uma caixa redutora de velocidade. O impelidor cria um padrão de fluxo no sistema, fazendo com que o líquido circule pelo recipiente. Acessórios como linhas de entrada e saída, resistências, jaquetas e dispositivos de medição de temperatura são usualmente incluídos (McCABE *et al.*, 1993).

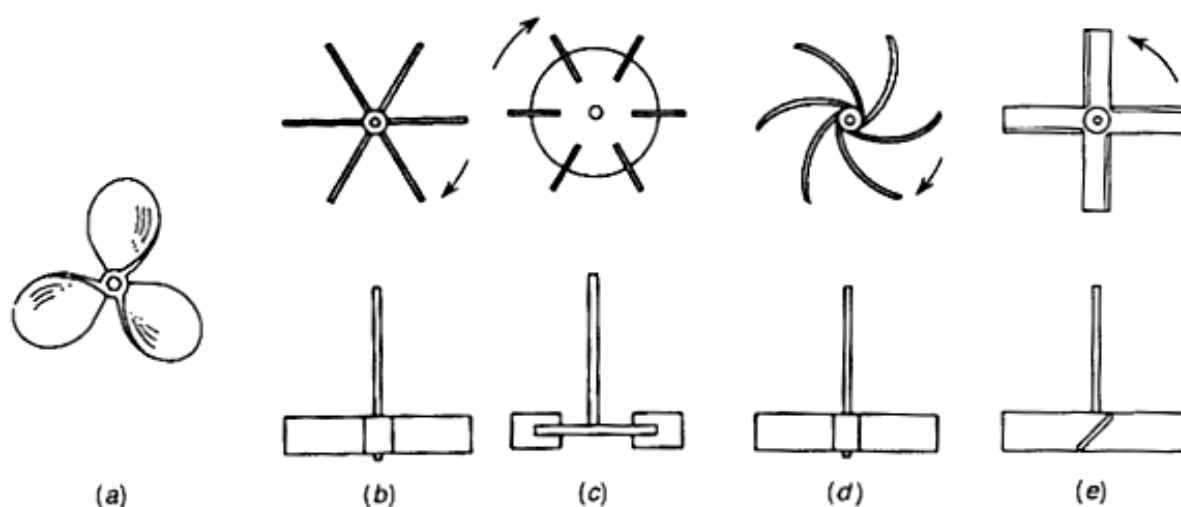
2.1.4.1 Impelidores

Existem diversos modelos de impelidores, sendo cada um apropriado para atender as propriedades físicas de escoamento de determinados processos. Os impelidores podem ser classificados de acordo com o regime: turbulento e laminar, sendo suas características determinantes para o padrão de fluxo obtido. E também são classificados quanto ao padrão de fluxo formado: radial, axial ou tangencial (GARAVITO, 2013).

Os impelidores do tipo axial geram componentes de velocidade paralelos ao eixo do impelidor, impulsionando o líquido contra o fundo do tanque. Enquanto os do tipo radial geram componentes de velocidade na direção radial, ou seja, o líquido é impulsionado contra as paredes do reator. Desta forma, os impelidores do tipo axial são mais eficientes para mistura de líquidos e sólidos em suspensão, e os do tipo radial se aplicam mais a gases (GARAVITO, 2013; VERGEL, 2013). Os impelidores de fluxo tangencial são mais utilizados para mistura de fluidos de altas viscosidades, para impulsionar o produto em torno da parede do reator (GARAVITO, 2013).

Além das classes, os impelidores se dividem em três tipos principais, que são hélices, pás e turbinas. A hélice é um impelidor de alta velocidade e fluxo axial, para líquidos de baixa viscosidade. Para problemas mais simples, um agitador eficaz consiste em uma pá plana girando em um eixo vertical. As turbinas se assemelham aos agitadores de pás com múltiplas lâminas curtas, que giram em altas velocidades em um eixo montado no centro do tanque. As lâminas podem ser retas ou curvas, inclinadas ou verticais. Elas são eficazes em uma vasta gama de viscosidades. Em líquidos de baixa viscosidade, as turbinas geram correntes fortes que percorrem todo o tanque, buscando e quebrando bolsões estagnados. Perto do impelidor há uma zona de correntes rápidas, ou seja, alta turbulência e intensidade. As principais correntes são radiais e tangenciais (McCABE *et al.*, 1993). A Figura 4 apresenta alguns modelos específicos de impelidores dos tipos: hélice e turbina.

Figura 4 - Impelidores de mistura: (a) hélice marinha de três pás; (b) turbina de lâmina reta aberta; (c) turbina de disco laminado; (d) turbina de lâmina curva vertical; (e) turbina de lâmina inclinada

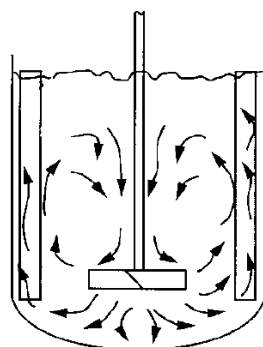


Fonte: McCabe *et al.*, 1993.

O impelidor do tipo turbina de lâmina inclinada (PBT, do inglês *Pitched-Blade Turbine*), é eficaz para fluidos em uma ampla faixa de viscosidades. Em líquidos de viscosidades baixas, as turbinas geram correntes fortes que persistem por todo o tanque, buscando e destruindo bolsões estagnados. Próximo ao impelidor está uma zona de correntes rápidas, alta turbulência e cisalhamento intenso (McCABE *et al.*, 1993). Por suas capacidades de aprimoramento de mistura e transferência de calor, este é um dos impelidores mais estudados (MENDOZA-ESCAMILLA *et al.*, 2018).

O impelidor PBT produz um padrão de fluxo em todo o volume do tanque como um único estágio, como apresentado na Figura 5. Ele possui um bom equilíbrio entre as capacidades de bombeamento e cisalhamento.

Figura 5 - Padrão de fluxo do impelidor tipo PBT



Fonte: Paul *et al.*, 2003.

Cui *et al.* (2018) utilizaram o impelidor PBT em uma investigação computacional e experimental de um sistema de mistura de fluxo laminar em um tanque agitado. Mendonza-Escamilla *et al.* (2018) avaliaram modelos k- ϵ usando malhas tetraédricas para descrever o campo de fluxo turbulento de um impelidor PBT. Ao passo que os autores: Rosa *et al.* (2017) desenvolveram correlações de Nusselt em tanques agitados usando a bobina espiral com turbina *Rushton* e impelidor PBT 45°, comparando com tanques contendo chicanas verticais.

2.2 REAÇÃO DE SAPONIFICAÇÃO

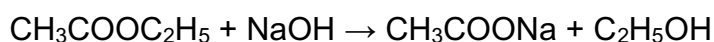
A reação escolhida para avaliar o desempenho do reator batelada é uma reação de saponificação entre acetato de etila e hidróxido de sódio, que produzem acetato de sódio (CH_3COONa) e etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$). Esta reação é chamada de saponificação porque ocorre a hidrólise do éster em uma condição alcalina, apesar de não produzir sabão (BURSALI *et al.*, 2006). É uma reação pouco exotérmica, entre 23 e 40 °C e com pH básico, entre 11,5 e 12,5 (VENEGAS; CARRANZA, 2011). Os reagentes são líquidos miscíveis que não formam voláteis durante a reação (NI e MACKLEY, 1993).

É uma reação muito utilizada em laboratórios de engenharia, especialmente na engenharia química, por ilustrar facilmente a teoria dos reatores em geral (HENY *et al.*, 2000). Isto devido à alta condutividade do hidróxido de sódio e às baixas condutividades do acetato de etila, bem como dos produtos. Desta forma, à medida que a reação ocorre a condutividade diminui, permitindo assim a obtenção de dados de conversão em termos da mudança de condutividade do NaOH (NI; MACKLEY, 1993). De forma semelhante ocorre com o pH, pois o NaOH possui pH alto e, à medida que a reação ocorre, o pH diminui gradativamente.

Observa-se na literatura que a maior parte dos trabalhos que tratam da hidrólise alcalina do acetato de etila possuem foco na cinética da reação, porém, trabalhos mais recentes tendem a buscar soluções para a melhoria do processo reacional (BURSALI *et al.*, 2006; PETEK *et al.*, 2018; TERRY e STIEGLITZ, 1927; WILSON e TERRY, 1928). Bursali *et al.* (2006), por exemplo, estudaram a melhoria do processo desta reação de saponificação utilizando o planejamento experimental estatístico. Heny *et al.* (2000) utilizaram um modelo dinâmico para representar o

comportamento de um CSTR para a saponificação de acetato de etila com hidróxido do sódio.

A reação é representada pela fórmula:



2.2.1 Acetato de Etila

De nome químico etanoato de etila, o mais conhecido como acetato de etila também é chamado de éster etílico e ácido acético etil éster (QUIMIDROL, 2007).

2.2.1.1 Características

O acetato de etila pertence à família dos ésteres e é muito utilizado como solvente polar, devido ao seu alto poder de solvência (CHEMISOL, 2019). É obtido pela reação entre ácido acético e etanol, na presença de ácido sulfúrico, ou pelo acetaldeído anidro em presença de etóxido de alumínio (ARIA; OBREGÓN, 2014). É um líquido incolor e possui odor frutal. Sua fórmula química é $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ (CHEMISOL, 2019).

Suas propriedades físico-químicas estão resumidas no Quadro 1:

Quadro 1 - Propriedades físico-químicas do acetato de etila

Propriedade	Descrição
Estado físico	Líquido e transparente a temperatura ambiente, sem material em suspensão
Massa molar	88,11 g/mol
Cor	Incolor
Odor	Odor suave característico de fruta
Limite de odor	0,1 - 181,5 ppm
Ponto de destilação/ebulição	75 a 78 °C
Ponto de fulgor	7,5 °C em vaso aberto e - 4 °C em vaso fechado
Ponto de congelamento	- 84 °C
LEI (limite de explosividade inferior)	2,0%
LES (limite de explosividade superior)	11,4%
Pressão de vapor	100 mmHg a 26 °C
Densidade relativa do vapor	3,04
Densidade	0,901 a 20 °C
Temperatura de ignição	426 °C
Viscosidade dinâmica	0,44 mPa.s a 20 °C
Solubilidade	Solúvel em etanol, benzeno, acetona, clorofórmio e éter. 1 mL é solúvel em 10 mL de água, a 25 °C. Sua solubilidade aumenta ao baixar a temperatura.

Fontes: Aria e Obregón, 2014; Quimidrol, 2007; Merck, 2018

2.2.1.2 Aplicações

Possui diversas aplicações, especialmente como solvente, além de ser utilizado em essências, devido ao seu odor característico. Indica-se seu uso como solvente em vernizes, *thinners*, lacas, tintas, resinas alquídicas curtas em óleo, nitrocelulósicas, etilcelulósicas, acetato-butiratos de celulose, breu esterificado, ureia-formaldeído, epóxi, poliuretano, acrilatos, metacrilatos e fenólicas modificadas. Em embalagens pode ser utilizado como solvente em flexogravura e heliogravura. Também é empregado em filme celulósico, papel, folha de alumínio, PVC, poliéster, polietileno e polipropileno. Para aumentar o teor de sólidos das fórmulas é aplicado em adesivos à base de acetato de polivinila, policloropreno e borracha clorada. É utilizado no acabamento em couro sintético. Em perfumes e aromas acrescenta toques frutais as fragrâncias (CHEMISOL, 2019).

2.2.2 Hidróxido de Sódio

O hidróxido de sódio é amplamente conhecido como soda cáustica. Geralmente apresenta-se na forma de sólido branco, em escamas, pó, lentilhas, pérolas e micropérolas (SILVA, 2012).

2.2.2.1 Características

A soda cáustica é inorgânica e muito higroscópica. É uma base forte que pode causar queimaduras caso entre em contato com a pele (SILVA, 2012). É obtida, principalmente, pela eletrólise do cloreto de sódio, pela reação entre hidróxido de cálcio e carbonato de sódio e pelo tratamento de sódio metálico com vapor de água a baixas temperaturas. NaOH é sua fórmula química (ARIA e OBREGÓN, 2014). Suas propriedades estão resumidas no Quadro 2

Quadro 2 - Propriedades físico-químicas do hidróxido de sódio

Propriedade	Descrição
Estado físico	Sólido
Massa molar	40,00 g/mol
Cor	Branco
Odor	Inodoro
pH	> 14 em 100 g/L a 20 °C
Ponto de destilação/ebulição	1388 °C a 760 mmHg
Ponto de congelamento/fusão	319-322 °C
Densidade	2,13 g/cm ³ em 20 °C
Solubilidade	1090 g/L em água a 20 °C. Solúvel em alcoóis e glicerol. Insolúvel em acetona e éter.

Fontes: Aria e Obregón, 2014; Merck, 2017.

2.2.2.2 Aplicações

Possui diversas aplicações como uma base forte, reagindo com muitas substâncias. É utilizado na fabricação de papel, celulose, rayon, alumina, sabões e glicerol. Também é utilizado no refino de petróleo e seus derivados, na obtenção de compostos de sódio e na metalurgia. Aplica-se ao tratamento de água, refino de óleos vegetais e neutralização de efluentes. Na fabricação de tecidos de algodão tem por objetivo fortalecer as fibras e absorve melhor os corantes do tingimento. Na química orgânica, participa de diversas sínteses importantes, para a fabricação de fármacos e polímeros, por exemplo. Na síntese de Williamson para a preparação de éteres alquil-arílicos; para a obtenção do ácido salicílico, na síntese de Kolbe-Schmitt; na síntese do princípio ativo do Viagra[®], citrato de sildenafil, atuando com moléculas complexas e em reações de saponificação, para a obtenção de sabões (SILVA, 2012).

2.2.3 Acetato de Sódio

Conhecido também como etanoato de sódio e sal sódico de ácido acético, o acetato de sódio é um sal orgânico cristalino (ARIA e OBREGÓN, 2014; SIGMA-ALDRICH, 2011). É comercializado nas formas acetato de sódio trihidratado e anidro (SOUZA, 2008).

2.2.3.1 Características

O acetato de sódio possui baixo custo, por isso, é geralmente adquirido por distribuidores de produtos químicos e não sintetizado em laboratório. Em solução aquosa é moderadamente básico. A cristalização do acetato de sódio é altamente exotérmica, e pode ocorrer reagindo ácido acético com carbonato de sódio, bicarbonato de sódio ou hidróxido de sódio. Sua fórmula química é $C_2H_3NaO_2$ (ARIA e OBREGÓN, 2014; SIGMA-ALDRICH, 2011).

Suas propriedades físico-químicas estão resumidas no Quadro 3.

Quadro 3 - Propriedades físico-químicas do acetato de sódio

Propriedade	Descrição
Estado físico	Sólido
Massa molar	82,03 g/mol
Cor	Branco
pH	8,5 - 9,9 em 246 g/L a 25 °C
Ponto de inflamação	> 250 °C (câmara fechada)
Ponto de congelamento/fusão	324 °C
Densidade	1,528 g/cm ³
Solubilidade	246 g/L em água a 20 °C

Fontes: Aria e Obregón, 2014; Sigma-Aldrich, 2011.

2.2.3.2 Aplicações

Este composto é usado em larga escala em diversas indústrias, como as têxteis, cosméticas e petrolíferas. Ele é capaz de intensificar a cor das tintas, remover sais insolúveis de cálcio em tecidos, neutralizar ácidos minerais e até mesmo na área da saúde pode ser utilizado como um tampão em hemodiálises (BURSALI *et al.*, 2006).

O acetato de sódio é utilizado na determinação de hidroxiprolina em carnes e produtos cárneos, inclusive aves. É um dos componentes da insulina mista purificada, utilizada no controle da glicemia (SOUZA, 2008). Frequentemente é usado como fungicida e bactericida na indústria de alimentos e farmacêutica, promovendo a preservação, melhoria estética, prevenção da deterioração e camuflagem de sabores. Este sal também é utilizado na preservação de filmes comestíveis, queijo e lanches, panificação, produtos cosméticos, drogas veterinárias e agentes de preservação de plantas (MOHAMMADZADEH-AGHDASH *et al.*, 2018). Em indústrias têxteis é

utilizado para neutralizar correntes residuais de ácido sulfúrico. Na produção de borracha sintética auxilia no retardo da vulcanização do cloropreno (ARIA e OBREGÓN, 2014).

2.3 ARDUINO

O microcontrolador Arduino é uma placa-única de desenvolvimento, de baixo custo, que atua como uma plataforma de hardware de código aberto (CALDERÓN *et al.*, 2016; GONZÁLEZ e CALDERÓN, 2019). Ele basicamente possui uma CPU (*Central Processing Unit* - Unidade Central de Processamento), memória e dispositivos de entrada e saída de dados. Num único circuito estão reunidos diversos componentes de um sistema (FILIPE, 2017).

Dentre os microcontroladores existentes, a principal vantagem do Arduino em relação a outras plataformas é a facilidade de utilização. Desde que teve início, em 2005, mais de 500 mil placas Arduino foram vendidas em todo o mundo (CASTRO, 2016). Na prática, ele é um minicomputador que pode ser programado para processar entradas e saídas entre um dispositivo e componentes externos conectados a ele (McROBERTS, 2011), como ilustrado na Figura 6.







Figura 6 - Placa Arduino Mega 2560



Fonte: Filipe, 2017.

A plataforma Arduino é disponibilizada em diversas versões, se adaptando a aplicações diferenciadas. Na Figura 7 estão relacionadas algumas versões atuais que são disponibilizadas comercialmente.

Figura 7 - Alguns dos modelos comercializados da plataforma Arduino

Arduino Uno Rev3		Arduino Nano	
Arduino Mega 2560 Rev3		Arduino Due	
Arduino Zero		Arduino Micro	

Fonte: Arduino Store, 2020

A placa Arduino é compatível com diversos sistemas operacionais, como Microsoft Windows, Linux e Mac OS. Além disso, é possível combiná-la com outras placas criando as *shields*, que são extensões que ampliam as possibilidades de recursos de atuação, fazendo a leitura de sensores, por exemplo (FILIPE, 2017).

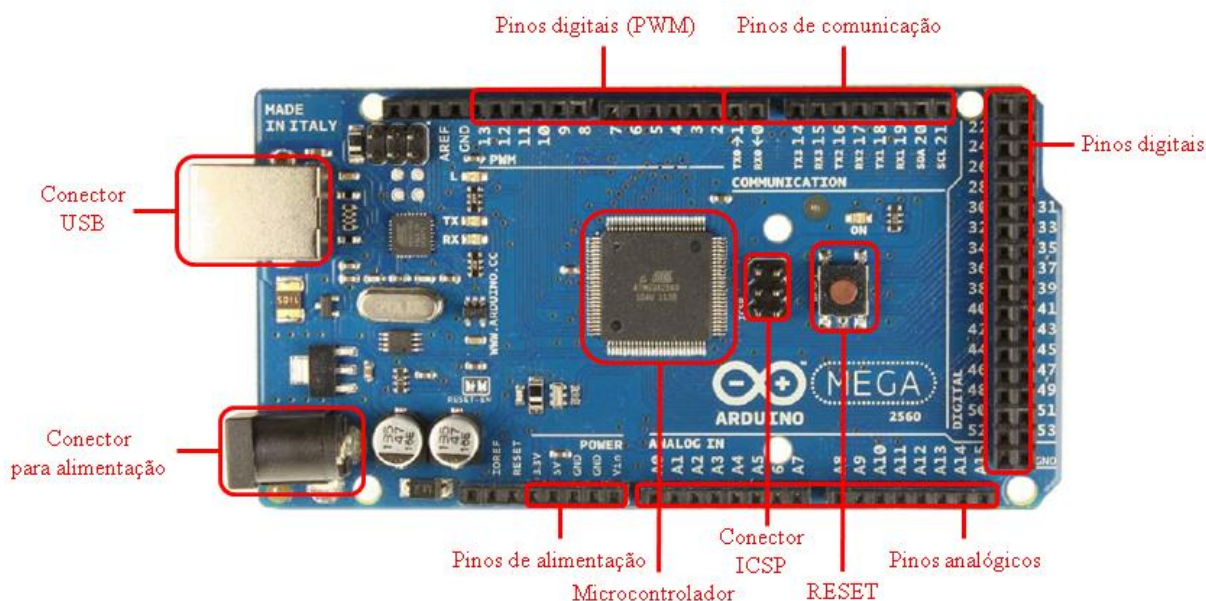
Para exemplificar, um uso simples do Arduino seria manter uma lâmpada acesa durante 30 segundos depois que o botão fosse pressionado. Neste caso, o Arduino teria uma lâmpada e um botão conectados a ele. Assim que o botão fosse pressionado ele acenderia a lâmpada e iniciaria a contagem. Após os 30 segundos apagaria a lâmpada (McROBERTS, 2011).

Este dispositivo está sendo usado com maior frequência nos últimos anos, por possuir versatilidade, facilidade para programar e configurar e capacidade de ser utilizado para aquisição de dados, automação e engenharia em geral (CALDERÓN *et al.*, 2016; GONZÁLEZ e CALDERÓN, 2019). O Arduino pode ser utilizado para desenvolver objetos interativos independentes, ou pode estar conectado a um

computador, a uma rede, ou à Internet para recuperar e enviar dados e atuar sobre eles. Ele pode ser conectado a LEDs (*Light Emissor Diode* - Diodo Emissor de Luz), botões, interruptores, motores, sensores de temperatura, sensores de pressão, sensores de distância, receptores GPS (*Global Positioning System* - Sistema de Posicionamento Global), ou qualquer dispositivo que emita dados ou possa ser controlado (McROBERTS, 2011).

Optou-se por utilizar o Arduino Mega 2560, que possui 256Kb de memória, e seus principais componentes são: 54 pinos digitais de entrada/saída, dentre os quais 12 podem ser usados como saídas PWM (*Pulse Width Modulation* - Modulação por Largura de Pulso), 16 entradas analógicas, uma conexão USB (*Universal Serial Bus* - Porta Universal), uma entrada de alimentação, uma ligação ICSP (*In-Circuit Serial Programming* - Conector Serial de Programação), um botão de *reset* e LEDs, como apresentado na Figura 8.

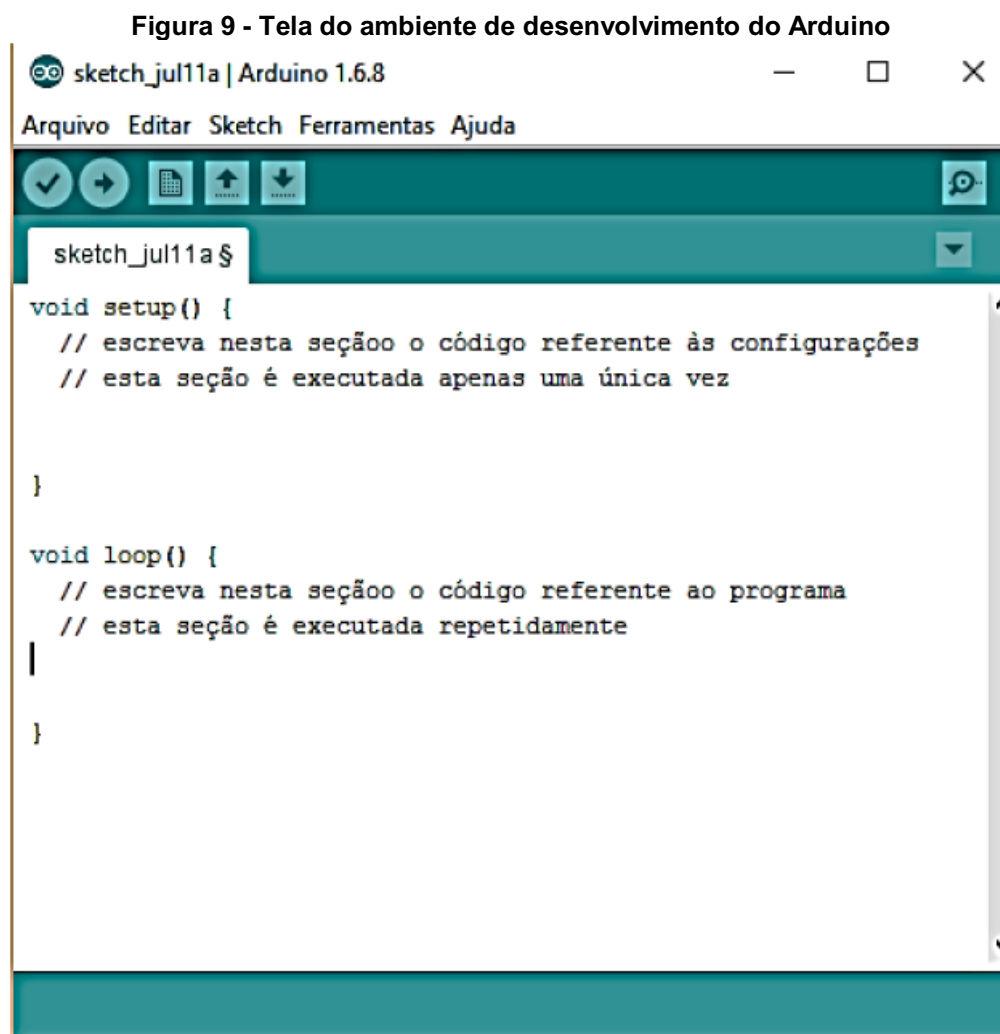
Figura 8 - Identificação dos pinos de conexão e dos principais componentes da placa Arduino Mega 2560



Fonte: Adaptado de Filipe, 2017 e Castro, 2016.

Para programar o Arduino é necessário utilizar o seu IDE (*Integrated Development Environment* - Ambiente Integrado de Desenvolvimento), que é um software livre onde é possível escrever o código na linguagem que ele compreende (baseada na linguagem C). Este ambiente de desenvolvimento é composto por um editor de texto, onde se pode escrever o programa a ser utilizado, uma área de

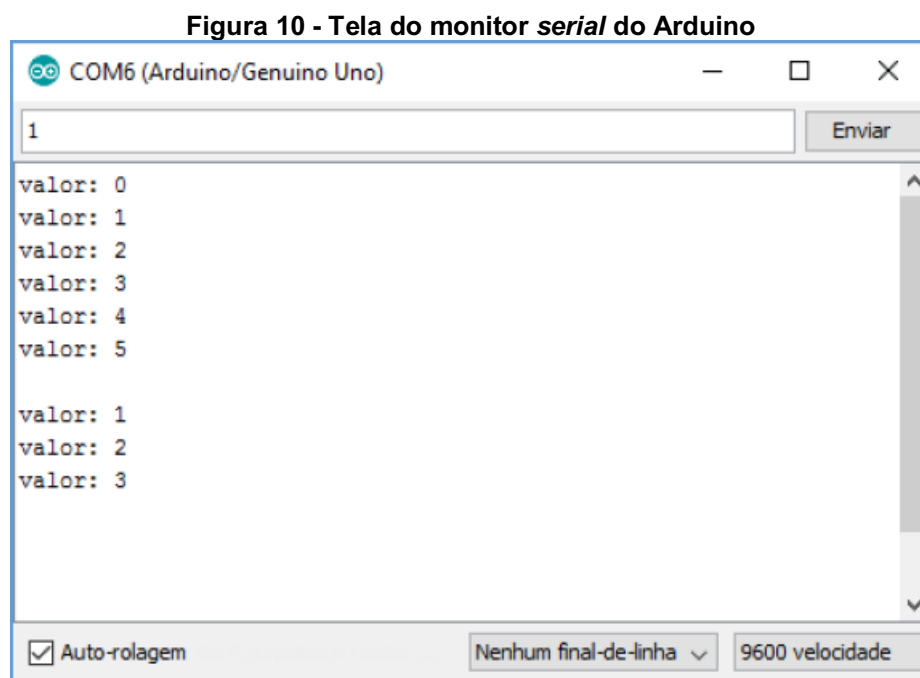
mensagens, uma barra de ferramentas e alguns menus (CASTRO, 2016), como apresentado na Figura 9.



Fonte: Castro, 2016.

O IDE permite que se escreva um programa de computador, ou seja, um conjunto de instruções passo a passo, e faz um upload para o Arduino. Através do cabo USB o software se comunica com a placa, transferindo o programa para ela. O Arduino então executará essas instruções, interagindo com o que estiver conectado a ele. Os programas são conhecidos como *sketches* (rascunho ou esboço) (McROBERTS, 2011). Antes do *sketch* ser transferido para a placa, ele passa por uma verificação quanto a sua sintaxe, se estiver correto então é compilado e transformado em um arquivo intermediário, chamado de arquivo objeto. Ao arquivo objeto são adicionadas as bibliotecas, que são programas utilizados para implementar funções específicas que facilitam a programação, e então, ocorre a conversão em código de máquina (CASTRO, 2016). A Figura 10 apresenta um exemplo de tela do monitor

serial que pode ser aberta após enviar o código para a placa. Por essa tela é possível inserir os comandos específicos ao microcontrolador, como, por exemplo, a velocidade desejada de um motor de passo, como também visualizar as informações recebidas, como a temperatura medida por um sensor.



Fonte: Castro, 2016.

Tanto o hardware como o software do Arduino é de fonte aberta, ou seja, podem ser utilizados livremente por qualquer pessoa e com qualquer finalidade (McROBERTS, 2011). Em todo o mundo, existem inúmeros projetos e informações envolvendo recursos acadêmicos e científicos (CALDERÓN *et al.*, 2016).

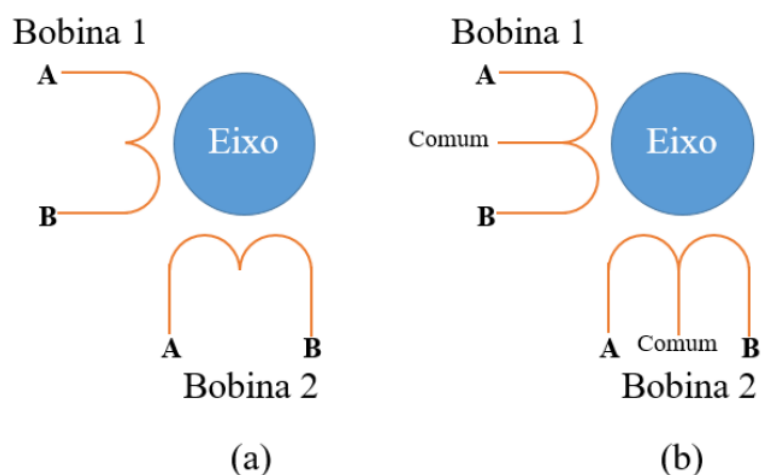
2.4 MOTORES DE PASSO

Os motores de passo, também chamados de *steppers*, giram através de passos, que são movimentos rotacionais discretos que lhe permitem realizar, com alta precisão, movimentos angulares fixos. Esses motores são alimentados por pulsos de eletricidade, se deslocando um passo a cada pulso elétrico enviado. Desta forma é possível controlar o ângulo de giro do motor através do número de pulsos aplicados. Isto faz dos motores de passo dispositivos facilmente controláveis (MEDINA, 2018).

Estes motores possuem duas partes principais. A parte fixa, que é uma cavidade onde estão depositadas as bobinas, chamada de estator. E a parte móvel, constituída por um ímã permanente, chamada de rotor. Ambas as partes são montadas sobre um eixo suportado por dois rolamentos, permitindo que ele rode livremente. O estator causa variação no campo magnético formado, por conta de seus polos, enquanto o rotor segue o movimento deste campo, buscando alcançar o equilíbrio magnético. Quando o rotor chega à posição de equilíbrio, novamente o estator muda a orientação dos seus polos, fazendo com que o rotor precise encontrar a nova posição de equilíbrio. Esta situação ocorre sucessivamente, levando a um movimento rotativo (MEDINA, 2018).

Existem basicamente dois tipos gerais de motores de passo, os unipolares e os bipolares. Os unipolares utilizam quatro bobinas e a corrente circula por elas em uma direção, enquanto os bipolares utilizam duas bobinas e a corrente muda de direção em função da tensão. É possível diferenciá-los fisicamente pelo número de terminais do motor. Os motores unipolares possuem mais terminais, podendo ser 5, 6 ou 8, pois as suas quatro bobinas podem ser agrupadas em pares, enquanto os motores bipolares, em geral, possuem quatro terminais, sendo dois para cada bobina, como pode ser visualizado na Figura 11 (MEDINA, 2018).

Figura 11 - Esquema ilustrativo de (a) motor de passo bipolar e (b) motor de passo unipolar



Fonte: Medina, 2018.

Para controlar os motores de passo utilizam-se dispositivos eletrônicos denominados *drivers*, que são circuitos que efetuam o acionamento das bobinas. Para utilizar um motor de passo controlado por Arduino, por exemplo, é necessário usar um *driver*, pois não é possível conectar diretamente o motor ao microcontrolador. Um

driver comumente utilizado em conjunto com o Arduino é o A4988, apresentado na Figura 12. O Arduino então controla o motor de passo por meio das saídas digitais ligadas às entradas analógicas do A4988 (MEDINA, 2018).

Figura 12 - *Driver A4988*

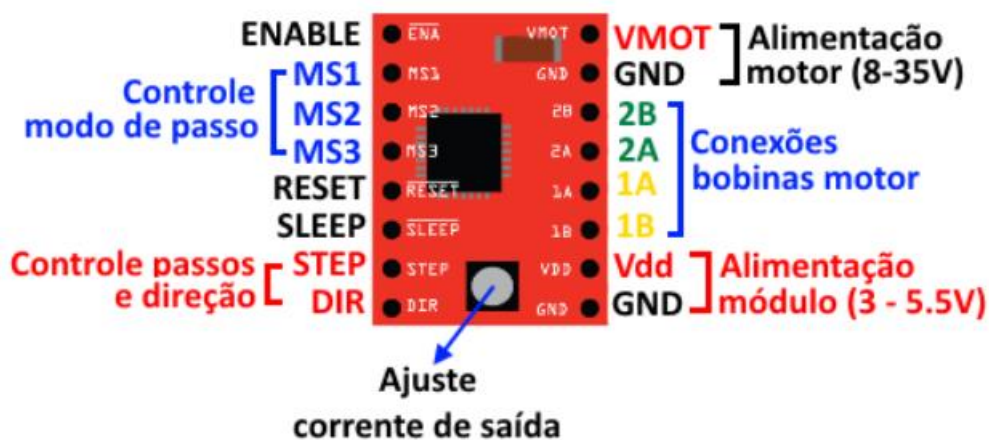


Fonte: Curto circuito, 2019.

O A4988 é um *driver* de motor de micropasso completo para fácil operação. Ele é projetado para operar motores de passo bipolares. Esta interface é ideal para aplicações em que um microprocessador mais complexo não está disponível (ALLEGRO MICROSYSTEMS, 2020).

A distribuição dos pinos do *driver* são divididas em duas seções, uma para os pinos de controle, à esquerda, e outra para os pinos de conexão do motor, à direita, conforme apresentado na Figura 13.

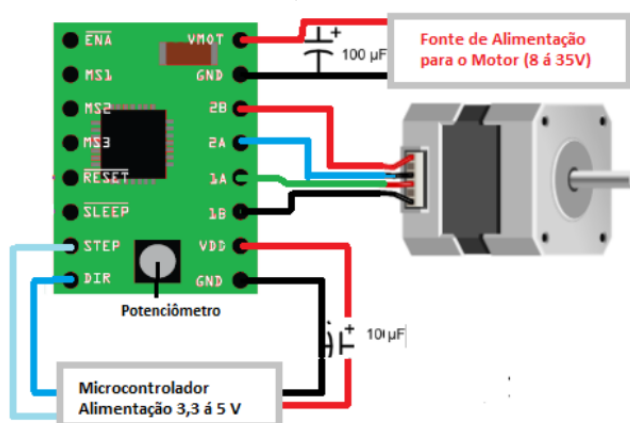
Figura 13 - Módulo *driver* para motor de passo A4988



Fonte: Arduino e cia, 2015.

O pino *STEP* representa o avanço do passo e o *DIR* o sentido da rotação. Os pinos *RESET*, *SLEEP* e *ENABLE* servem para controlar os estados de energia inseridos no chip. O *ENABLE* ativa os *drivers* do motor, o *RESET* reinicia o chip e o *SLEEP* tem o intuito de economizar energia, desabilitando funções internas que não estejam sendo utilizadas. O *driver* se conecta à alimentação lógica do Arduino através dos pinos Vdd e GND, e à fonte de energia pelos pinos VMOT e GND. Os demais pinos, 2B, 2A, 1A e 1B são utilizados para conectar as bobinas do motor. Desta forma, as ligações entre o microcontrolador (Arduino), o *driver* e o motor de passo ficam similares às da Figura 14.

Figura 14 - Conexões entre o *driver* A4988, microcontrolador e motor de passo Nema 17



Fonte: Curto circuito, 2019.

O motor de passo utilizado neste trabalho foi o Nema 17, que é um tipo de motor de passo comumente utilizado em impressoras 3D (ARDUINO E CIA, 2015).

2.5 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Um experimento pode ser definido como uma prova ou série de provas nas quais se fazem diversas mudanças nas variáveis de entrada de um sistema ou processo, para observar e identificar as razões das mudanças que poderão ser observadas na resposta de saída. Em engenharia, a experimentação desempenha um papel importante no desenho de produtos novos, no desenvolvimento de processos de manufatura e no melhoramento de processos (MONTGOMERY, 2004).

Quando tratamos de indústrias químicas ou reações químicas propriamente ditas, é comum surgirem problemas em que precisamos modificar vários parâmetros ao mesmo tempo, e esses parâmetros dependem de diversos fatores experimentais. Para obter a solução desses problemas, podem ser necessários meses de trabalho e um alto custo com salário, análises, equipamentos e reagentes. Porém, os planejamentos experimentais são baseados em princípios estatísticos e possibilitam a obtenção de muitas informações úteis do problema em questão, fazendo uma quantidade mínima de experimentos (BARROS NETO *et al.*, 2010). Além de tornarem os resultados mais eficientes e confiáveis (BRITO *et al.*, 2018).

De acordo com Montgomery (2004), o planejamento de experimentos permite: melhorar o rendimento de um processo; reduzir variabilidades e conformidade mais próxima dos requerimentos nominais ou projetados; redução do tempo de desenvolvimento; redução dos custos globais; avaliar e comparar a configuração de desenhos básicos; avaliar materiais alternativos; selecionar parâmetros do desenho para que o produto tenha um bom funcionamento em uma ampla variedade de condições; e determinar parâmetros chave do desenho do produto que afetam o desempenho do mesmo.

Para planejar os experimentos, algumas técnicas podem ser utilizadas, conforme o Quadro 4 apresenta.

Quadro 4 - Técnicas disponíveis para planejamentos de experimentos

Técnica	Objetivo
Planejamentos fatoriais fracionários	Determinar as variáveis significativas e não significativas.
Planejamentos fatoriais completos	Avaliar quantitativamente a influência dos fatores sobre a resposta de interesse, além da interação entre os fatores.
Modelagem por mínimos quadrados	São os modelos empíricos utilizados também em outras técnicas, que são casos particulares da modelagem por mínimos quadrados.
Metodologia de superfícies de resposta (RSM)	Otimizar o sistema, maximizando ou minimizando algum tipo de resposta.
Simplex sequencial	Chegar ao ponto ótimo, sem a necessidade de construção de um modelo.

Fonte: Barros Neto *et al.*, 2010.

2.5.1 Planejamento Fatorial 2^k

Os planejamentos fatoriais de dois níveis são úteis para determinar quais fatores têm influência ou não sobre a variável de resposta. São considerados os mais simples, pois dois é o número mínimo de níveis que um fator precisa se submeter para observar o resultado que essa variação causa na resposta. Considerando k como os fatores (parâmetros a serem controlados), um planejamento completo de dois níveis precisa de 2^k ensaios diferentes. Os ensaios também podem ser chamados de tratamentos, pois ambos os termos se referem à combinação dos níveis de fatores de controle (GALDÁMEZ, 2002). Um planejamento 2^2 , por exemplo, teria quatro tratamentos com quatro combinações de níveis possíveis. A lista com essas combinações é chamada de matriz de planejamento, e segue exemplificada na Tabela 1 (BARROS NETO *et al.*, 2010).

Tabela 1 - Matriz de planejamento fatorial 2^2

Tratamento	Variável 1	Variável 2
1	-	-
2	+	-
3	-	+
4	+	+

Fonte: Autoria própria.

Os ensaios devem ser realizados em ordem aleatória, para evitar a distorção estatística dos resultados. Se uma parte dos ensaios for realizada durante o dia e outra parte durante a noite, por exemplo, o resultado final pode ser atribuído a um parâmetro que não é o verdadeiro responsável. Portanto, para impedir que fatores previamente desconhecidos afetem os efeitos investigados, a ordem de realização dos experimentos deve ser sorteada. A numeração dos tratamentos, conforme apresentada na Tabela 1, não representa a ordem em que os ensaios serão realizados, é apenas a forma geralmente empregada para identificar as combinações de níveis (BARROS NETO *et al.*, 2010). É comum utilizar programas de computador para auxiliar os experimentadores a selecionar e construir planejamentos experimentais. Estes programas comumente apresentam os ensaios do planejamento já em ordem aleatória (MONTGOMERY, 2004).

É importante agregar pontos centrais aos planejamentos 2^k , pois eles permitem uma estimativa independente do erro que será obtido. Inclusive, se os ensaios não são realizados em réplicas, os pontos centrais podem ser utilizados para estimar o erro. Estes pontos centrais não afetam as estimativas usuais dos efeitos do planejamento. Porém, quando são utilizados, supõe-se que os k fatores são quantitativos (MONTGOMERY, 2004). Por exemplo, se k for temperatura, o nível inferior pode ser 40 °C, o superior 60 °C e o ponto central, 50 °C, pois são valores quantitativos. Se a variável for catalisador, por exemplo, que não é um fator quantitativo, deve-se adotar outra estratégia para definir o ponto central.

Com os resultados dos experimentos realizados, é possível obter o valor dos efeitos que cada fator exerce sobre a variável resposta de interesse, assim como os efeitos de interação entre os fatores sobre a variável resposta. Os efeitos de cada fator isolado são chamados de efeitos principais e os efeitos de dois ou mais fatores combinados são chamados de efeitos de interação.

Também é possível obter o valor de p , comumente chamado de p -valor. Quanto maior o valor de p , menos relação há entre o fator considerado e a variável resposta. Em geral, considera-se o valor de $p=0,05$ como o valor máximo aceitável, pois indica que existem 5% de chance de que a relação entre o fator e a variável resposta analisada seja devido ao acaso, ou seja, há 95% de chance de que aquele fator interfere na variável resposta em questão. Neste trabalho, considerou-se este valor de p , portanto, um efeito será considerado significativo quando seu valor de p for menor que 0,05.

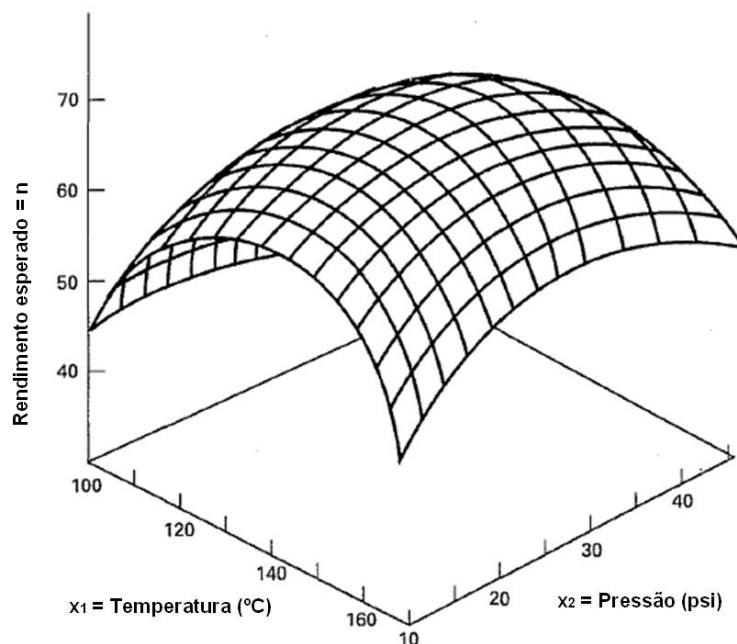
É possível obter outras informações de um planejamento experimental, como o gráfico de Pareto. O software *Statistica* possibilita a obtenção deste gráfico, onde são mostrados os valores de $t(4)$, que é a divisão entre o valor do efeito e o seu desvio padrão, em frente às barras. Além disso, é marcado o limiar de significância dos efeitos, que é uma linha tracejada em vermelho, com um $p=0,05$ escrito logo abaixo do gráfico apresentado pelo software. As barras que ultrapassam esse limiar são dos efeitos significativos, enquanto as que não ultrapassam representam os efeitos não significativos para o intervalo de confiança de 95%. As barras ficam dispostas em uma ordem hierárquica, facilitando a identificação dos parâmetros mais significativos sobre a variável de resposta considerada. Um valor de $t(4)$ positivo significa que aquele parâmetro aumenta a resposta analisada, enquanto um valor negativo significa a diminuição da resposta em questão (SILVA *et al.*, 2015).

Gráficos normais podem ser úteis para distinguir os valores que correspondem aos efeitos dos fatores, de outros valores que são apenas devidos ao ruído. Por meio deles é possível observar os efeitos significativos, independentemente do nível de confiança escolhido. Num gráfico de probabilidade normal, dado pelo software *Statística*, se os pontos forem de uma amostra aleatória pertencente a uma população normal, eles se ajustam a uma reta. Dessa forma, se os efeitos não existirem, os pontos formarão uma reta, porém, os pontos que se afastarem da reta serão estatisticamente significativos. A reta e sua inclinação podem ser estimadas pela visualização do gráfico onde os pontos marcados aparecerão como colineares. Os pontos acima da reta são os efeitos significativos positivos e abaixo da reta os negativos. Uma desvantagem desse gráfico é que sua interpretação é subjetiva, pois a sua conclusão é feita visualmente, o que em alguns casos pode variar de acordo com a percepção e interpretação de quem o analisa (NÓBREGA, 2010).

2.5.2 Metodologia de Superfícies de Resposta (RSM)

O objetivo da metodologia de superfícies de resposta é atingir uma região ótima da superfície investigada, através de duas etapas: modelagem e deslocamento, que podem ser repetidas quantas vezes forem necessárias. A modelagem pode ser feita ajustando as respostas dos planejamentos fatoriais por modelos simples (lineares ou quadráticos, em geral). E o deslocamento é feito de acordo com a modelagem obtida. Onde ocorre a maior inclinação da superfície de resposta, é onde a resposta se dá de forma mais efetiva. Portanto, o deslocamento serve para guiar novos planejamentos e modelagens, na região em que a resposta é melhor, visando chegar ao resultado mais satisfatório possível (BARROS NETO *et al.*, 2010). Em geral, a superfície de resposta é representada graficamente como na Figura 15.

Figura 15 - Superfície de resposta tridimensional onde se indica o rendimento esperado (n) como uma função de temperatura (x_1) e pressão (x_2)



Fonte: Adaptado de Montgomery (2004).

A escolha da faixa inicial dos níveis é muito importante e pode definir a escala e a velocidade com que os experimentos do deslocamento ocorrerão. Esta escolha depende de cada problema, e por vezes, não é conhecida ou facilmente obtida. Em todo caso, não se devem escolher faixas de níveis tão grandes, para não obter regiões exageradas, nem tão pequenas, que não produzam efeitos significativos na resposta (BARROS NETO *et al.*, 2010).

As superfícies de resposta, representadas em três dimensões, assim como as curvas de nível, que são as representações em duas dimensões, facilitam a observação dos parâmetros que aumentam ou diminuem a resposta da variável de interesse. Desta forma, é possível determinar quais os melhores valores para aperfeiçoar um processo. Para gerar uma superfície de resposta ou uma curva de nível, devem ser selecionados dois fatores. Quando mais de dois fatores estão sendo analisados em um planejamento, como ocorre em um planejamento 2^3 , devem ser analisados dois fatores por vez, fixando o terceiro fator, em geral, no ponto central.

3 METODOLOGIA

A metodologia a ser apresentada está organizada nos seguintes tópicos: caracterização do sistema experimental, procedimentos experimentais, planejamento experimental 2³ e experimentos com agitação constante.

3.1 CARACTERIZAÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL

Denomina-se sistema experimental todo o aparato utilizado para realizar os experimentos, ou seja, o reator e todas as partes que o compõem, assim como os demais equipamentos necessários para o seu funcionamento e para a coleta de dados.

O reator utilizado consistiu em um tanque metálico onde ocorre a reação, que possui altura total de 24,5 cm, diâmetro de 18 cm e uma saída no fundo de 2 cm de diâmetro. Uma tampa de 10 cm de altura compõe o sistema, onde está acoplado o motor de passo com o impelidor e um sensor de temperatura. A Fotografia 1 apresenta a vista frontal do reator com a tampa e a saída de fundo.

Fotografia 1 - Vista frontal do reator



Fonte: Autoria própria.

Internamente, o sistema possui uma resistência de 12,5 cm de comprimento e 2 cm de largura, acoplada no lado oposto à saída de fundo, conforme apresentado na Fotografia 2.

Fotografia 2 - Vista interna do reator



Fonte: Autoria própria.

A Tabela 2 apresenta as dimensões do reator e da resistência interna de forma resumida.

Tabela 2 - Dimensões do reator e resistência interna

Parâmetro	Medida (cm)
Altura	24,5
Diâmetro	18
Altura da tampa	10
Diâmetro da saída de fundo	2
Comprimento da resistência	12,5
Largura da resistência	2

Fonte: Autoria própria.

O impelidor interno do reator é do tipo PBT, com duas lâminas laterais com inclinação de aproximadamente 20° cada. A Fotografia 3 exhibe a vista lateral do impelidor, possibilitando a visualização da angulação de uma das lâminas.

Fotografia 3 - Vista lateral de uma das lâminas do impelidor



Fonte: Autoria própria.

O impelidor possui 25 cm de altura de sua parte mais inferior até o acoplamento à tampa do reator, como observado na Fotografia 4. A largura total das lâminas e do eixo é de 13 cm, sendo 6 cm de cada lâmina e 1 cm do eixo. As lâminas possuem 1 cm de altura.

Fotografia 4 - Impelidor acoplado à tampa do reator



Fonte: Autoria própria.

A altura do eixo do impelidor que fica dentro do reator é de 18,5 cm, restando 6 cm entre o impelidor e o fundo do reator. A distância lateral entre as paredes do reator e as lâminas é de 2,5 cm. A Tabela 3 apresenta as dimensões do impelidor de forma resumida.

Tabela 3 - Dimensões do impelidor

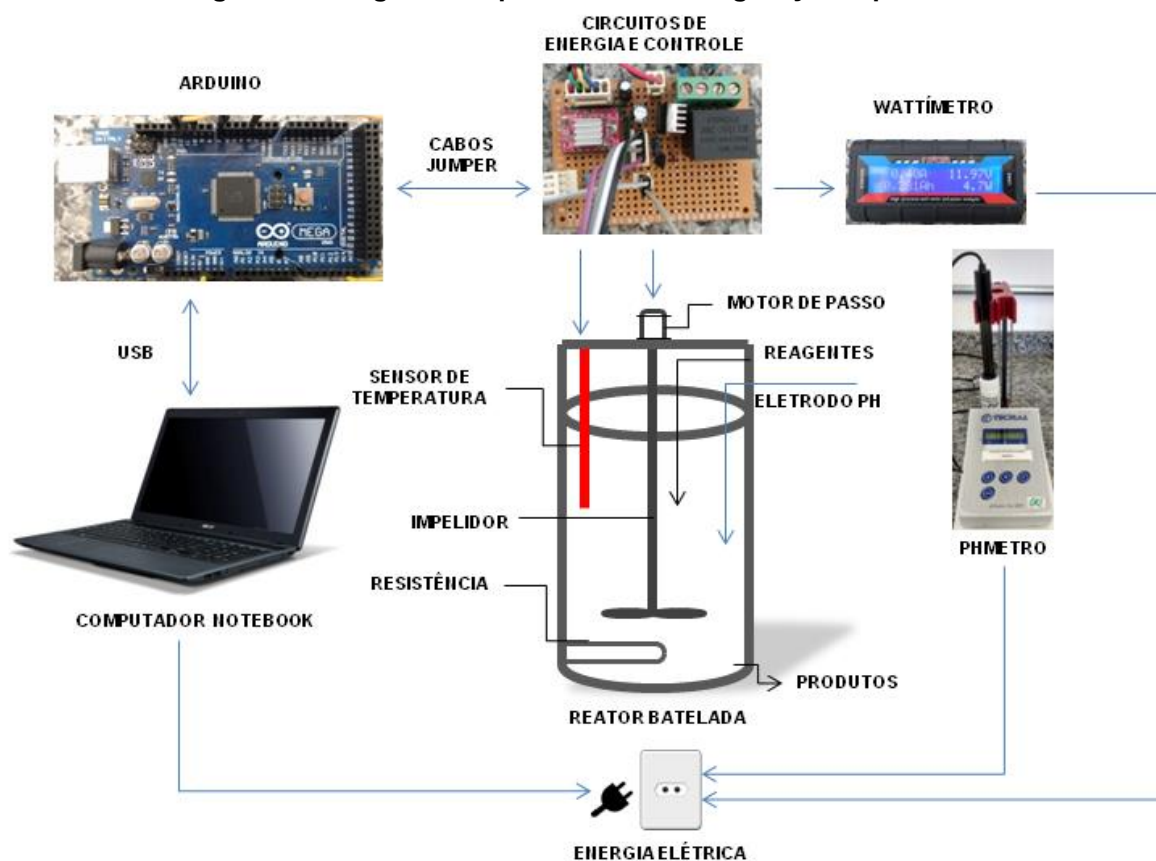
Parâmetro	Medida (cm)
Altura do eixo	25
Largura total (considerando as lâminas)	13
Altura das lâminas	1
Largura de cada lâmina	6
Diâmetro do eixo	1
Altura do impelidor dentro do reator (descontando a distância entre a tampa e o reator)	18,5
Distância entre o fundo do reator e o impelidor	6
Distância entre as lâminas e a parede do reator	2,5

Fonte: Autoria própria

A alimentação do reator foi realizada utilizando béqueres de 2L, balões volumétricos de 2L e provetas de 1L. As soluções de hidróxido de sódio e acetato de etila foram preparadas com hidróxido de sódio (micropérolas) - Dinâmica Química Contemporânea Ltda - Lote: 94525 - dosagem min. 98% e acetato de etila - Cloroquímica Ltda - Lote: 1156, densidade (g/mL a 20 °C) 0,888 a 0,902, com água destilada.

A Figura 16 apresenta o diagrama esquemático da configuração experimental, onde estão os equipamentos e componentes utilizados para a realização dos experimentos, assim como as ligações entre eles.

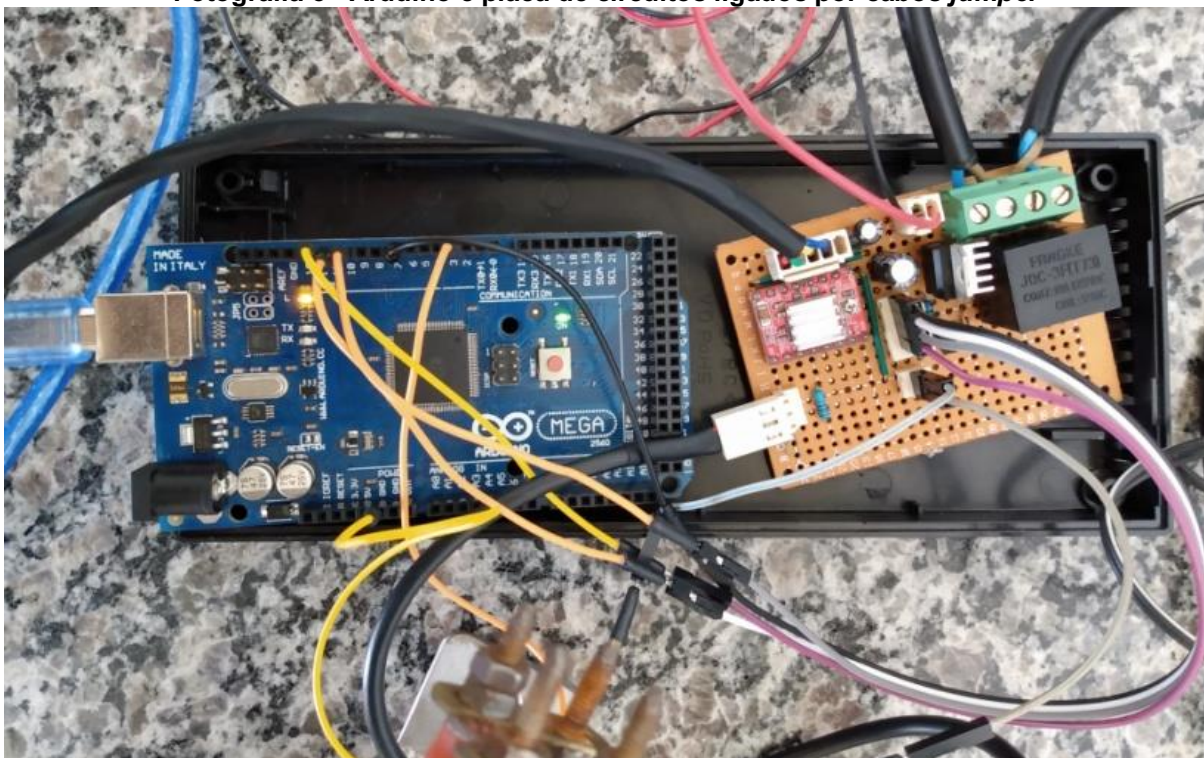
Figura 16 - Diagrama esquemático da configuração experimental



Fonte: Autoria própria.

O reator foi controlado pela placa Arduino - Mega 2560, assim como pela placa de circuitos de energia e controle, ligada a ele através de cabos *jumper*, como pode ser observado na Fotografia 5.

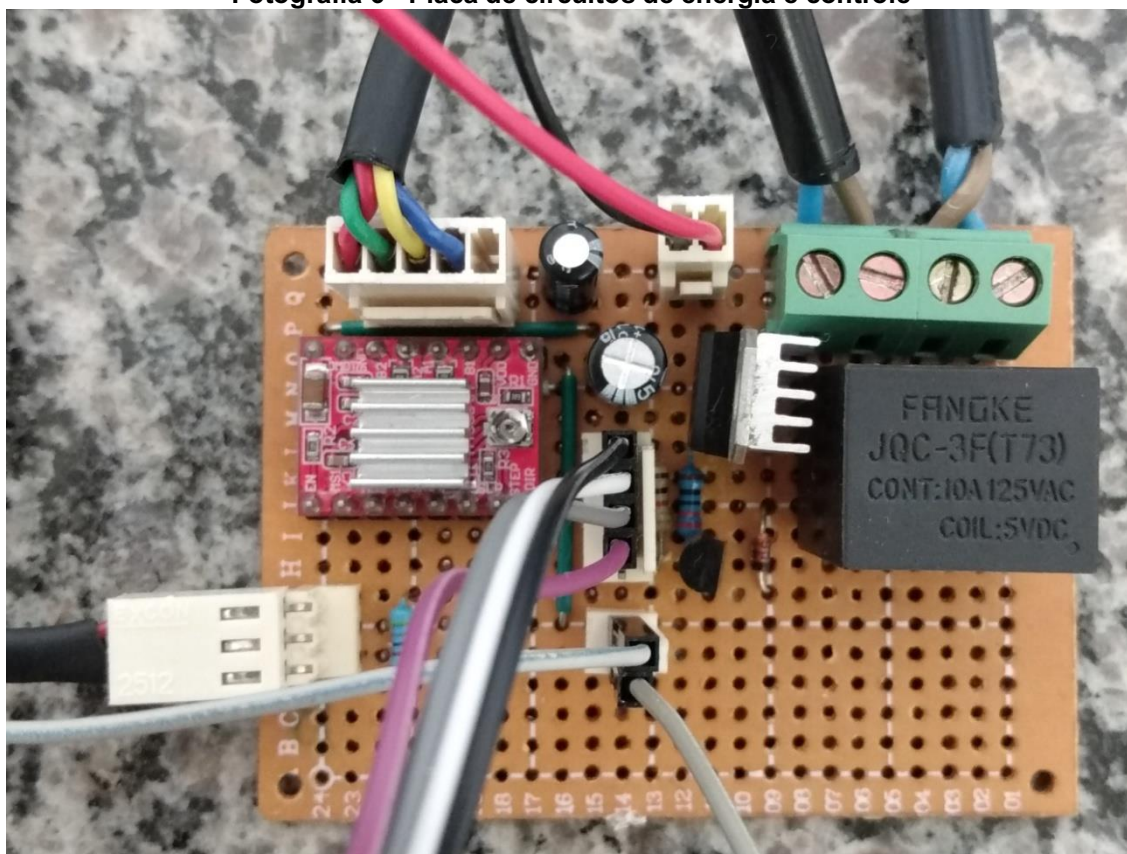
Fotografia 5 - Arduino e placa de circuitos ligados por cabos *jumper*



Fonte: Autoria própria.

O cabo USB (sigla em inglês de *Universal Serial Bus* - Porta Universal, em português) foi conectado a um *notebook* da marca Acer, modelo Aspire 5, onde foi utilizado o software para comunicação com a placa. Além disso, o *notebook* foi utilizado para registrar os valores de pH e gasto de energia elétrica medidos nos tempos determinados.

Para realizar a automatização dos componentes do reator utilizou-se uma placa padrão tipo ilha perfurada, onde um conjunto específico de componentes eletrônicos foi acoplado à placa com ferro de solda e liga de estanho, como apresentado na Fotografia 6.

Fotografia 6 - Placa de circuitos de energia e controle

Fonte: Autoria própria.

Uma fonte de alimentação bivolt foi conectada à placa de circuitos e à tomada, transmitindo a energia elétrica para o funcionamento dos componentes do reator. Entre a conexão da fonte de alimentação com a tomada e a placa de circuitos foi inserido um wattímetro 150A, pois desta forma ele é capaz de medir a quantidade de energia que está passando da alimentação para o reator. A energia gasta pelo reator é composta basicamente pela energia que passa pela placa de acionamentos eletrônicos para o motor de passo. O Arduino e o sensor de temperatura são alimentados através do computador e têm um consumo energético desprezível em relação ao motor de passo.

Para medir o pH da reação utilizou-se um pHmetro de bancada da marca Tecnal - modelo Tec-3MP. O pH foi medido imergindo o eletrodo do equipamento na solução contida no interior do reator, após a calibração do equipamento em soluções padrões. O pH era transmitido no visor com até três casas decimais.

3.1.1 Coleta de Dados de Conversão da Reação

A conversão da reação (X) pode ser calculada pela equação (10) (FOGLER, 2013).

$$X = 1 - \frac{C_A}{C_{A0}} \quad (10)$$

Em que:

- C_A = concentração do reagente limitante;
- C_{A0} = concentração do reagente limitante alimentado.

É possível expressar a concentração de uma espécie em termos de p-função ou p-valor. A p-função mais conhecida é o pH , que é o logaritmo negativo da $[H^+]$, como representado na equação (11) (SKOOG *et al.*, 2006).

$$pH = -\log[H^+] \quad (11)$$

Portanto, é possível obter a concentração de H^+ pela medida do pH , como apresentado na equação (12).

$$[H^+] = 10^{-pH} \quad (12)$$

Como a concentração dos reagentes: acetato de etila e hidróxido de sódio que entram no reator são as mesmas, pode-se considerar apenas a variação de concentração da hidroxila, que equivale à variação de concentração do hidróxido de sódio. Para isso, é necessário correlacionar o pH e o pOH , conforme a equação (13) (ATIKINS e JONES, 2012).

$$pH + pOH = 14 \quad (13)$$

Isolando o pOH na equação 13 e igualando ao logaritmo negativo de $[OH^-]$, de maneira análoga ao que ocorre no pH , temos a equação (14).

$$pOH = 14 - pH = -\log[OH^-] \quad (14)$$

Por fim, a concentração de OH^- em solução é dada pela equação (15).

$$[OH^-] = 10^{-pOH} \quad (15)$$

Relacionando com os termos da equação (10), C_A será a $[OH^-]$ no reator e C_{A0} a $[OH^-]$ do hidróxido de sódio no tempo zero da reação.

Desta forma, medindo o pH do hidróxido de sódio e da reação nos períodos estipulados, foi possível calcular C_A e C_{A0} e, com isso, calcular a conversão da reação.

3.2 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Para realizar os experimentos deste trabalho foram preparadas soluções de hidróxido de sódio e acetato de etila com água destilada, ambas na concentração de 0,1 mol/L. Em todos os experimentos utilizou-se a proporção 1 pra 1 de hidróxido de sódio e acetato de etila, ou seja, se a mistura reacional fosse de 2,5L utilizar-se-ia 1,25L de hidróxido de sódio e 1,25L de acetato de etila.

O pH da reação no interior do reator, assim como a energia gasta pelo reator, foram medidos de 1 em 1 minuto, nos primeiros 15 minutos, tendo em vista que a reação poderia ocorrer rapidamente neste período, de 5 em 5 minutos de 15 a 60 minutos, e de 10 em 10 minutos, dos 60 minutos em diante.

O tempo total para a realização das reações foi determinado a partir do primeiro experimento. Quando o pH passou a ter nenhuma ou uma variação muito pequena entre uma medida e outra, e atingiu-se um rendimento considerado satisfatório, finalizou-se o experimento.

3.3 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL 2^3

Para avaliar os efeitos das variáveis: nível de preenchimento, velocidade de agitação e intermitência da agitação sobre a energia elétrica gasta durante a reação e a conversão atingida, realizou-se um planejamento experimental 2^3 . Onde 2 representa o número de níveis utilizados e 3 os parâmetros analisados. O número de experimentos realizados é o resultado de 2^3 , ou seja, 8 experimentos. Como os fatores

avaliados são quantitativos, não há dificuldade em realizar os experimentos com pontos centrais. Portanto, além dos 8 experimentos, foram realizados mais 3 nos pontos centrais, totalizando 11 experimentos. A Tabela 4 apresenta as configurações para cada tratamento na ordem padrão, sendo o sinal (+) a representação do nível superior para cada parâmetro avaliado, o sinal (-) o nível inferior e (0) o ponto central.

Tabela 4 - Matriz do planejamento experimental 2^3 com três pontos centrais (variáveis codificadas)

Ordem padrão	Nível de preenchimento (L)	Velocidade de agitação (rpm)	Intermitência da agitação (s)
1	-	-	-
2	+	-	-
3	-	+	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	+	-	+
7	-	+	+
8	+	+	+
9	0	0	0
10	0	0	0
11	0	0	0

Fonte: Autoria própria.

Os níveis escolhidos para o fator nível de preenchimento foram de 2,5L, 3,5L e 4,5L (nível inferior, ponto central e nível superior). Optou-se por estes valores, pois com 5L de preenchimento o reator fica muito cheio, e o impelidor fica mais distante da parte superior do fluido. Já com o nível de 2,5L a parte superior do fluido fica próxima do agitador, porém, ainda é possível inserir o pHmetro no reator sem tocar no impelidor. Se fosse utilizado um volume abaixo de 2,5L não seria possível colocar o pHmetro em contato com o fluido sem que este colidisse com o impelidor. Além disso, um volume de 2L, por exemplo, já ficaria abaixo do impelidor. Por estas razões foram selecionados os níveis de preenchimento do reator com dois litros de diferença entre o nível inferior e superior, o que resulta em um litro de diferença entre cada um dos níveis, considerando os pontos centrais.

Para definir os níveis das velocidades de agitação do impelidor, levou-se em conta que a maior velocidade possível que o motor de passo que controla o impelidor alcança é de 156 rpm. Desta forma, definiu-se o nível superior como 150 rpm, por

estar próximo da velocidade máxima alcançada, e optou-se por um intervalo de 100 rpm entre o nível inferior e superior. Assim, foram definidos os níveis de 50, 100 e 150 rpm para o nível inferior, ponto central e nível superior, respectivamente.

Na intermitência da agitação definiu-se primeiramente que o agitador funcione durante 10 segundos e então seu funcionamento seja interrompido durante o tempo estipulado para cada nível. Estipularam-se os tempos de: 2, 6 e 10 segundos para o nível inferior, ponto central e nível superior, respectivamente. Desta forma, o impelidor funcionava durante 10 segundos e parava durante 2 segundos no caso do nível inferior, por exemplo, e assim sucessivamente nos outros níveis.

Os ensaios foram realizados em ordem aleatória, como pode ser observado na Tabela 5. Os tratamentos 9, 10 e 11 da ordem padrão estão com a letra C entre parênteses, representando que os mesmos compõem os pontos centrais do planejamento.

Tabela 5 - Ordem dos ensaios do planejamento experimental 2³ com três pontos centrais

Ensaio	Ordem padrão	Nível de preenchimento (L)	Velocidade de agitação (rpm)	Intermitência da agitação (s)
1	8	4,5	150	10
2	2	4,5	50	2
3	5	2,5	50	10
4	7	2,5	150	10
5	3	2,5	150	2
6	6	4,5	50	10
7	10 (C)	3,5	100	6
8	1	2,5	50	2
9	9 (C)	3,5	100	6
10	4	4,5	150	2
11	11 (C)	3,5	100	6

Fonte: Autoria própria.

O software *Statistica* foi utilizado para a obtenção dos dados estatísticos pertinentes dos experimentos.

3.4 EXPERIMENTOS COM AGITAÇÃO CONSTANTE

Como no planejamento experimental todos os experimentos foram realizados variando o tempo de intermitência da agitação, foram realizados mais 3 experimentos com agitação constante, em duplicata, para comparar com os realizados anteriormente. Para isto fixou-se a velocidade de agitação em 50 rpm e testou-se os 3 níveis de preenchimento do reator: 2,5L, 3,5L e 4,5L, como apresentado na Tabela 6.

Tabela 6 - Ensaio com agitação constante

Ensaio	Nível de preenchimento (L)	Velocidade de agitação (rpm)
1	2,5	
2	3,5	50
3	4,5	

Fonte: Autoria própria.

Optou-se por utilizar a menor velocidade de agitação partindo do pressuposto de que ela poderia gastar menos energia elétrica que as demais. Assim, ficaria demonstrado se a intermitência possui maior influência no gasto de energia elétrica e na conversão, que a velocidade de agitação e o nível de preenchimento.

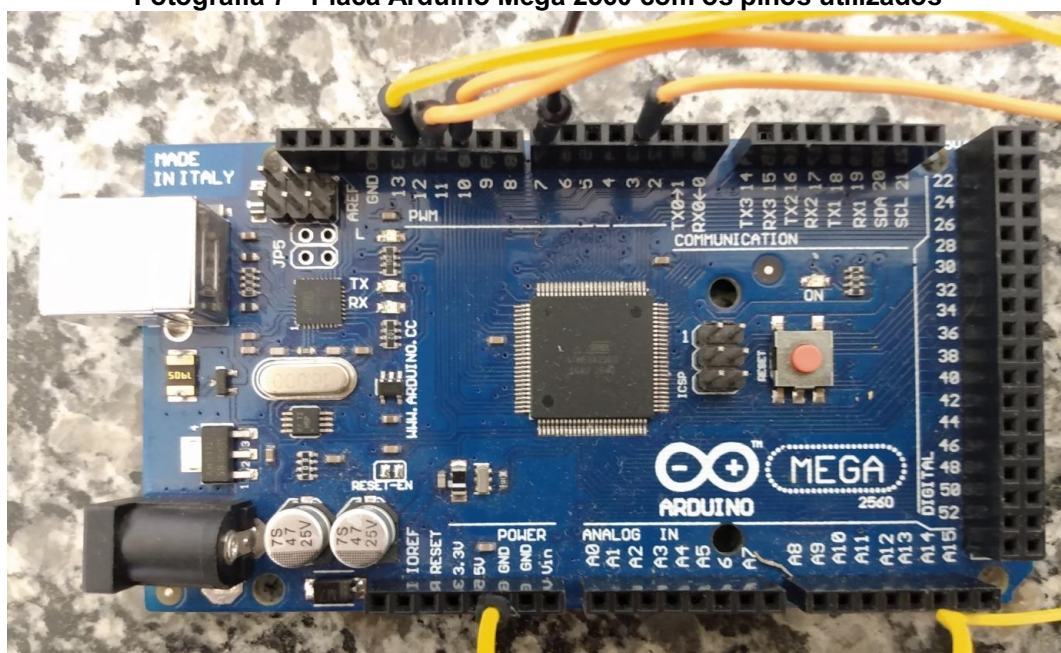
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este capítulo apresenta os resultados do funcionamento do reator batelada, em seguida as análises dos experimentos através do planejamento experimental ²³ considerando as variáveis de resposta: energia (Wh) e conversão (%), os resultados dos experimentos com agitação constante e a comparação dos experimentos realizados.

4.1 FUNCIONAMENTO DO REATOR BATELADA

No IDE do Arduino, foi inserido o programa criado para controlar os componentes do reator, que está descrito no Apêndice A. O motor de passo foi ligado pelos pinos 10 (*STEP*), 11 (*DIR*) e 12 (*SLEEP*), a resistência pelo pino 7 e o sensor de temperatura pelo pino 3 e GND, como pode ser observado na Fotografia 7. Apesar de a resistência estar programada para utilização, optou-se por não utilizá-la, mas sim realizar os experimentos em temperatura ambiente.

Fotografia 7 - Placa Arduino Mega 2560 com os pinos utilizados



Fonte: Autoria própria.

No programa estão definidos outros pinos além destes, mas como não seriam utilizados para os experimentos não foram inseridos no Arduino.

No *monitor serial* do Arduino software foram inseridos os valores de velocidade de agitação do motor de passo, em rpm. Também no *monitor serial* foi possível averiguar a temperatura da mistura reacional medida pelo sensor de temperatura.

4.2 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL 2³

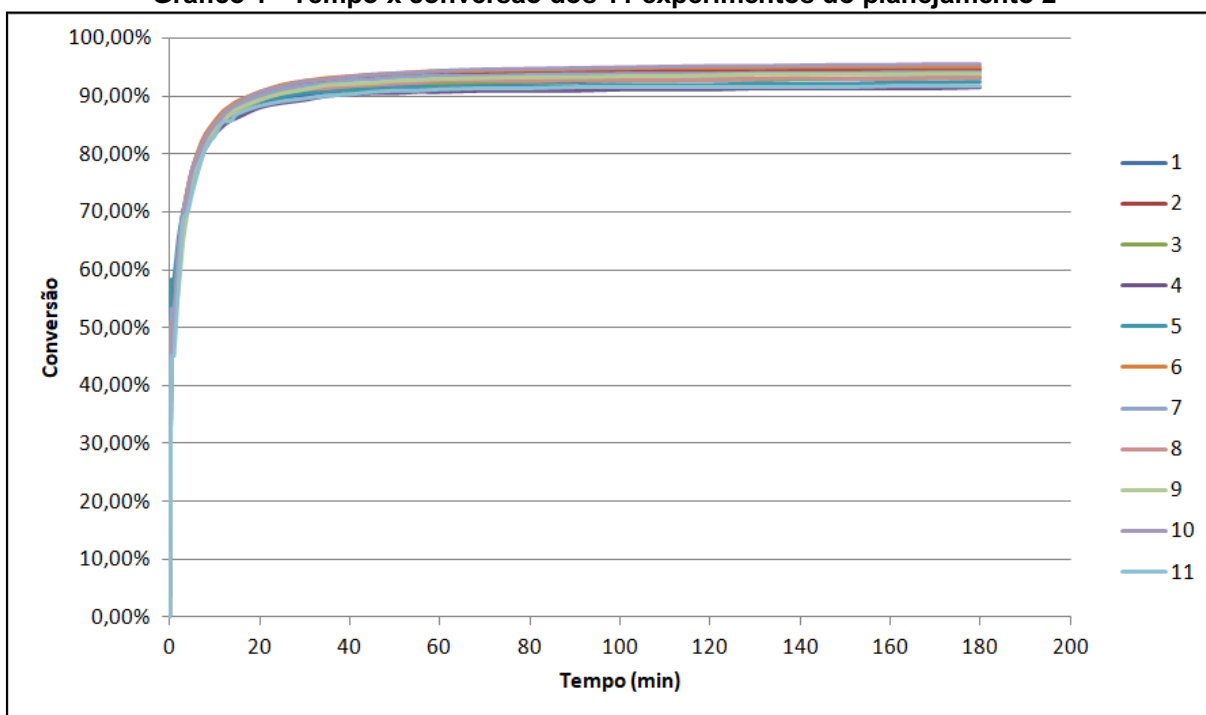
Os ensaios do planejamento experimental foram conduzidos num tempo de 3 horas cada. As temperaturas ficaram, em média, em 24 °C nos ensaios 9 e 10 e em 25 °C nos demais ensaios. A Tabela 7 apresenta a matriz do planejamento experimental com os resultados obtidos de energia (Wh) e conversão (%).

Tabela 7 - Matriz do planejamento experimental

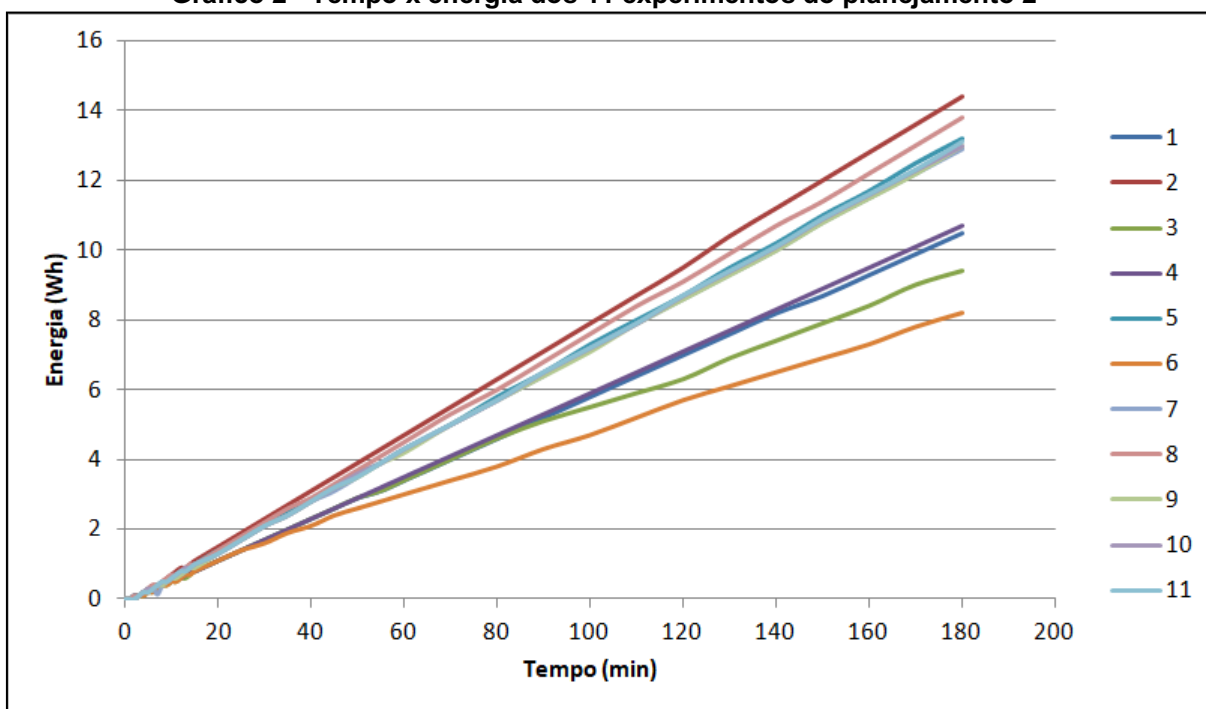
Ensaio	Fatores			Respostas	
	Nível de preenchimento (L)	Velocidade de agitação (rpm)	Intermitência da agitação (s)	Energia (Wh)	Conversão (%)
1	4,5	150	10	10,5	93,24
2	4,5	50	2	14,4	94,50
3	2,5	50	10	9,4	93,24
4	2,5	150	10	10,7	91,49
5	2,5	150	2	13,2	92,59
6	4,5	50	10	8,2	94,99
7	3,5	100	6	12,9	94,11
8	2,5	50	2	13,8	93,08
9	3,5	100	6	13	93,83
10	4,5	150	2	13	95,53
11	3,5	100	6	13,1	91,68

Fonte: Autoria própria.

Os resultados de tempo x conversão dos experimentos estão dispostos no Gráfico 1. Observa-se que a conversão aumenta rapidamente nos minutos iniciais, com crescimento menos significativo após os 40 minutos de reação. Nota-se que todos os experimentos tiveram resultados semelhantes quanto à conversão.

Gráfico 1 - Tempo x conversão dos 11 experimentos do planejamento 2³

Os resultados de tempo x energia dos experimentos estão dispostos no Gráfico 2. Observa-se que a variação de energia em relação ao tempo é praticamente linear, aumentando a quantidade de energia elétrica gasta conforme aumenta o tempo de reação. Porém, diferentemente do gráfico de conversão, neste caso os resultados foram mais distintos uns dos outros. Sendo que o experimento com o menor consumo de energia foi o 6, com 8,2Wh, e o de maior consumo o 2, com 14,4Wh.

Gráfico 2 - Tempo x energia dos 11 experimentos do planejamento 2³

As tabelas completas com todos os valores medidos de conversão e energia para cada tempo podem ser visualizadas no Apêndice B, nas Tabelas i e iii.

O primeiro experimento foi realizado com 4,5L de volume da mistura reacional, velocidade de 150 rpm e o impelidor funcionando durante 10 segundos e parando outros 10 segundos, sucessivamente. Aos 30 minutos de reação a conversão chegou a 90,23%, sendo gastos 1,7Wh de energia até esse momento. Após o tempo total da reação (180 minutos) a conversão chegou a 93,24% e a energia elétrica gasta foi de 10,5Wh.

O experimento 2 foi realizado com 4,5L de volume da mistura reacional, velocidade de 50 rpm e o impelidor funcionando durante 10 segundos e parando por 2 segundos, repetidamente. Aos 20 minutos de reação a conversão chegou a 90,23%, sendo gastos 1,5Wh de energia até esse momento. Após as 3 horas de reação a conversão chegou a 94,50% e a energia elétrica gasta foi de 14,4Wh.

O terceiro ensaio foi realizado com o nível de preenchimento em 2,5L, velocidade do impelidor de 50 rpm, funcionando durante 10 segundos e parando por outros 10 segundos, sucessivamente. Aos 25 minutos de reação a conversão chegou a 90,45%, sendo gastos 1,4Wh de energia elétrica até esse momento. Ao fim da reação (180 minutos) a conversão alcançou o percentual de 93,24% e a energia gasta durante esse período foi de 9,4Wh.

O experimento 4 foi realizado com 2,5L de preenchimento do reator, velocidade do impelidor de 150 rpm, funcionando durante 10 segundos e parado durante 10 segundos, repetidamente. Aos 35 minutos de reação alcançou-se 90% da conversão, sendo gastos 2Wh de energia nesse período. Após as 3 horas de reação a conversão foi de 91,49% e a energia gasta durante esse período foi de 10,7Wh.

O quinto ensaio foi realizado com o nível de preenchimento em 2,5L, velocidade do impelidor de 150 rpm, funcionando durante 10 segundos e sem funcionamento durante 2 segundos, e assim por diante. Aos 25 minutos de reação a conversão chegou a 90%, sendo gastos 1,7Wh de energia elétrica até esse momento. Aos 180 minutos a conversão alcançou o percentual de 92,59% e a energia gasta durante esse período foi de 13,2Wh.

O experimento 6 foi realizado com 4,5L do reator preenchidos, velocidade do impelidor de 50 rpm, funcionando durante 10 segundos e parado durante 10 segundos, repetidamente. Aos 20 minutos de reação alcançou-se 90,67% da conversão, sendo gastos 1,1Wh de energia nesse período. Após as 3 horas de reação a conversão foi de 94,99% e a energia gasta durante esse período foi de 8,2Wh.

O sétimo ensaio foi realizado com o nível de preenchimento do reator em 3,5L, velocidade do impelidor de 100 rpm, funcionando durante 10 segundos e sem funcionamento durante 6 segundos, e assim sucessivamente. Aos 20 minutos de reação a conversão chegou a 90%, sendo gastos 1,3Wh de energia elétrica até esse momento. Ao fim da reação (180 minutos) a conversão alcançou o percentual de 94,11% e a energia gasta durante esse período foi de 12,9Wh.

O experimento 8 foi realizado com 2,5L do reator preenchidos, velocidade do impelidor de 50 rpm, funcionando durante 10 segundos e parado durante 2 segundos, repetidamente. Aos 25 minutos de reação alcançou-se 90,45% da conversão, sendo gastos 1,8Wh de energia nesse período. Após as 3 horas de reação a conversão foi de 93,08% e a energia elétrica gasta com o funcionamento do reator durante esse período foi de 13,8Wh.

O nono ensaio foi realizado com o nível de preenchimento do reator em 3,5L, velocidade do impelidor de 100 rpm, funcionando durante 10 segundos e sem funcionamento durante 6 segundos, e assim sucessivamente. Aos 25 minutos de reação a conversão chegou a 90,45%, sendo gastos 1,7Wh de energia elétrica até esse momento. Aos 180 minutos a conversão alcançou o percentual de 93,83% e a energia gasta durante esse período foi de 13Wh.

O experimento 10 foi realizado com 4,5L do reator preenchidos, velocidade do impelidor de 150 rpm, funcionando durante 10 segundos e parado durante 2 segundos, repetidamente. Aos 20 minutos de reação alcançou-se 90,67% da conversão, sendo gastos 1,3Wh de energia nesse período. Após as 3 horas de reação a conversão final foi de 95,53% e a energia elétrica gasta com o funcionamento do reator durante esse período foi de 13Wh.

O décimo primeiro ensaio foi realizado com o nível de preenchimento do reator em 3,5L, velocidade do impelidor de 100 rpm, funcionando durante 10 segundos e sem funcionamento durante 6 segundos, e assim por diante. Aos 35 minutos de reação a conversão chegou a 90%, sendo gastos 2,4Wh de energia elétrica até esse momento. Ao fim da reação (180 minutos) a conversão alcançou o percentual de 91,68% e a energia gasta durante esse período foi de 13,1Wh.

O ensaio 6, com 4,5L de volume reacional, 50 rpm de velocidade de agitação e 10 s de intermitência de agitação foi considerado o mais satisfatório, pois alcançou o menor valor de energia (Wh) gasta, 8,2Wh, com uma conversão de 94,99%, a segunda maior de todos os experimentos. O maior valor de conversão, 95,53% foi alcançado no ensaio 10, com 3,5L de volume reacional, 100 rpm de velocidade de agitação e 6 s de intermitência do agitador, sendo esta conversão bem próxima à obtida pelo ensaio 6. Os ensaios com gastos de energia maiores foram os que a intermitência da agitação durava apenas 2 s. O que demonstra a eficácia da agitação intermitente na redução do consumo de energia elétrica, que é muito importante industrialmente, pois reduz os gastos com o processo, podendo diminuir o custo do produto final ou aumentar o lucro obtido.

Com os resultados experimentais foram realizadas duas análises estatísticas, uma considerando a energia como a variável de resposta e outra a conversão.

4.2.1 Variável de Resposta: Energia (Wh)

Os valores de energia gastos durante as 3 horas de duração da reação variaram entre 8,2 e 14,4Wh. O que é uma diferença considerável, uma vez que o maior valor está 75% acima do menor. Para verificar qual dos fatores avaliados foi preponderante para ocasionar esta diferença, foi realizada a análise dos dados obtidos no *Statistica*. Os efeitos estimados, assim como os p-valores para cada fator e para a combinação dos fatores estão descritos na Tabela 8.

Tabela 8 - Efeitos estimados e p-valores considerando a energia (Wh) como variável de resposta

Fator	Efeito	p
(1) Nível de preenchimento (L)	-0,25 ± 0,742	0,753
(2) Velocidade de agitação (rpm)	0,40 ± 0,742	0,618
(3) Intermitência da agitação (s)	-3,90 ± 0,742	0,006
1 com 2	0,05 ± 0,742	0,949
1 com 3	-0,45 ± 0,742	0,577
2 com 3	1,40 ± 0,742	0,132

Fonte: Autoria própria.

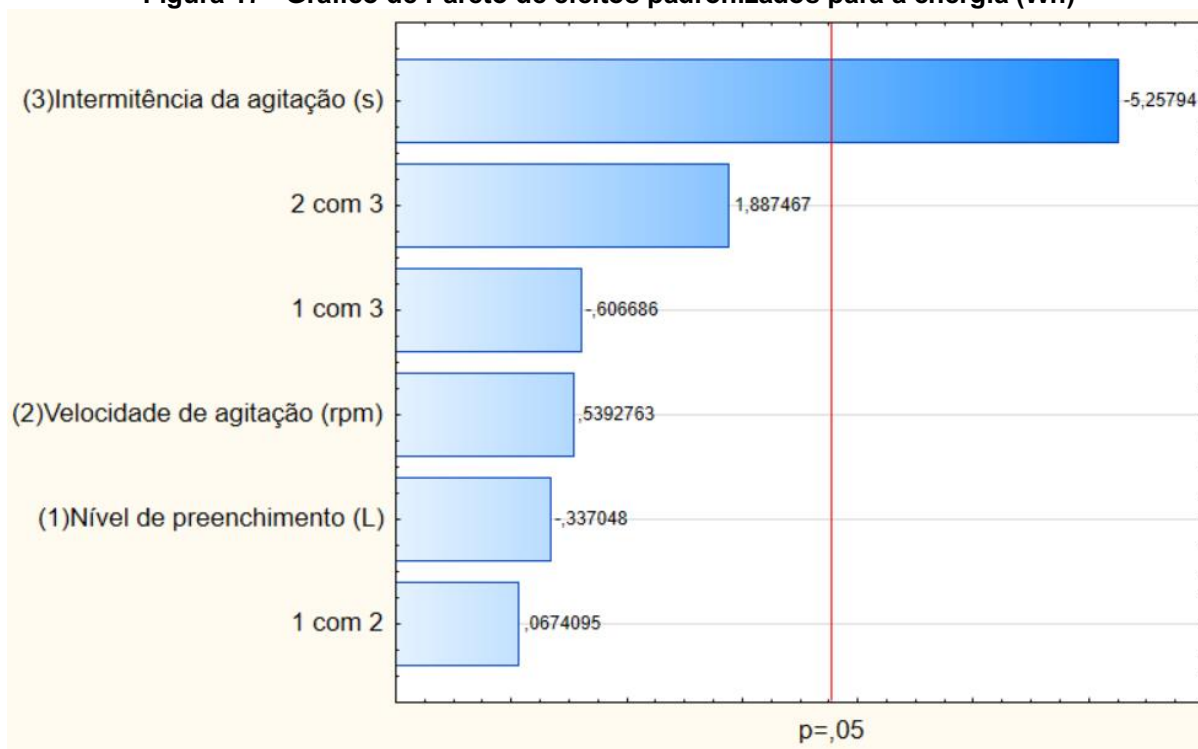
Quanto aos efeitos principais, o valor do efeito do nível de preenchimento indica que a energia elétrica gasta para que a reação ocorra diminua 0,25Wh em média quando o preenchimento do reator passa do nível inferior (2,5L) para o nível superior (4,5L). O valor do efeito da velocidade de agitação indica que a energia aumenta 0,40 Wh em média quando a velocidade passa do nível inferior (50 rpm) para o nível superior (150 rpm). Quando a intermitência da agitação passa do nível inferior (2 segundos) para o nível superior (10 segundos) a energia decresce, em média, 3,90Wh.

Quanto aos efeitos de interação, a interação dos fatores 1 com 2 representa o efeito entre o nível de preenchimento e a velocidade de agitação, que combinados representam um acréscimo médio de 0,05Wh de energia. Os fatores combinados 1 com 3 representam o efeito entre o nível de preenchimento e a intermitência da agitação, que combinados representam, em média, um decréscimo de 0,45Wh no consumo energético. A interação dos fatores 2 com 3 representa o efeito entre a velocidade e a intermitência da agitação, que combinados apresentam um aumento de 1,40Wh de energia elétrica gasta durante a reação.

O erro padrão para todos os efeitos foi de 0,742Wh, ou seja, as médias dos valores dos efeitos principais e de interação sobre a energia elétrica gasta durante a reação podem ser 0,742Wh abaixo ou acima do valor estimado.

O efeito mais pronunciado, em módulo, foi o da intermitência da agitação. Ou seja, a intermitência da agitação foi o fator que mais influenciou para que ocorresse o decréscimo do gasto de energia. Isto pode ser comprovado, verificando-se o valor de p que consta na Tabela 8, e pode ser melhor visualizado no gráfico de Pareto da Figura 17.

Figura 17 - Gráfico de Pareto de efeitos padronizados para a energia (Wh)

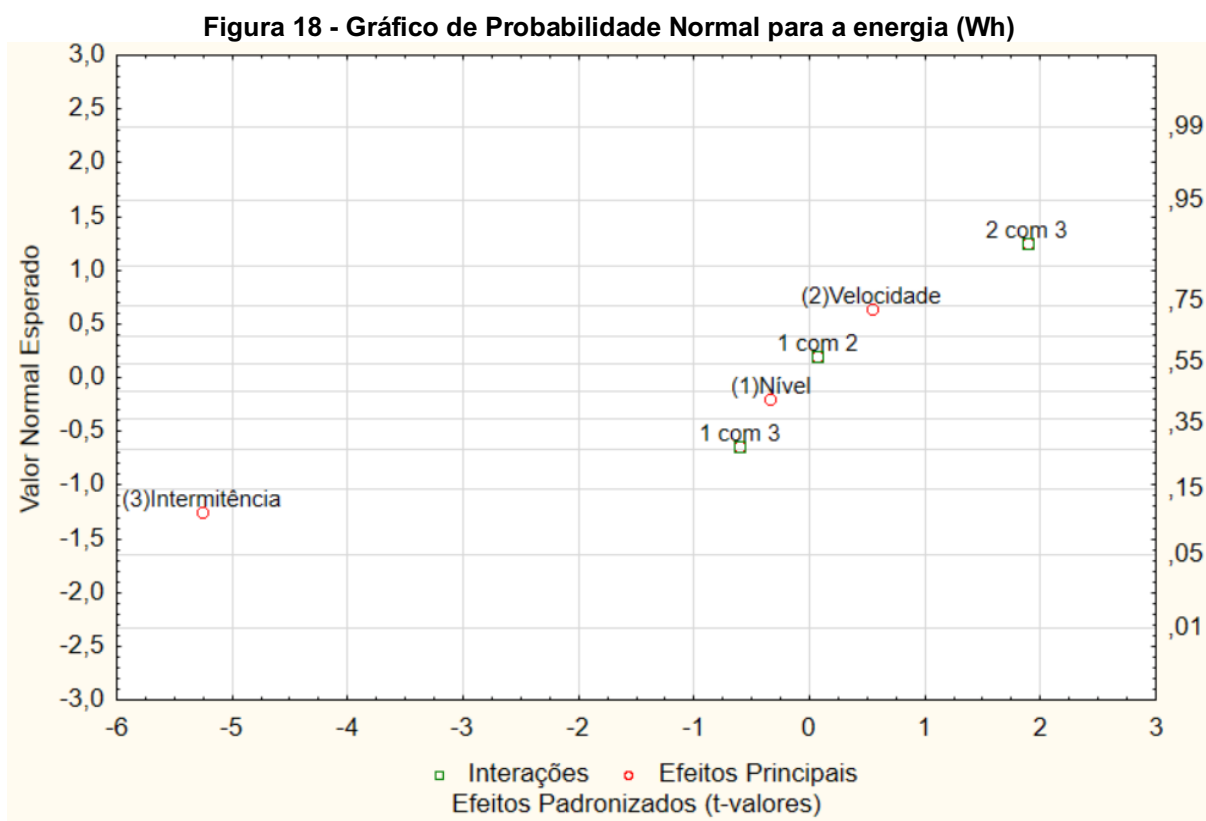


Fonte: Autoria própria.

O gráfico apresenta os fatores que mais interferiram na energia gasta durante a reação, do maior para o menor. O único fator que pode ser considerado significativo com 95% de confiança é a intermitência da agitação, com $p=0,006$. Portanto, é o fator que mais influencia para que haja economia de energia no processo reacional. Em seguida está a combinação da velocidade e intermitência de agitação, depois a combinação entre o nível de preenchimento e a intermitência, seguidos da velocidade de agitação, nível de preenchimento e da combinação entre o nível e a velocidade de agitação.

O gráfico de probabilidade normal é apresentado na Figura 18, onde é possível observar que os fatores (2)velocidade, 1 com 2 - combinação de nível e velocidade, (1)nível e 1 com 3 - nível e intermitência combinados são colineares, formando uma reta imaginária entre eles. Por este gráfico é possível observar que a intermitência da agitação é mais significativa e que a combinação da velocidade e intermitência também é significativa, porém, em menor proporção, por estar mais próxima da reta imaginária formada pelos outros fatores. A intermitência encontra-se abaixo da reta, ou seja, possui valor negativo e ocasiona a diminuição da variável resposta, que neste caso é a energia elétrica gasta. Enquanto a combinação de

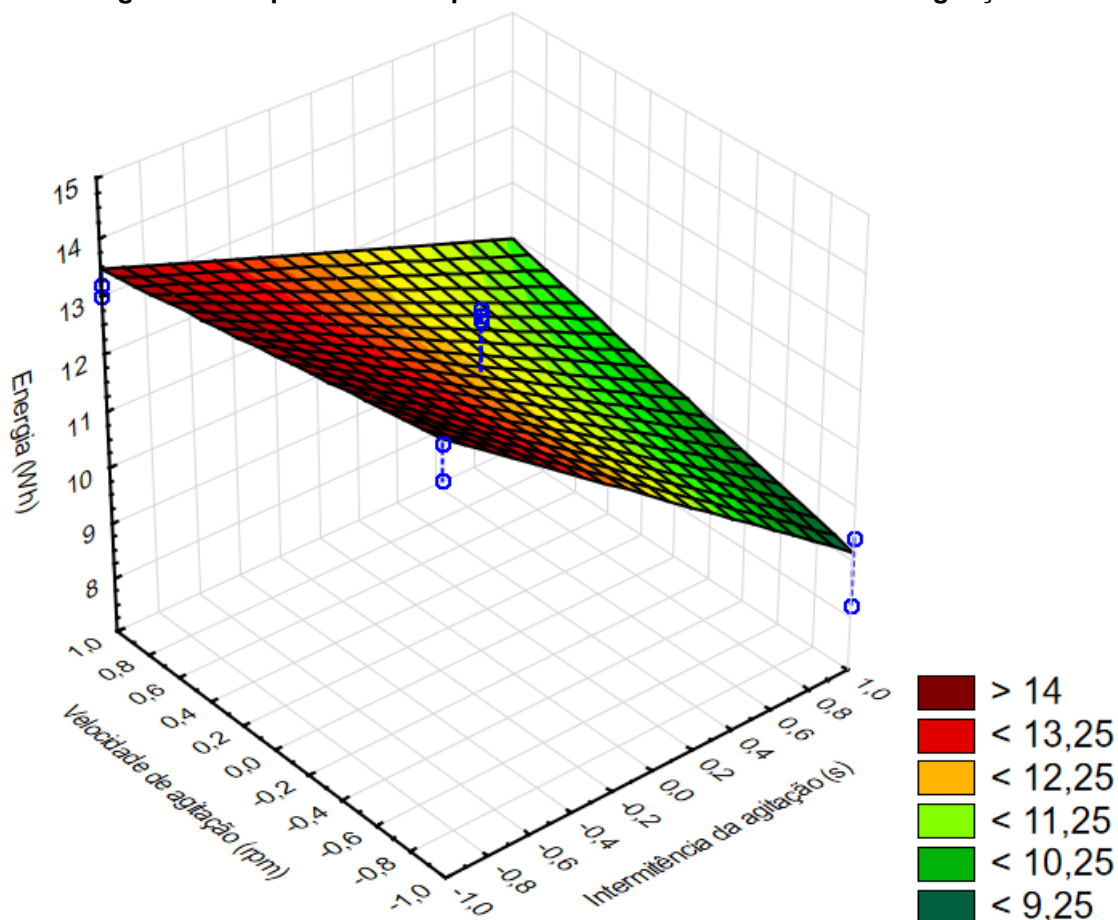
velocidade e intermitência encontra-se acima da reta, ocasionando o aumento da energia gasta.



Fonte: Autoria própria.

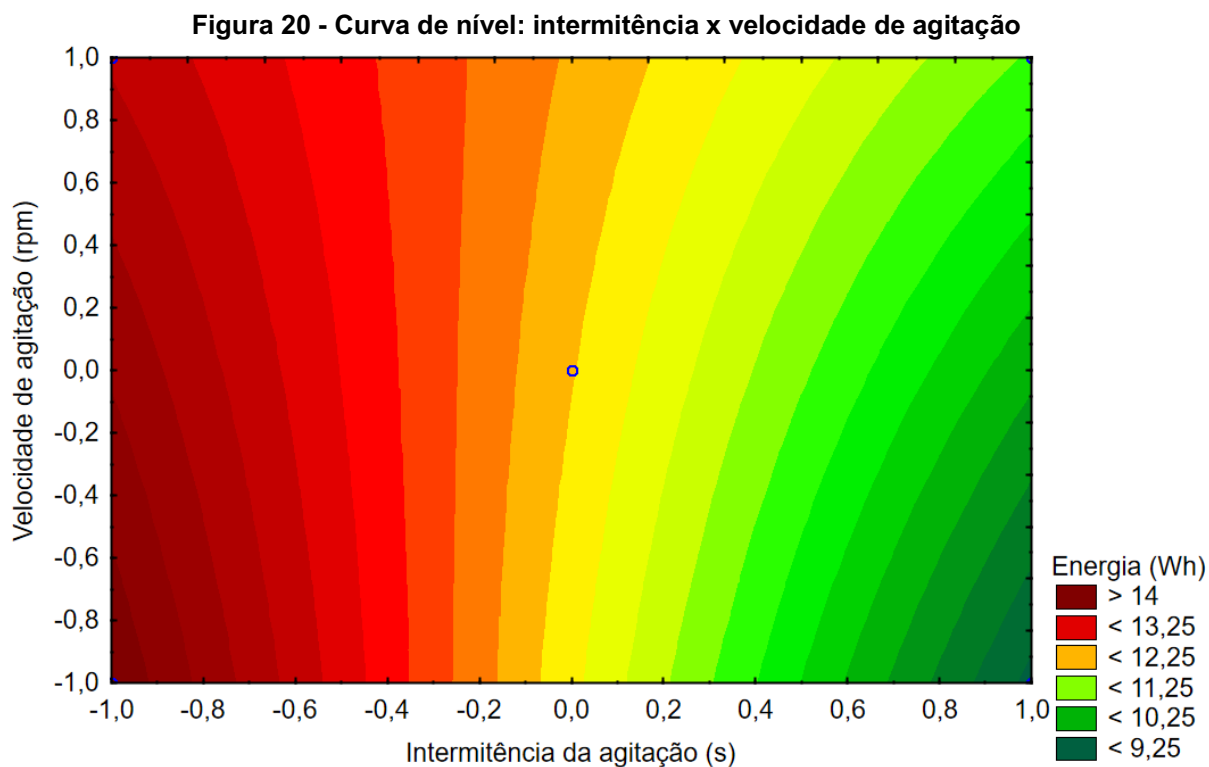
Em todas as superfícies de resposta obtidas os eixos x e y apresentam as variáveis codificadas, apenas o eixo z apresenta os valores das variáveis reais. A Figura 19 apresenta a superfície de resposta da intermitência da agitação (s) no eixo x *versus* a velocidade de agitação (rpm) no eixo y, com a variável de resposta energia (Wh) no eixo z. Como nas superfícies de resposta só é possível observar dois fatores simultaneamente, é necessário determinar o nível em que o outro fator se encontra. Portanto, o nível de preenchimento (L) foi mantido no ponto central e gerou-se esta superfície de resposta. Como neste caso o interesse é minimizar o gasto de energia elétrica, as cores mais frias, próximas do verde, são as desejadas, e as mais quentes, próximas do vermelho, são as indesejadas. Pela figura, é possível visualizar que a melhor resposta foi alcançada com a intermitência no nível superior (10 s em funcionamento e 10 s com o agitador em repouso) e com a velocidade no nível inferior (50 rpm). Desta forma, o gasto de energia foi inferior a 9,25Wh. Nota-se que a inclinação da superfície é considerável, variando de 9 a 14Wh, aproximadamente.

Figura 19 - Superfície de resposta: intermitência x velocidade de agitação



Fonte: Autoria própria.

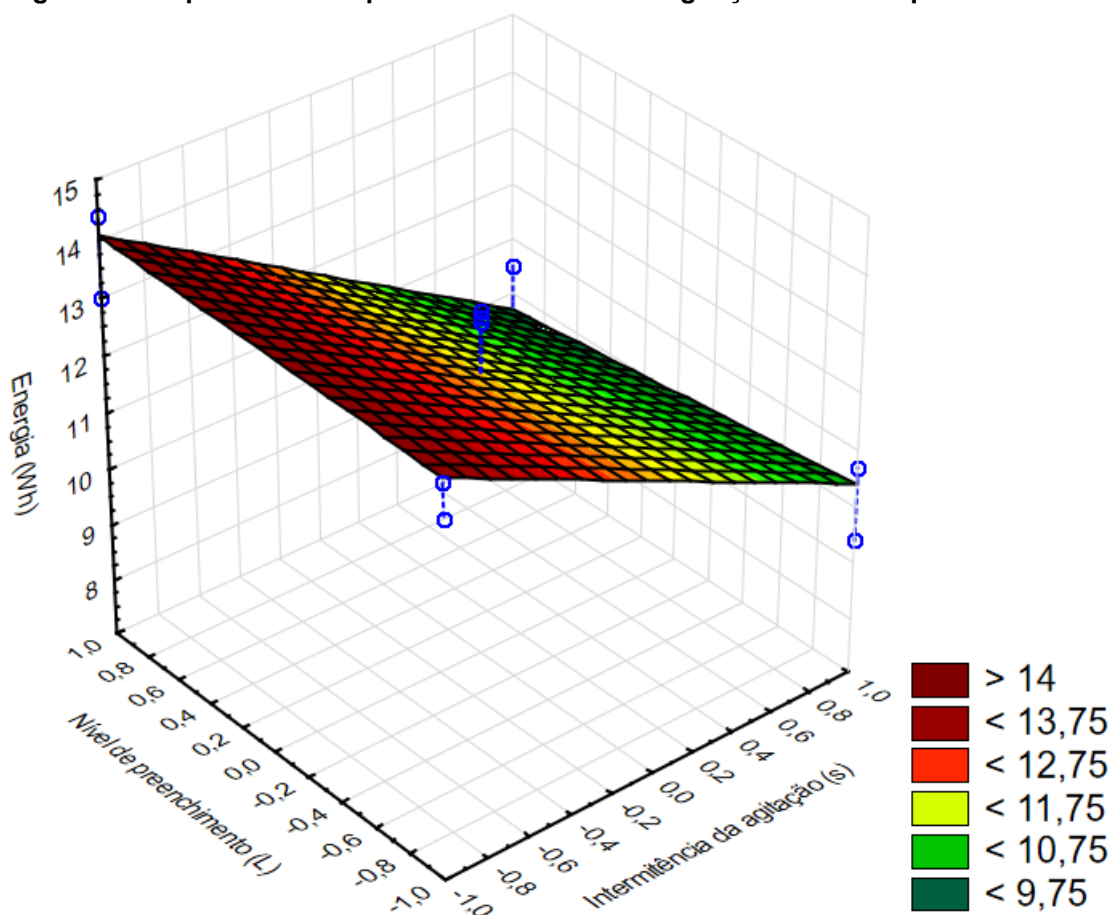
Na Figura 20 a curva de nível com os mesmos fatores da Figura 19 pode ser visualizada. Nela se observa que a energia elétrica gasta é maior no nível inferior de intermitência (10 s em funcionamento e 2 s com o agitador em repouso) e no nível inferior da velocidade de agitação (50 rpm). É interessante notar que tanto o maior quanto o menor gasto energético ocorrem com a velocidade de agitação no nível inferior. Pela curva de nível observamos claramente que a maior variação de cores ocorre na horizontal, do nível inferior para o superior da intermitência da agitação. Já na vertical, a variação de cores se dá de forma menos significativa, demonstrando assim que a intermitência foi mais efetiva para a redução da energia em relação à velocidade de agitação.



Fonte: Autoria própria.

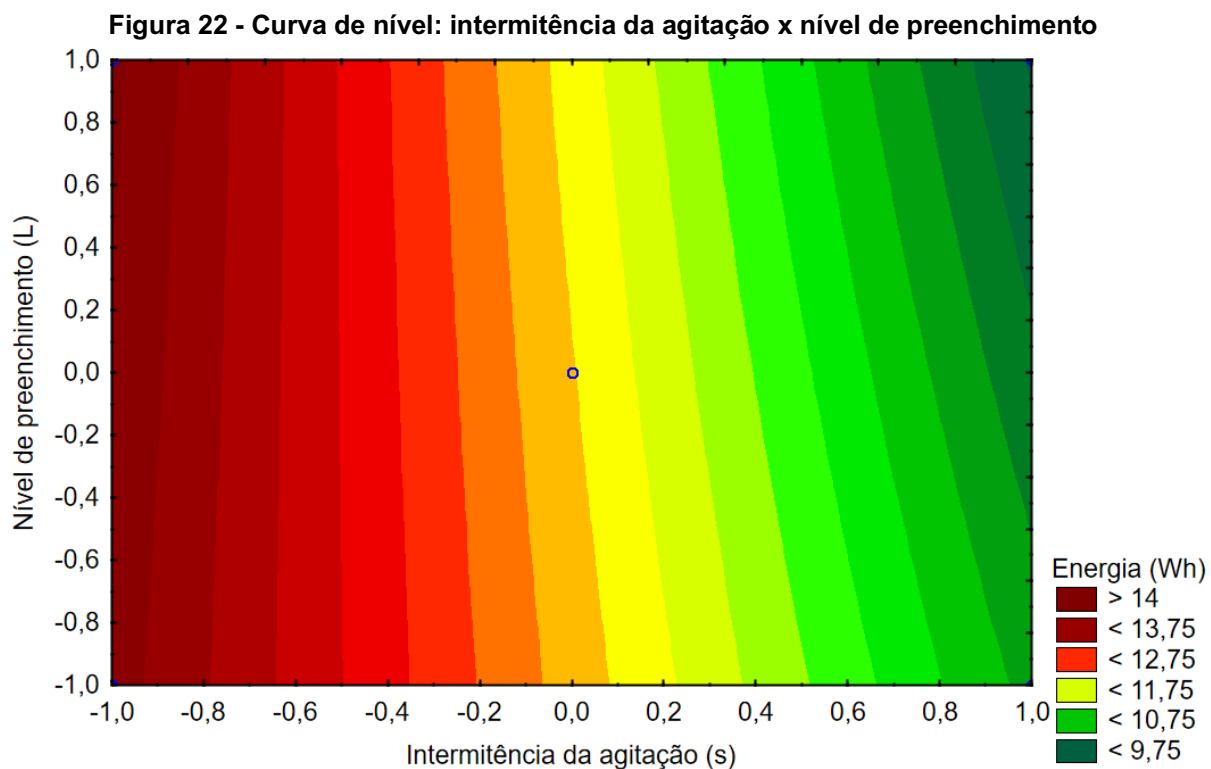
A superfície de resposta entre a intermitência da agitação (s) no eixo x *versus* o nível de preenchimento (L) no eixo y está na Figura 21. A velocidade de agitação (rpm) foi mantida no ponto central para a obtenção desta superfície de resposta. Nesta superfície, a melhor resposta foi alcançada com a intermitência no nível superior (10 s em funcionamento e 10 s com o agitador em repouso) e com o nível de preenchimento no nível superior (4,5L). Desta forma, o gasto energético foi inferior a 9,75Wh. Houve uma inclinação da curva considerável, principalmente no sentido do eixo x, demonstrando que a intermitência da agitação foi predominante para que ocorresse o aumento ou diminuição do gasto de energia elétrica.

Figura 21 - Superfície de resposta: intermitência da agitação x nível de preenchimento



Fonte: Autoria própria.

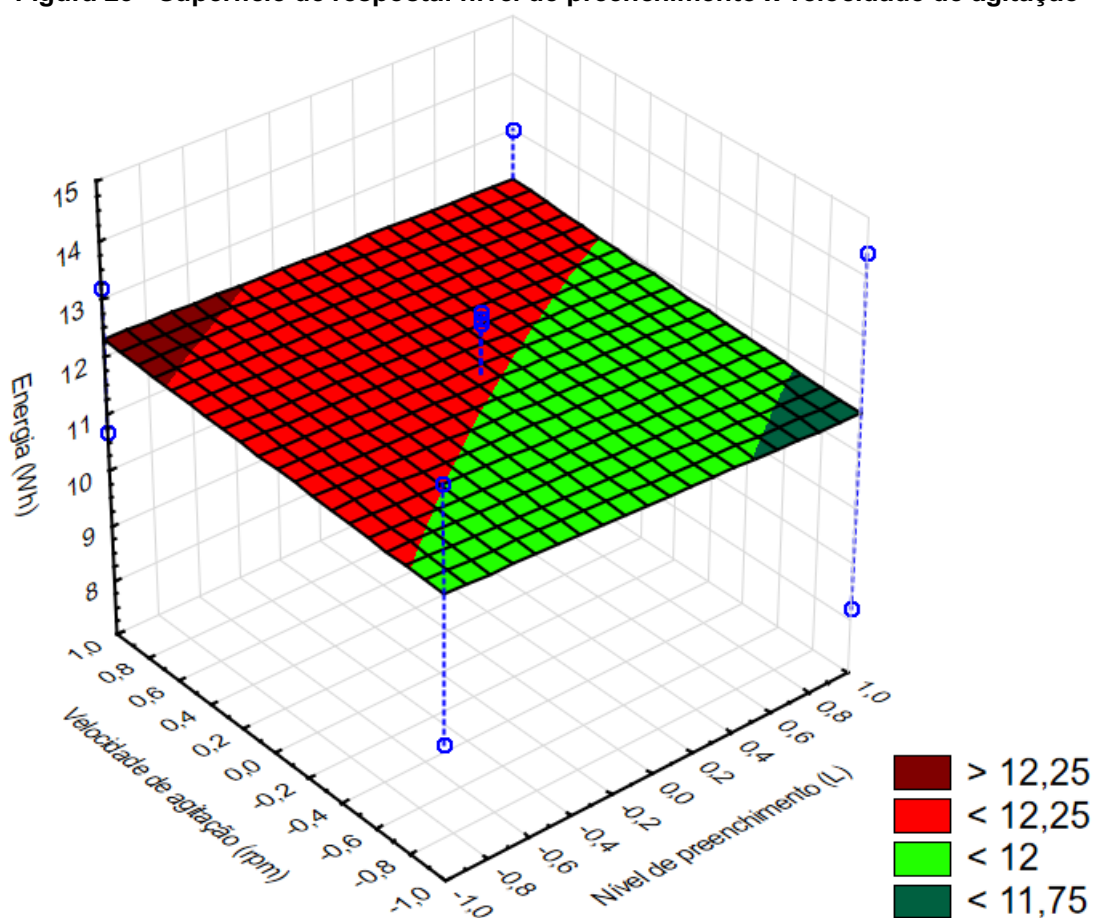
Na Figura 22 a curva de nível com os mesmos fatores da Figura 21 pode ser visualizada. Nela observamos que a energia elétrica gasta é maior no nível inferior de intermitência (10 s em funcionamento e 2 s com o agitador em repouso) e no nível superior do nível de preenchimento (4,5L). Assim como ocorreu com a velocidade de agitação, tanto o maior quanto o menor gasto energético ocorrem com o nível de preenchimento no mesmo nível, porém, nesse caso trata-se do nível superior. Mais uma vez observa-se que as cores variam mais significativamente na horizontal, tendo uma variação mais discreta na vertical.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 23 mostra a superfície de resposta entre o nível de preenchimento (L) no eixo x *versus* a velocidade de agitação (rpm) no eixo y. A intermitência da agitação (s) foi mantida no ponto central para obter esta superfície. Nesta superfície, diferentemente das anteriores, a inclinação é muito pequena, variando apenas de 11,75 a 12,25Wh, aproximadamente. Isto demonstra a pouca influência que estes fatores exercem sobre a energia elétrica gasta durante o processo. A melhor resposta, neste caso, foi alcançada com o nível de preenchimento no nível superior (4,5L) e a velocidade de agitação no nível inferior (50 rpm). Porém, o gasto energético neste caso foi inferior a 11,75Wh, um valor maior que o alcançado nas outras superfícies.

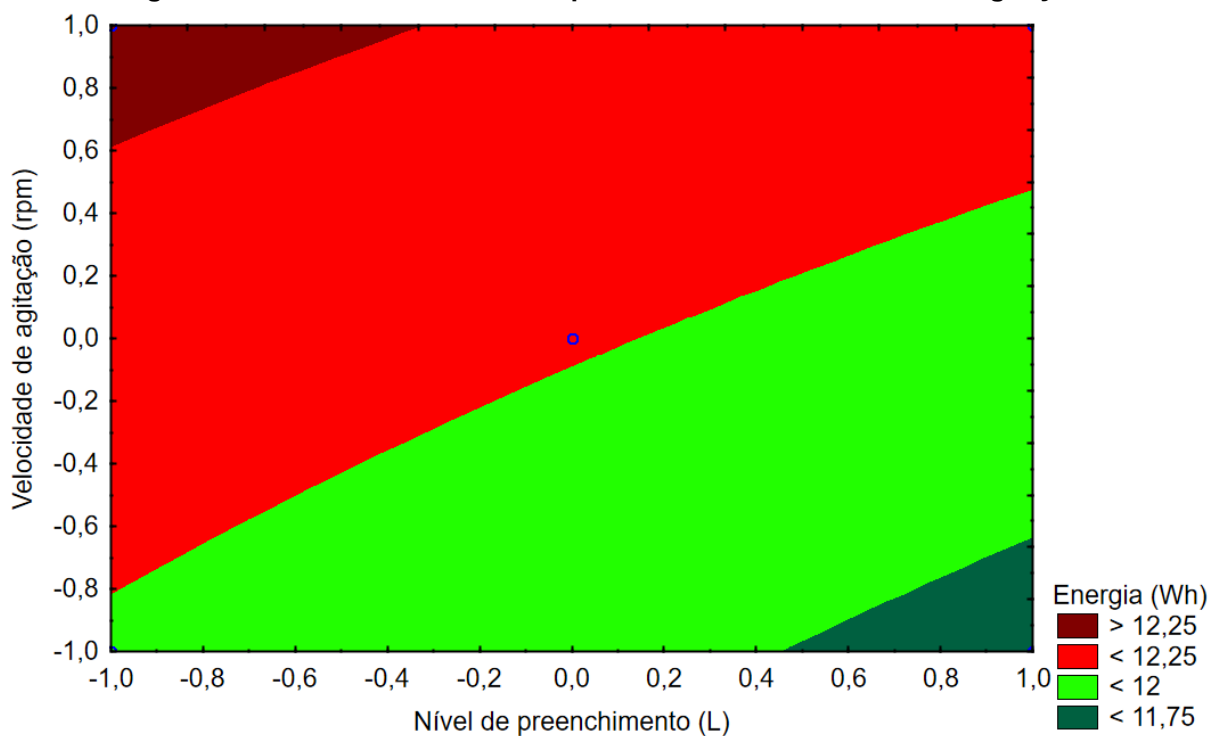
Figura 23 - Superfície de resposta: nível de preenchimento x velocidade de agitação



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 24 a curva de nível com os mesmos fatores da Figura 23 pode ser visualizada. Nela observamos que a energia elétrica gasta é maior no nível inferior do nível de preenchimento (2,5 L) e no nível superior da velocidade de agitação (150 rpm). Observa-se que houve pouca variação de cores nessa curva de nível, pois a energia variou pouco nesse caso, já que os fatores avaliados são pouco significativos, como comprovado anteriormente pelo valor-p, gráfico de Pareto e gráfico de probabilidade normal.

Figura 24 - Curva de nível: nível de preenchimento x velocidade de agitação



Fonte: Autoria própria.

As superfícies de resposta demonstraram que quanto maior o tempo de intermitência do agitador, menor a energia gasta, enquanto os outros fatores avaliados interferiram minimamente na resposta obtida.

4.2.2 Variável de Resposta: Conversão (%)

Os valores de conversão obtidos em 3 horas de duração da reação variaram entre 91,49% e 95,53%. O que é uma pequena diferença, considerando que ambos os valores estão acima de 90%, podendo considerar a reação satisfatória até este ponto. Para verificar se algum dos fatores avaliados nos experimentos interferiu de maneira significativa na conversão da reação foi realizada a análise dos dados no *Statistica*. Os efeitos estimados, assim como seus respectivos valores de p para cada fator e para a combinação dos fatores estão descritos na Tabela 9.

Tabela 9 - Efeitos estimados e p-valores considerando a conversão (%) como variável de resposta

Fator	Efeito	p
(1) Nível de preenchimento (L)	1,96 ± 0,719	0,052
(2) Velocidade de agitação (rpm)	-0,74 ± 0,719	0,361
(3) Intermitência da agitação (s)	-0,68 ± 0,719	0,394
1 com 2	0,38 ± 0,719	0,625
1 com 3	-0,21 ± 0,719	0,780
2 com 3	-1,01 ± 0,719	0,233

Autoria própria.

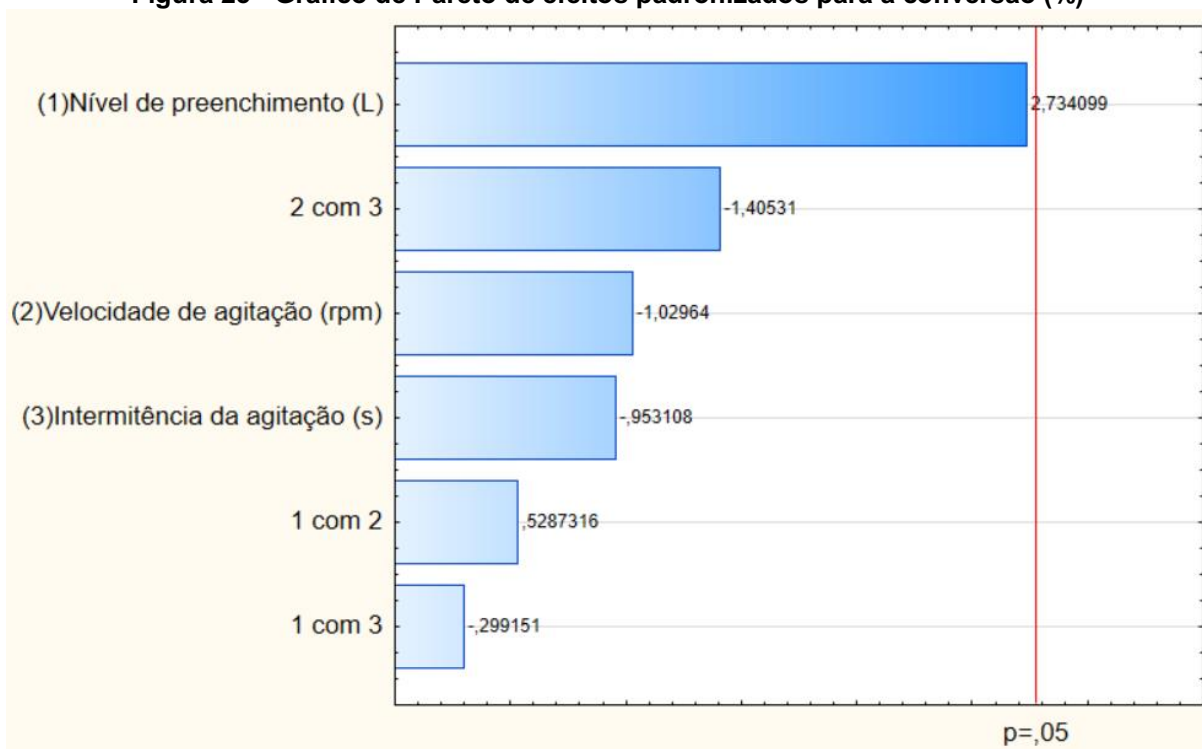
Quanto aos efeitos principais, o valor do efeito do nível de preenchimento indica que a conversão aumenta 1,96%, em média, quando o preenchimento do reator passa do nível inferior (2,5L) para o nível superior (4,5L). O valor do efeito da velocidade de agitação indica que a conversão diminui 0,74% em média quando a velocidade passa do nível inferior (50 rpm) para o nível superior (150 rpm). Quando a intermitência da agitação passa do nível inferior (2 segundos) para o nível superior (10 segundos) a conversão decresce, em média, 0,68%.

Quanto aos efeitos de interação, a interação dos fatores 1 com 2 se refere ao efeito entre o nível de preenchimento e a velocidade de agitação, que combinados representam um acréscimo médio de 0,38% na conversão da reação. Os fatores combinados 1 com 3 estabelecem o efeito entre o nível de preenchimento e a intermitência da agitação, que combinados representam, em média, a diminuição de 0,21% na conversão. A interação dos fatores 2 com 3 retrata o efeito entre a velocidade e a intermitência da agitação, que combinados representam a diminuição de 1,01% da conversão obtida ao fim da reação.

O desvio padrão para todos os efeitos foi de 0,719%, ou seja, as médias dos valores dos efeitos principais e de interação sobre a conversão da reação entre hidróxido de sódio e acetato de etila podem ser 0,719% abaixo ou acima do valor estimado.

O efeito mais pronunciado, em módulo, foi o nível de preenchimento. Porém, o seu valor de p não foi menor que 0,05, o que significa que este fator não é significativo para a conversão. A Figura 25, que pode ser visualizada abaixo, apresenta o gráfico de Pareto dos efeitos sobre a conversão como variável de resposta.

Figura 25 - Gráfico de Pareto de efeitos padronizados para a conversão (%)

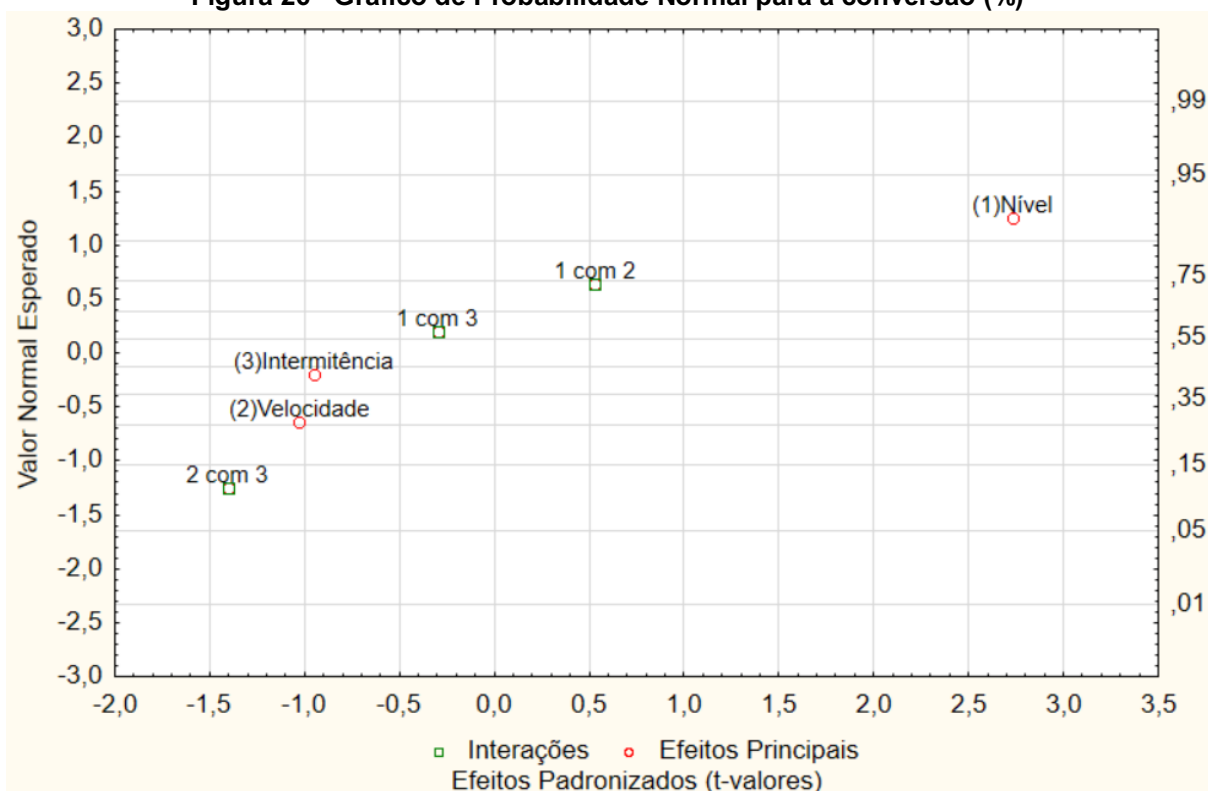


Fonte: Autoria própria.

O gráfico mostra que nenhum dos fatores pode ser considerado significativo sobre a conversão num intervalo de 95% de confiança. Porém, o nível de preenchimento foi o que mais se aproximou, com $p=0,052$, sendo o fator que mais influencia no aumento da conversão. Em seguida encontra-se a combinação de velocidade e intermitência, depois a velocidade de agitação, seguidas da intermitência da agitação, combinação entre nível e velocidade e, por fim, a combinação entre o nível e a intermitência da agitação.

O gráfico de probabilidade normal é apresentado na Figura 26, onde é possível observar que os fatores (3)intermitência, 1 com 2 - combinação de nível e velocidade e 1 com 3 - nível e intermitência combinados são colineares, formando uma reta imaginária entre eles. Por este gráfico é possível observar que o nível de preenchimento é mais significativo, pois é o fator que mais se afasta da reta formada. A combinação 2 com 3, entre a velocidade e a intermitência também possui significância, assim como a velocidade de agitação. A velocidade e a combinação de velocidade e intermitência encontram-se abaixo da reta, ou seja, ocasionam a diminuição da conversão da reação, enquanto que o nível de preenchimento acarreta no aumento da conversão.

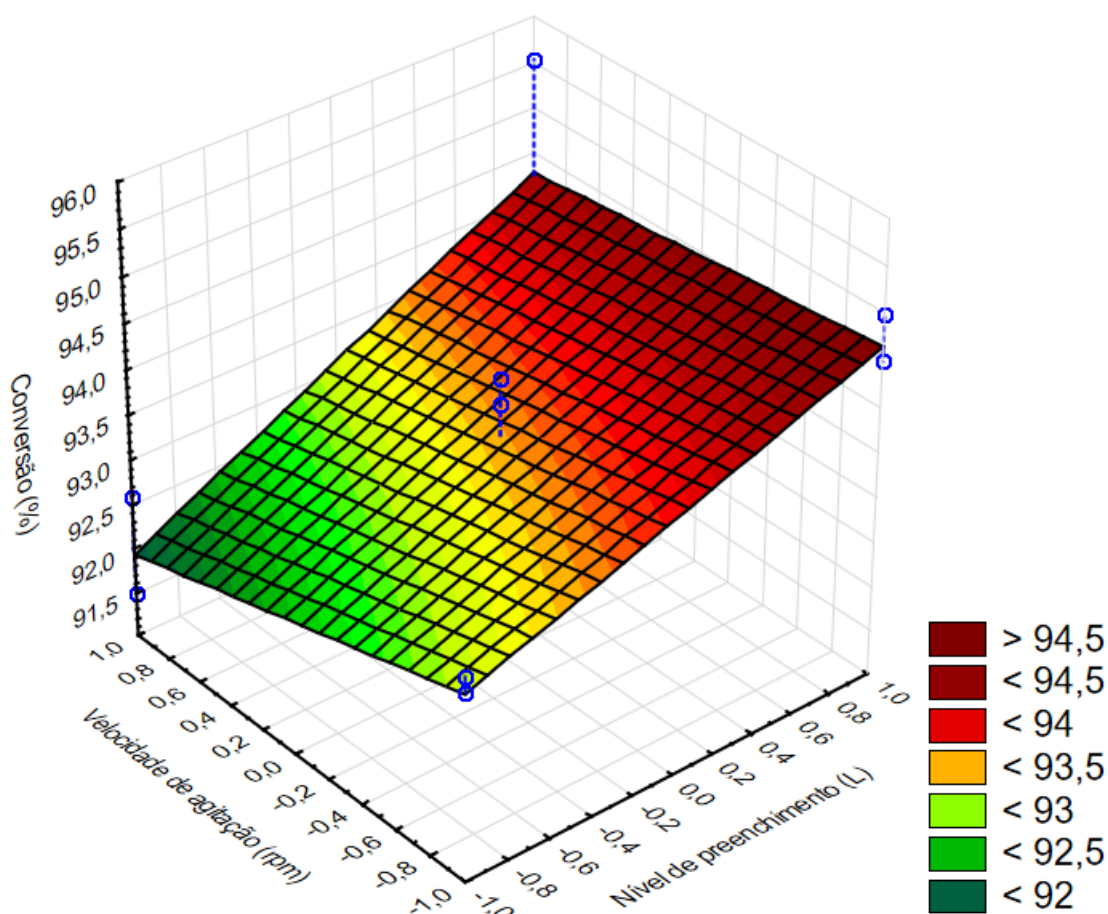
Figura 26 - Gráfico de Probabilidade Normal para a conversão (%)



Fonte: Autoria própria.

A Figura 27 apresenta a superfície de resposta do nível de preenchimento (L) no eixo x *versus* a velocidade de agitação (rpm) no eixo y, com a variável de resposta conversão (%) no eixo z. A intermitência da agitação (s) foi mantida no ponto central e gerou-se esta superfície de resposta. Como neste caso o interesse é maximizar a conversão, as cores mais quentes, próximas do vermelho, são as desejadas, e as mais frias, próximas do verde, as indesejadas. Pela figura, é possível visualizar que a melhor resposta foi alcançada com o nível de preenchimento no nível superior (4,5L) e a velocidade de agitação no nível inferior (50 rpm). Com estes parâmetros, alcançou-se uma conversão superior a 94,5%. A inclinação da superfície é considerável, variando de 92 a 94,5%, aproximadamente. É uma diferença pequena, porém, as conversões resultantes de todos os experimentos foram próximas, o que justifica a pequena diferença com uma inclinação considerável da superfície.

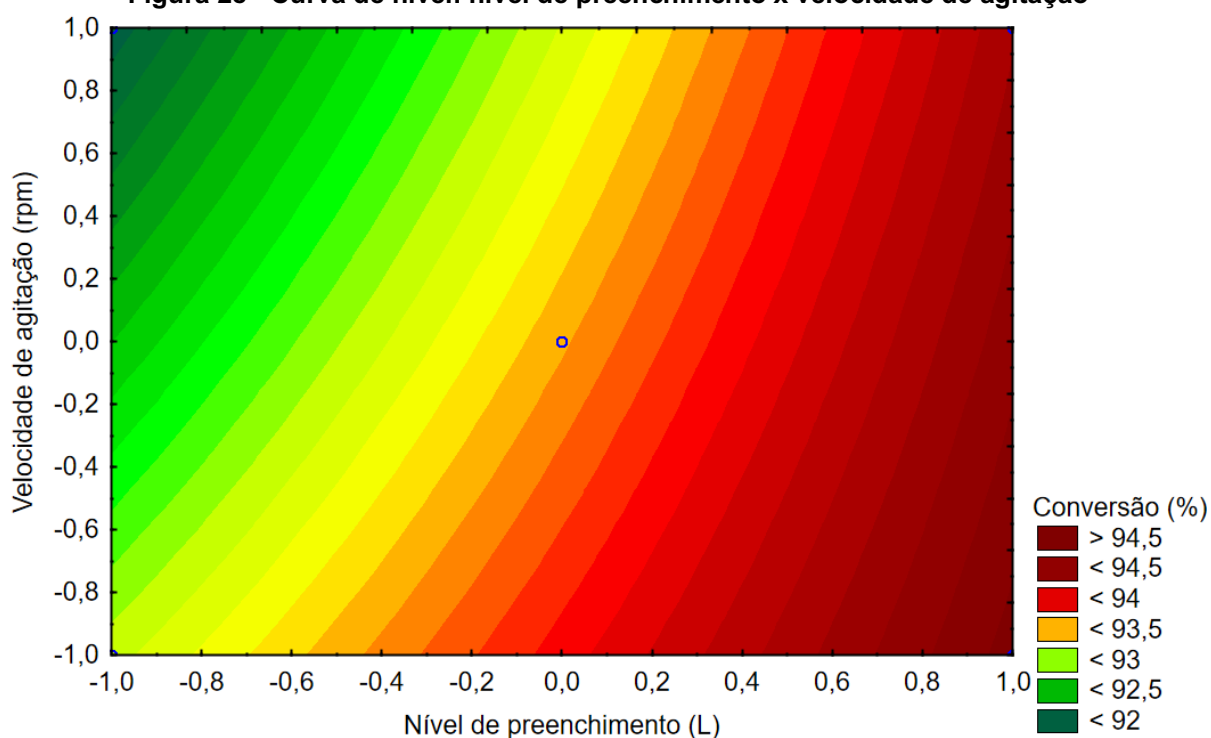
Figura 27 - Superfície de resposta: nível de preenchimento x velocidade de agitação



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 28 a curva de nível com os mesmos fatores da Figura 27 pode ser visualizada. Nela observamos que a conversão é menor no nível inferior do nível de preenchimento (2,5L) e no nível superior da velocidade de agitação (150 rpm). Pela curva de nível observa-se que a variação de cores é maior na horizontal, do nível inferior para o superior do nível de preenchimento. Porém, ocorre variação de cores também na vertical do nível inferior para o superior da velocidade de agitação. O que está em conformidade com os valores já apresentados de p e também pelo gráfico de Pareto, que mostram que o nível de preenchimento é mais significativo sobre a conversão e a velocidade de agitação possui, em menor grau, alguma significância também.

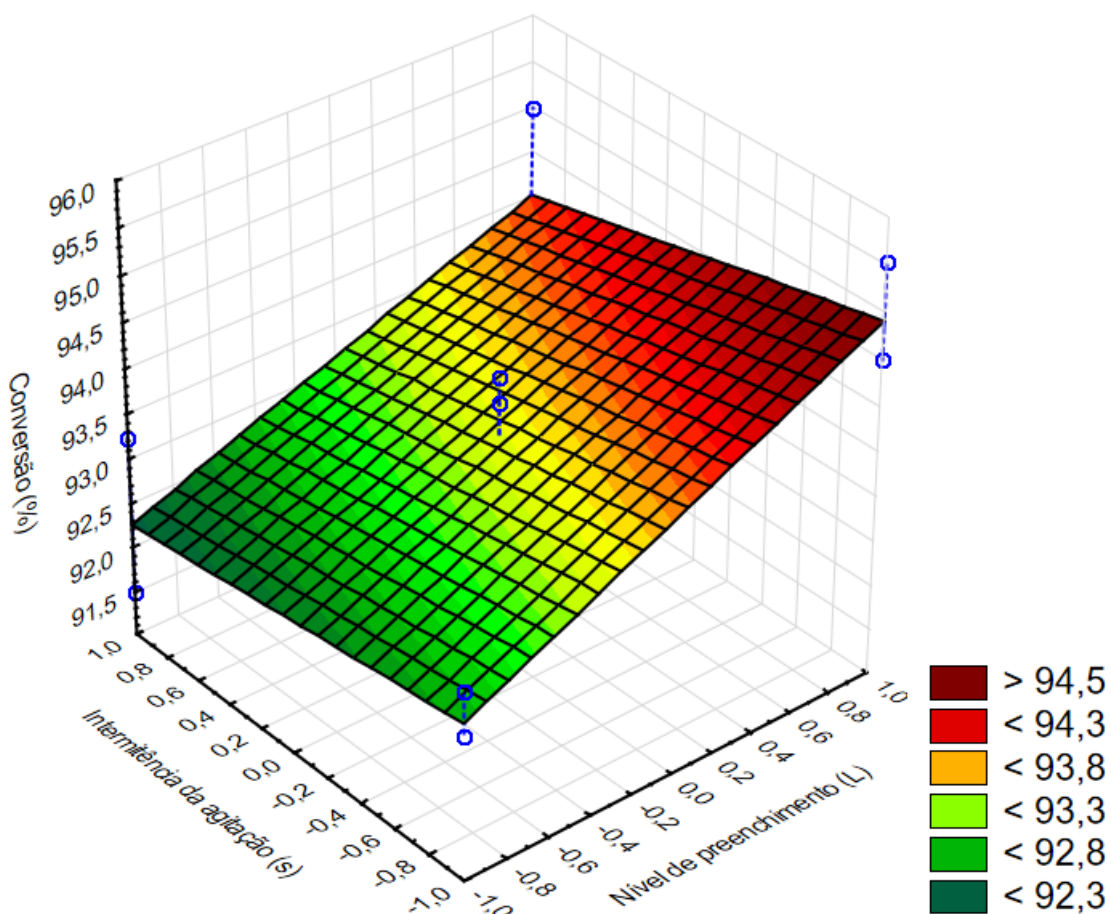
Figura 28 - Curva de nível: nível de preenchimento x velocidade de agitação



Fonte: Autoria própria.

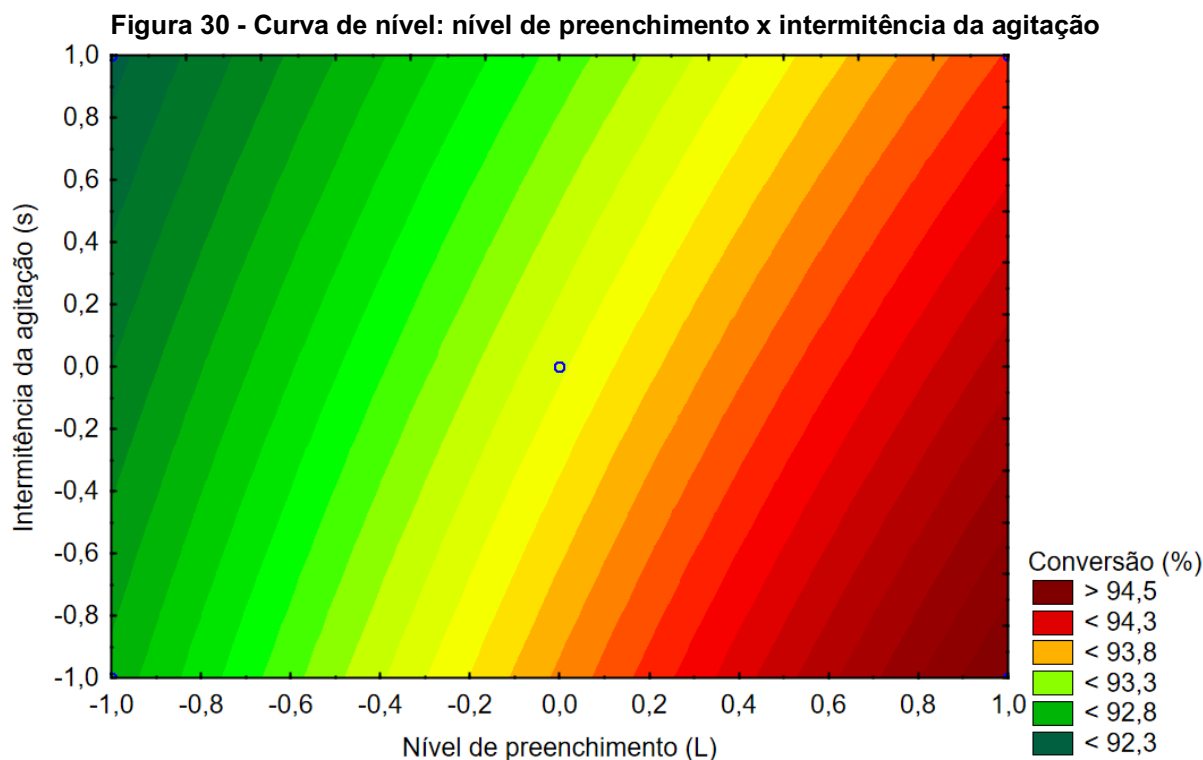
A superfície de resposta entre o nível de preenchimento (L) no eixo x *versus* a intermitência da agitação (s) no eixo y está na Figura 29. A velocidade de agitação (rpm) foi mantida no ponto central para a obtenção desta superfície de resposta. Nesta superfície, a melhor resposta foi alcançada com o nível de preenchimento no nível superior (4,5L) e a intermitência da agitação no nível inferior (10 s em funcionamento e 2 s com o agitador em repouso). Desta forma, a conversão foi superior a 94,5%. Houve uma inclinação da curva considerável, principalmente no sentido do eixo x, demonstrando que o nível de preenchimento foi mais efetivo para que ocorresse o aumento ou diminuição da conversão.

Figura 29 - Superfície de resposta: nível de preenchimento x intermitência da agitação



Fonte: Autoria própria.

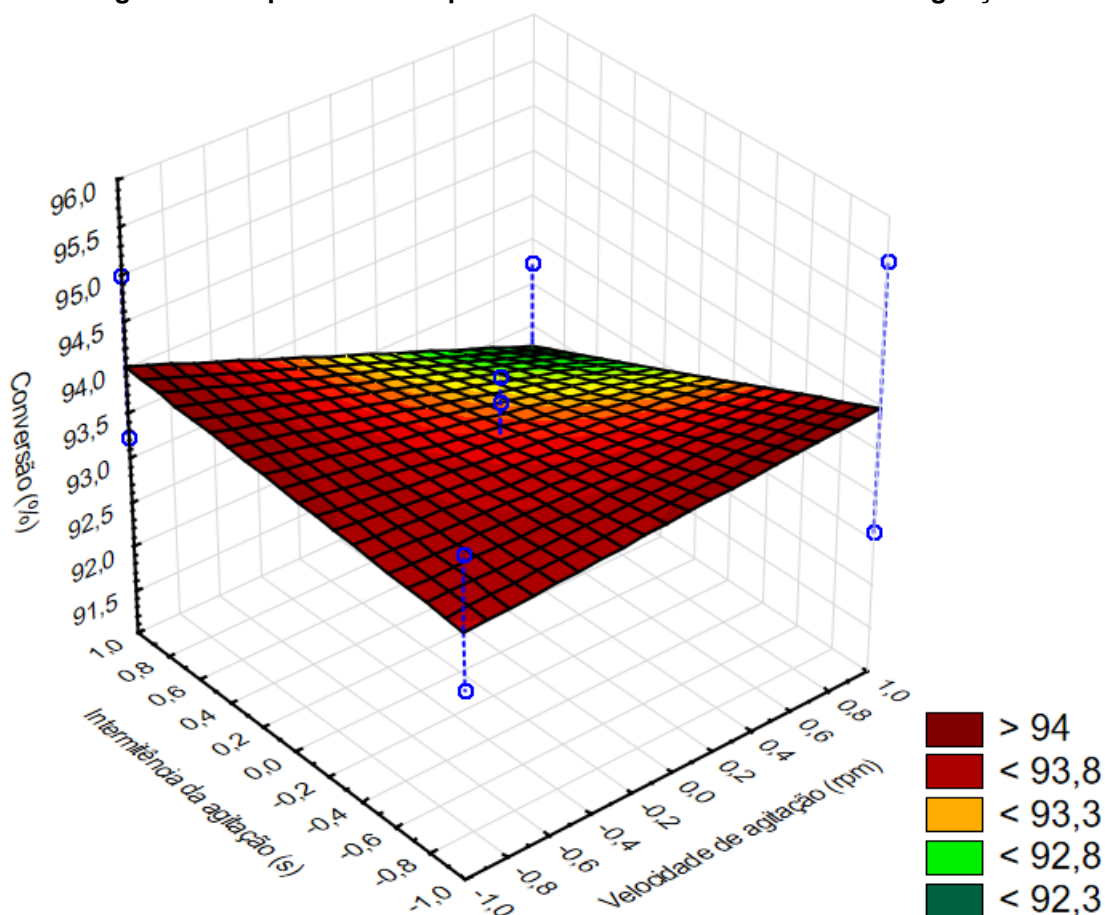
Na Figura 30 a curva de nível com os mesmos fatores da Figura 29 pode ser visualizada. Nela observamos que a conversão é menor no nível inferior do nível de preenchimento (2,5L) e no nível superior de intermitência (10 s em funcionamento e 2 s com o agitador em repouso). Novamente as cores variam mais significativamente na horizontal e um pouco menos na vertical.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 31 mostra a superfície de resposta entre a velocidade de agitação (rpm) no eixo x *versus* a intermitência da agitação (s) no eixo y. O nível de preenchimento (L) foi mantido no ponto central para obter esta superfície. A inclinação desta superfície é um pouco menor que das anteriores, variando de 92,3 a 94%, aproximadamente. Isto demonstra que estes fatores exercem influência um pouco menor sobre a conversão da reação realizada. Esta superfície apontou dois pontos distintos para a melhor resposta, que pode ser com a velocidade de agitação no nível inferior (50 rpm) e a intermitência da agitação no nível superior (10 s em funcionamento e 10 s com o agitador em repouso), assim como o ponto contrário, com a velocidade de agitação no nível superior (150 rpm) e a intermitência da agitação no nível inferior (10 s em funcionamento e 2 s com o agitador em repouso). A conversão nestes casos é superior a 94%, semelhante ao valor alcançado nas outras superfícies apresentadas.

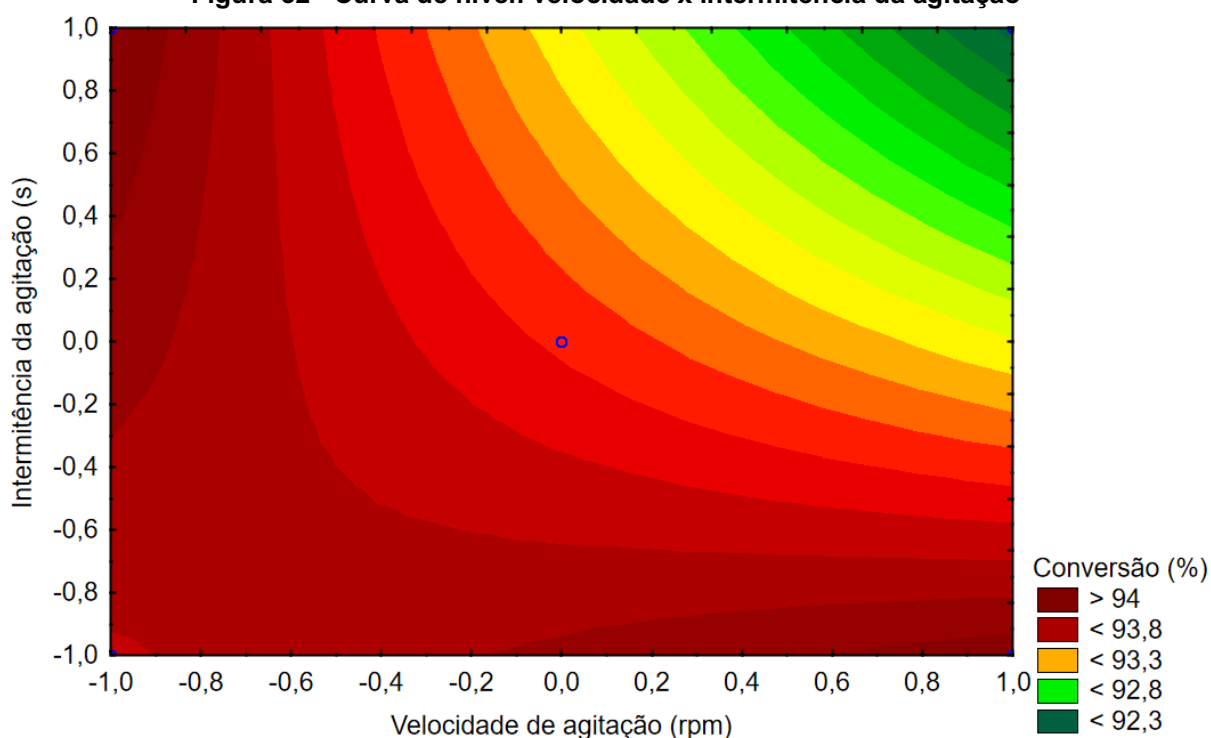
Figura 31 - Superfície de resposta: velocidade x intermitência da agitação



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 32 a curva de nível com os mesmos fatores da Figura 31 pode ser visualizada. Nela observamos que a conversão é menor no nível superior da velocidade de agitação (150 rpm) e no nível superior da intermitência da agitação (10 s em funcionamento e 10 s com o agitador em repouso). Observa-se que nesta curva a variação de cores foi muito semelhante nos dois sentidos, horizontal e vertical. Isto porque os efeitos destes fatores são muito próximos, conforme apresentado também no gráfico de Pareto.

Figura 32 - Curva de nível: velocidade x intermitência da agitação



Fonte: Autoria própria.

As superfícies demonstraram que nenhum dos fatores avaliados afetou a conversão significativamente. O que é um resultado interessante, que demonstra que mesmo alterando os fatores avaliados e alcançando uma economia significativa de energia elétrica, a conversão da reação não foi prejudicada.

4.3 EXPERIMENTOS COM AGITAÇÃO CONSTANTE

Foram realizados os três experimentos complementares definidos previamente, em duplicata, conforme apresentado na Tabela 6. Os ensaios foram conduzidos pelo mesmo período que os anteriores, 3 horas cada. As temperaturas foram, em média, de 23 °C no ensaio 1 (2,5L), 22 °C no ensaio 2 (3,5L) e 23,5 °C no ensaio 3 (4,5L).

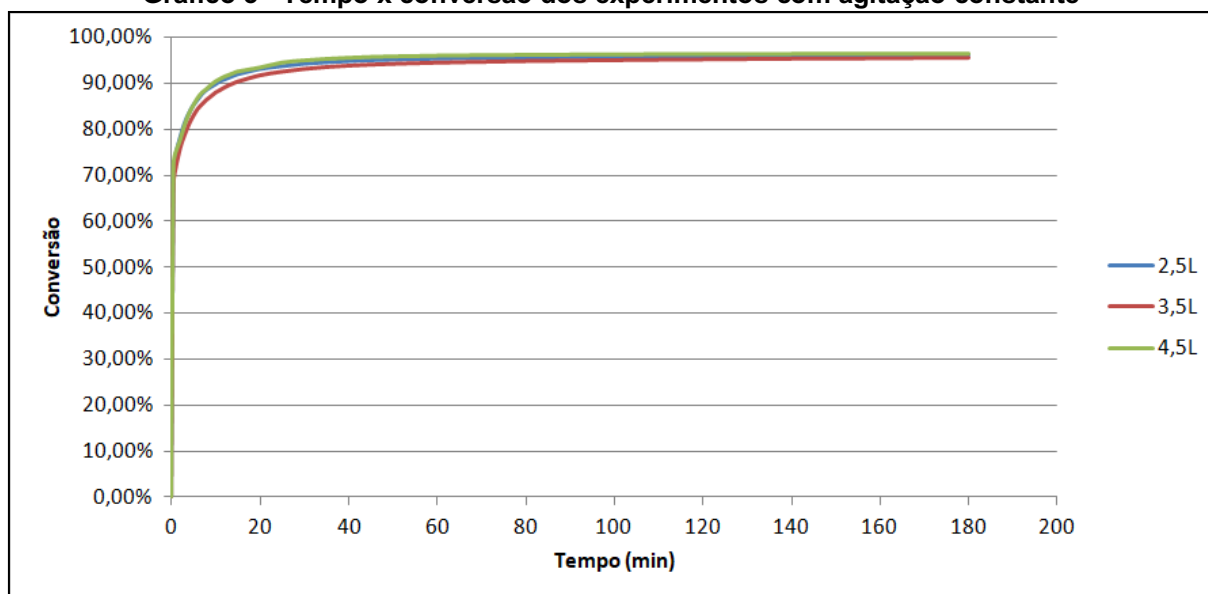
A Tabela 10 apresenta os resultados obtidos de energia (Wh) e conversão (%) dos ensaios.

Tabela 10 - Resultados dos experimentos com agitação constante

Ensaio	Nível de preenchimento (L)	Velocidade de agitação (rpm)	Energia (Wh)	Conversão (%)
1	2,5	50	15,15 ± 0,35	96,22 ± 0,39%
2	3,5		15,1 ± 0,10	95,67 ± 0,04%
3	4,5		14,6 ± 0,20	96,40 ± 0,23%

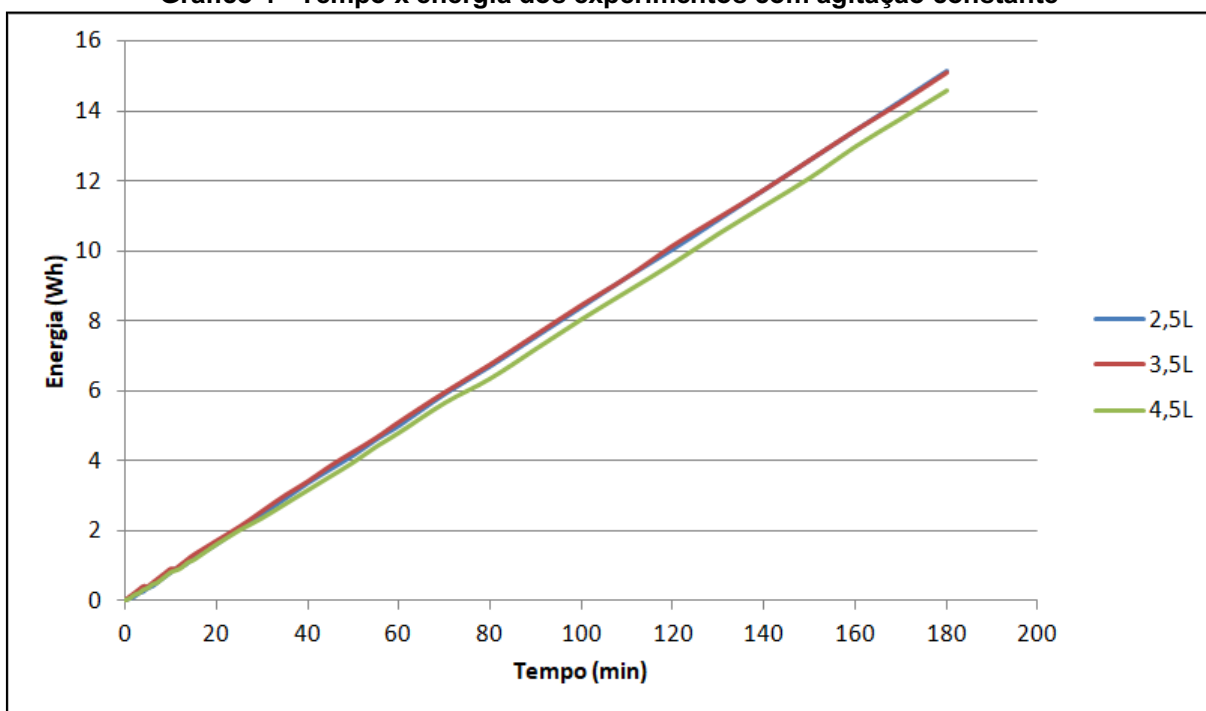
Fonte: Autoria própria.

Os resultados de tempo x conversão destes experimentos estão apresentados no Gráfico 3. Observa-se nele que a conversão dos 3 experimentos foram muito próximas, especialmente nos volumes de 2,5L e 4,5L, em que as linhas estão praticamente sobrepostas.

Gráfico 3 - Tempo x conversão dos experimentos com agitação constante

Os resultados de tempo x energia estão apresentados no Gráfico 4. Observa-se que a energia elétrica gasta nos 3 casos foi muito próxima, com as linhas dos volumes de 2,5L e 3,5L praticamente sobrepostas. Isto comprova os resultados do planejamento experimental, em que a intermitência da agitação foi mais significativa para a redução do gasto de energia. Pois mantendo a mesma velocidade de 50 rpm nos 3 experimentos e variando o nível de preenchimento do reator, os resultados se mantiveram muito próximos, diferentemente do que ocorreu no planejamento experimental, realizado anteriormente.

Gráfico 4 - Tempo x energia dos experimentos com agitação constante



As tabelas completas com todos os valores medidos de conversão e energia para cada tempo, assim como os desvios padrões, uma vez que os experimentos foram feitos em duplicata, podem ser visualizadas no Apêndice B, nas Tabelas ii e iv.

O primeiro experimento foi realizado com 2,5L de nível de preenchimento do reator. Aos 11 minutos de reação a conversão chegou a 90,35%, sendo gastos 0,9Wh de energia até esse momento. Após o tempo total da reação (180 minutos) a conversão chegou a 96,22% e a energia elétrica gasta foi de 15,15Wh.

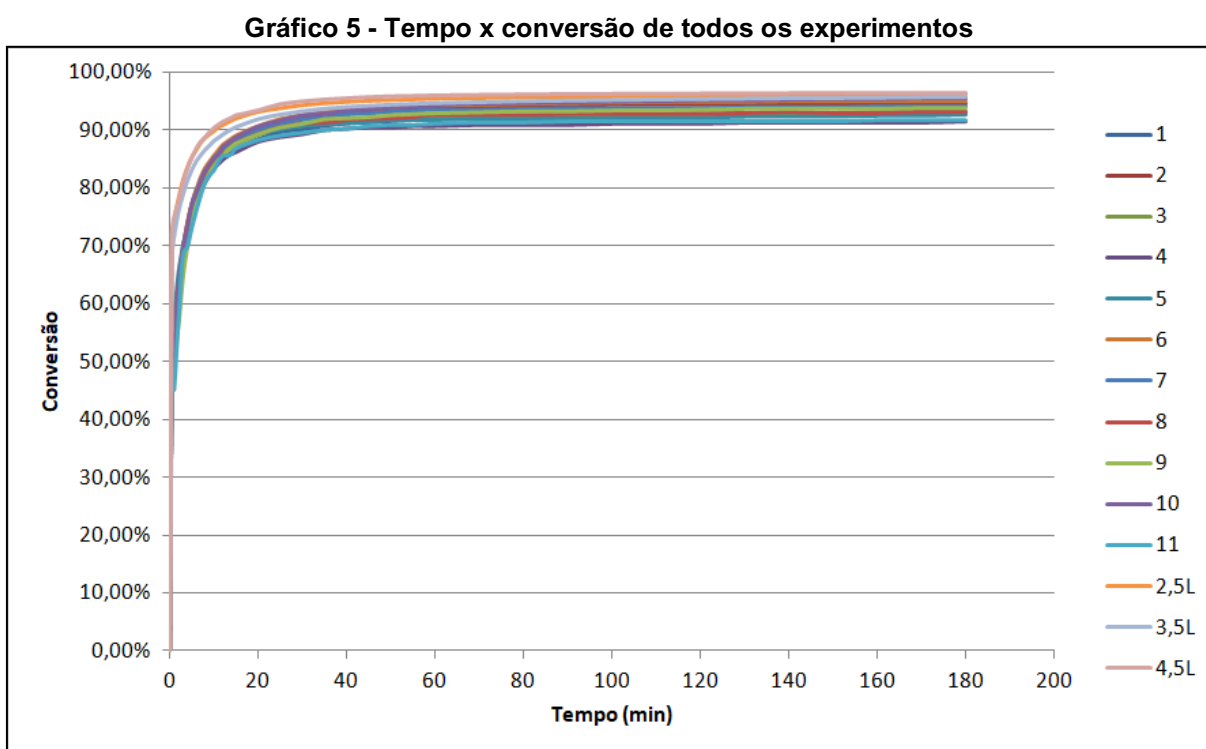
O experimento 2 foi realizado com 3,5L de volume da mistura reacional. Aos 14 minutos de reação a conversão chegou a 90,07%, sendo gastos 1,2Wh de energia até esse momento. Após as 3 horas de reação a conversão chegou a 95,67% e a energia elétrica gasta foi de 15,1Wh.

O terceiro ensaio foi realizado com o nível de preenchimento em 4,5L. Aos 10 minutos de reação a conversão chegou a 90,35%, sendo gastos 0,8Wh de energia elétrica até esse momento. Ao fim dos 180 minutos de reação a conversão alcançou 96,40% e a energia gasta durante esse período foi de 14,6Wh.

4.4 COMPARAÇÃO DOS EXPERIMENTOS

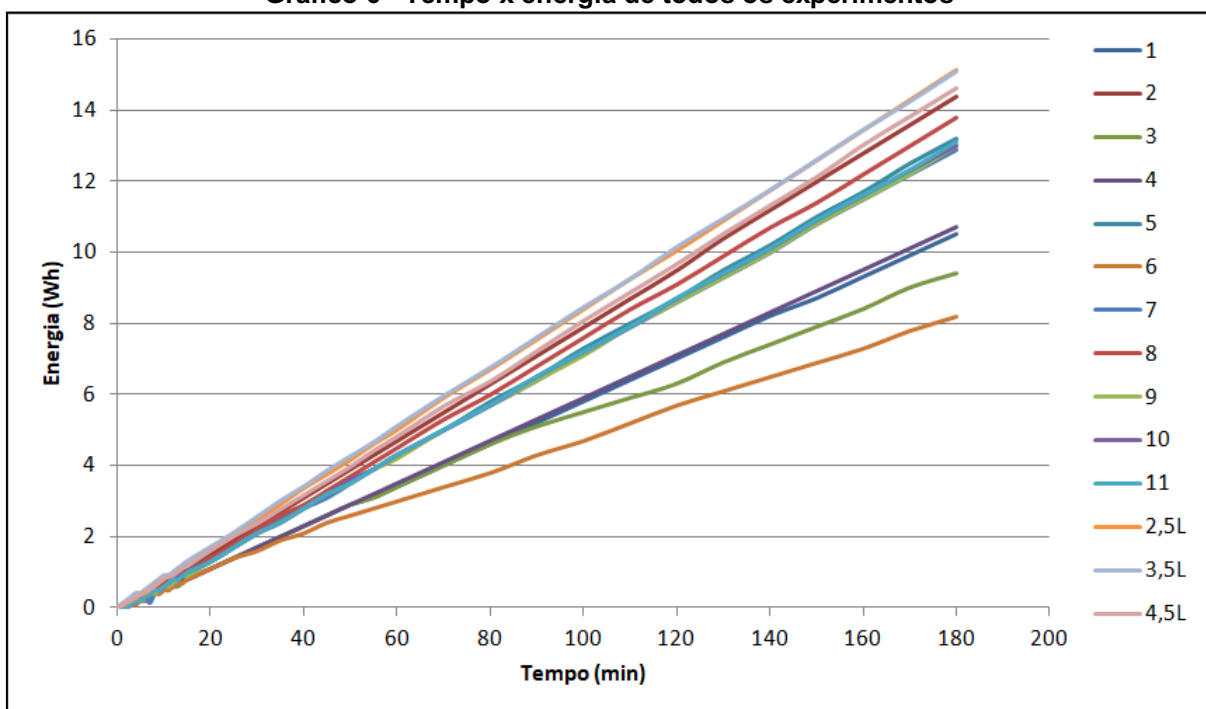
Para facilitar a diferenciação dos experimentos nos gráficos, os experimentos do planejamento experimental 2^3 , com agitação intermitente, foram numerados de 1 a 11, e os experimentos com agitação constante foram denominados pelo volume de preenchimento de cada um, respectivamente, 2,5L, 3,5L e 4,5L.

Os resultados de tempo x conversão de todos os experimentos realizados, com e sem agitação intermitente, estão apresentados no Gráfico 5. Observa-se nele que os experimentos com agitação constante alcançaram uma conversão ligeiramente superior aos experimentos com agitação intermitente. Nos minutos iniciais eles alcançaram valores mais elevados, e posteriormente, após os 40 minutos de reação, o comportamento da curva foi semelhante ao dos demais experimentos.



Os resultados de tempo x energia de todos os experimentos realizados estão apresentados no Gráfico 6. Observa-se que os experimentos com agitação contínua foram os que gastaram mais energia elétrica. Próximo a eles estão os experimentos com o menor tempo de intermitência (2 s): 2, 5, 8 e 10, e com o tempo médio (6 s): 7, 9 e 11. E, por fim, com os menores gastos, estão os experimentos com o maior tempo de intermitência (10 s): 4, 1, 3 e 6.

Gráfico 6 - Tempo x energia de todos os experimentos



O experimento 6 alcançou o menor consumo de energia no geral, com 8,2Wh, e o experimento de 2,5L com agitação contínua foi o de maior consumo de energia, com 15,15Wh. Em porcentagem, o experimento de 2,5L com agitação contínua gastou aproximadamente 85% mais energia elétrica que um experimento submetido à mesma velocidade de agitação, porém com um volume reacional maior, de 4,5L, tendo uma intermitência de agitação a cada 10 s. Ou seja, utilizando a agitação intermitente foi possível economizar quase metade da energia elétrica que seria gasta se fosse utilizada a agitação contínua.

5 CONCLUSÃO

O microcontrolador Arduino se mostrou uma ferramenta muito útil para realizar o funcionamento do reator batelada, com a especificidade imposta de promover a agitação intermitente. Esta plataforma favoreceu a autonomia do projeto, proporcionando a criação de meios para alcançar os resultados de interesse.

Como os valores de conversão dos resultados foram muito próximas umas das outras, com valores satisfatórios, acima de 90%, podemos considerar que as melhores condições de operação do reator foram aquelas em que a economia de energia foi maior. Sendo os níveis de preenchimento ideais 4,5L e 2,5L, tanto pelos resultados do planejamento experimental, quando pelos experimentos com agitação contínua. A menor velocidade de agitação, de 50 rpm, que foi definida pelo planejamento experimental e posteriormente utilizada também nos experimentos subsequentes. E o maior valor de intermitência da agitação: 10 segundos, que foi o principal responsável pela redução do gasto de energia.

Com isso, conclui-se que a agitação intermitente é capaz de provocar uma economia de energia significativa quando comparada à agitação contínua, sem prejudicar a conversão da reação estudada. O que é muito interessante em processos industriais, onde os reatores utilizados geralmente são maiores. Assim, a economia de energia alcançada seria ainda maior, se refletindo no valor do produto final, beneficiando tanto a indústria quanto o consumidor.

Trabalhos futuros poderão estudar reações com viscosidades maiores, alterar outros fatores em um reator que não foram contemplados neste trabalho, como a utilização de chicanas, realizar simulações computacionais em conjunto com os experimentos e testar tempos maiores de intermitência da agitação, uma vez que os resultados foram satisfatórios com o maior tempo aqui analisado.

REFERÊNCIAS

- ALLEGRO MICROSYSTEMS. **A4988: DMOS Microstepping Driver with Translator and Overcurrent Protection**. Disponível em: <<https://www.allegromicro.com/en/Products/Motor-Drivers/Brush-DC-Motor-Drivers/A4988.aspx>>. Acesso em: 25 ago. 2020.
- ARDUINO. **Arduino homepage**. Disponível em: <arduino.cc>. Acesso em: 20 mai. 2020.
- ARDUINO E CIA. **Como usar o driver A4988 com motor de passo Nema 17**. 2015. Disponível em: <<https://www.arduinoecia.com.br/driver-a4988-com-motor-de-passo-nema-17/>>. Acesso em: 25 ago. 2020.
- ARDUINO STORE. **Boards & Modules**. Disponível em: <<https://store.arduino.cc/usa/arduino/boards-modules>>. Acesso em: 25 ago. 2020.
- ARIA, Jorge Fernando Aldás; OBREGÓN, Gabriel Alejandro Vivar. **Diseño Y Construcción de um Reactor Semicontínuo para la Obtención de Acetato de Sodio**. 2014. 108 f. Tesis de Grado - Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Riobamba, 2014.
- ATIKINS, Peter; JONES, Loretta. **Princípios de Química: questionando a vida moderna e o meio ambiente**. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2012.
- BARROS NETO, Benício de; SCARMINIO, Ieda Spacino; BRUNS, Roy Edward. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 4. ed. Porto Alegre: Bookman, 2010.
- BRITO, B. M. A.; BASTOS, P. M.; GAMA, A. J. A.; CARTAXO, J. M.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Effect of carboxymethylcellulose on the rheological and filtration properties of bentonite clay samples determined by experimental planning and statistical analysis. **Cerâmica**, v. 64, p. 254-265, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1590/0366-69132018643702332>>. Acesso em: 25 ago. 2020.
- BURSALI, Nihal; ERTUNC, Suna; AKAY, Bulent. Process improvement approach to the saponification reaction by using statistical experimental design. **Chemical Engineering and Processing**, v. 45, p. 980-989, 2006. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.cep.2006.02.010>>. Acesso em: 24 ago. 2020.

CALDERÓN, Antonio José; GONZÁLEZ, Isaías; CALDERÓN, Manuel; SEGURA, Francisca; ANDÚJAR, José Manuel. A New, Scalable and Low Cost Multi-Channel Monitoring System for Polymer Electrolyte Fuel Cells. **Sensors**, v. 16, p. 349-367, 2016. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/s16030349>>. Acesso em: 25 ago. 2020.

CASTRO, Luis Henrique Monteiro de. **O uso do Arduino e do Processing no ensino de física**. 2016. 181 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado Nacional Profissional de Ensino de Física, UNIRIO. Rio de Janeiro, 2016.

CHEMISOL. **Acetato de Etila**. Disponível em: <<http://www.chemisol.com.br/produtos/acetato-de-etila/>>. Acesso em: 04 jan. 2019.

COSTA JÚNIOR, Carlos Cesar; CORRÊA, Luciano Jacob. Avaliação de parâmetros de desempenho em reator convencional: aplicação em processos industriais. **Research, Society and Development**, v. 8, n. 3, p. 1-12, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v8i3.745>>. Acesso em: 06 out. 2020.

CUI, Yanyan; ZHANG, Huabo; LI, Xiwen; YANG, Mingjin; GUAN, Zailin. Computational and experimental investigation of laminar flow mixing system in a pitched-blade turbine stirred tank. **International Journal of Agricultural and Biological Engineering**, v. 11, n. 4, p. 111-117, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.25165/j.ijabe.20181104.2729>>. Acesso em: 27 ago. 2020.

CURTO CIRCUITO. **Controle de motor de passo Nema com driver A4988**. 2019. Disponível em: <<https://www.curtocircuito.com.br/blog/control-de-motor-de-passo-nema-driver-a4988>>. Acesso em: 25 ago. 2020.

FILIPE, Carlos Manuel Dias. **Sensores para solos agrícolas - aplicação plantação kiwis**. 2017. 38 f. Dissertação (Mestrado) - Escola Superior de Tecnologia de Abrantes, Instituto Politécnico de Tomar. Abrantes, 2017.

FOGLER, H. Scott. **Elementos de Engenharia das Reações Químicas**. 4. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2013.

FROMENT, Gilbert F.; BISCHOFF, Kenneth B. **Chemical reactor analysis and design**. 2. ed. New York: Wiley, 1990.

GALDÁMEZ, Edwin Vladimir Cardoza. **Aplicação das Técnicas de Planejamento e Análise de Experimentos na Melhoria da Qualidade de um Processo de**

Fabricação de Produtos Plásticos. 2002. 133 f. Dissertação (Mestrado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Carlos, 2002.

GARAVITO, Ana Milena Torres. **Determinação Experimental do Consumo de Potência para Impelidores Âncora e Helicoidal Usando Fluidos Pseudoplásticos de Alta Viscosidade.** 2013. 81 f. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2013.

GONZÁLEZ, Isaías; CALDERÓN, Antonio José. Integration of open source hardware Arduino platform in automation systems applied to Smart Grids/Micro-Grids. **Sustainable Energy Technologies and Assessments**, v. 36, p. 1-12, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.seta.2019.100557>>. Acesso em: 25 ago. 2020.

GUALDRÓN, Jesús Alberto Castro; MORA, Leonel Andrés Abreu; MATEUS, Fabián Andrey Díaz. CFD Simulation of Crude Oil Homogenization in Pilot Plant Scale. **Ciencia, Tecnología y Futuro**, v. 5, n. 2, p. 19-30, 2013. Disponível em: <http://www.scielo.org.co/scielo.php?frbrVersion=3&script=sci_arttext&pid=S0122-53832013000100002&lng=en&tlng=en>. Acesso em: 07 out. 2020.

HENY, Carlos; SIMANCA, Daniel; DELGADO, Marisol. Pseudo-bond graph model and simulation of a continuous stirred tank reactor. **Journal of the Franklin Institute**, v. 337, p. 21-42, 2000. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0016-0032\(99\)00043-5](https://doi.org/10.1016/S0016-0032(99)00043-5)>. Acesso em: 24 ago. 2020.

ISENMANN, Armin Frazn. **Reatores e Reações Químicas em Escala Industrial.** 1. Ed. Minas Gerais: Edição do Autor, 2018.

McCABE, Warren L.; SMITH, Julian C.; Harriott, Peter. **Unit Operations of Chemical Engineering.** 5. ed. New York: McGraw-Hill, 1993.

McROBERTS, Michael. **Arduino Básico.** 1. ed. São Paulo: Novatec, 2011.

MEDINA, Deyber Arley Vargas. **Aplicações de robótica open-source na automatização do preparo de amostras para a análise cromatográfica de compostos orgânicos.** 2018. 143 f. Tese (Doutorado) - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Carlos, 2018.

MENDOZA-ESCAMILLA, Víctor X.; ALONZO-GARCÍA, Alejandro; MOLLINEDO, Helvio R.; GONZÁLEZ-NERIA, Israel; YÁÑEZ-VALERA, J. Antonio; MARTINEZ-DELGADILLO, Sergio A. Assessment of k- ϵ models using tetrahedral grids to describe the turbulent flow field of a PBT impeller and validation through the PIV technique. **Chinese Journal of Chemical Engineering**, v. 26, p. 942-956, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.cjche.2018.02.012>>. Acesso em: 27 ago. 2020.

MERCK. **Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos - FISPQ.** Acetato de Etila. Data da revisão: 26.06.2018. Versão 2.6. Disponível em: <http://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-DE-Site/de_DE/-/EUR/ShowDocument-File?ProductSKU=MDA_CHEM-109623&DocumentType=MSD&DocumentId=109623_SDS_BR_Z9.PDF&DocumentUID=399415&Language=Z9&Country=BR&Origin=null>. Acesso em: 04 jan. 2020.

MERCK. **Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos - FISPQ.** Hidróxido de Sódio. Data da revisão: 31.07.2017. Versão 3.9. Disponível em: <http://www.merckmillipore.com/INTERSHOP/web/WFS/Merck-CH-Site/de_DE/-/CHF/ShowDocument-File?ProductSKU=MDA_CHEM-106498&DocumentId=106498_SDS_BR_Z9.PDF&DocumentType=MSD&Language=Z9&Country=BR&Origin=SERP>. Acesso em: 04 jan. 2020.

MOHAMMADZADEH-AGHDASH, Hossein; SOHRABI, Yousef; MOHAMMADI, Ali; SHANEHBANDI, Dariush; DEGHAN, Parvin; DOLATABADI, Jafar Ezzati Nazhad. Safety assessment of sodium acetate, sodium diacetate and potassium sorbate food additives. **Food Chemistry**, v. 257, p. 211-215, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.03.020>>. Acesso em: 04 jan. 2020.

MONTGOMERY, Douglas C. **Diseño Y Análisis de Experimentos**. 2. ed. México: Limusa Wiley, 2004.

NI, X.; MACKLEY, M. R. Chemical reaction in batch pulsatile flow and stirred tank reactors. **The Chemical Engineering Journal**, v. 52, p. 107-114, 1993. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0300-9467\(93\)80059-W](https://doi.org/10.1016/0300-9467(93)80059-W)>. Acesso em: 24 ago. 2020.

NÓBREGA, Manasses Pereira. **Estudo Comparativo de Gráficos de Probabilidade Normal para Análise de Experimentos Fatoriais Não Replicados**. 2010. 196 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Matemática Aplicada e Estatística, Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2010.

QUIMIDROL. **Acetato de Etila** - FISPQ N°: 082. Nov./2007. Disponível em: <<http://www.hcrp.fmrp.usp.br/sitehc/fispq/Acetato%20de%20Etila.pdf>>. Acesso em: 04 jan. 2020.

PAUL, Edward L.; ATIEMO-OBENG, Victor A.; KRESTA, Suzanne M. **Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice**. United States of America: John Wiley & Sons, 2003.

PETEK, Anja; KRAJNC, Majda; PETEK, Aljana. Saponification of ethyl acetate in the presence of β -cyclodextrin. **Journal of Molecular Liquids**, v. 272, p. 313-318, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.09.073>>. Acesso em: 25 ago. 2020.

ROSA, Vitor da Silva; TAQUEDA, Maria Elena Santos; PAIVA, José Luis de; MORAES, Marlene Silva de; MORAES JÚNIOR, Deovaldo de Moraes. Nusselt's correlations in agitated tanks using the spiral coil with Rushton turbine and PBT 45° impeller. Comparison with tanks containing vertical tube baffles. **Applied Thermal Engineering**, v. 110, p. 1331-1342, 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2016.09.035>>. Acesso em: 27 ago. 2020.

SIGMA-ALDRICH. **Ficha de Dados de Segurança**. Acetato de Sódio Anidro. Data de revisão: 20.01.2011. Versão 4.0. Disponível em: <<http://sites.ffclrp.usp.br/cipa/fispq/Acetato%20de%20sodio.pdf>>. Acesso em: 07 jan. 2020.

SILVA, Illana Muniz Canto Brum da. Hidróxido de Sódio (CAS No. 1310-73-2). **Revista Virtual de Química**, Niterói, v. 4, n. 1, p. 73-82, 2012. Disponível em: <<https://doi.org/10.5935/1984-6835.20120005>>. Acesso em: 20 mai. 2020.

SILVA, Maria do Socorro Bezerra da; DANTAS, Suylan Lourdes de Araújo; BARILLAS, Jennys Lourdes Meneses; DUTRA JUNIOR, Tarcilio Viana. Planejamento Experimental para Análise de Parâmetros Utilizados na Injeção de Polímeros em Reservatório de Petróleo. In: I Congresso Nacional de Engenharia de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis, **Anais CONEPETRO**, Campina Grande: Realize Editora, 2015. Disponível em: <<https://www.editorarealize.com.br/artigo/visualizar/10381>>. Acesso em: 20 mai. 2020.

SKOOG, Douglas A.; WEST, Donald M.; HOLLER, F. James; CROUCH, Stanley R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8ª edição norte-americana. São Paulo: Thomson Learning, 2006.

SOUZA, Luciane Franquelin Gomes de. “**Fluidodinâmica e Secagem de Cloreto de Potássio e Acetato de Sódio em Leito Pulso Fluidizado**”. 2008. 157 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação: Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2008.

SUN Daim-Yuang; LIN, Pi-Min; LIN, Shu-Ping. Using Dynamic Optimization Technique to Study the Operation of Batch Reactors. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 85, p. 465-478, 2007. Disponível em: <<https://doi.org/10.1002/cjce.5450850409>>. Acesso em: 24 ago. 2020.

TERRY, Ethel M.; STIEGLITZ, Julius. The Coefficient of Saponification of Ethyl Acetate by Sodium Hydroxide. **Journal of the American Chemical Society**, v. 49, p. 2216-2222, 1927. Disponível em: <<https://doi.org/10.1021/ja01408a014>>. Acesso em: 25 ago. 2020.

VENEGAS, Oscar Núñez; CARRANZA, Carlos Francisco Cabrera. Comportamiento Dinámico de la Saponificación del Acetato de Etilo em um Reactor de Tanque com Reacción Continua. **Revista del Instituto de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería Geológica, Minera, Metalúrgica y Geográfica**, v. 14, n. 28, não paginado, 2011. Disponível em: <<https://revistasinvestigacion.unmsm.edu.pe/index.php/iigeo/article/view/676/530>>. Acesso em: 04 jan. 2020.

VERGEL, José Luis Gómez. “**Estudo da Influência da Malha Computacional, Modelos de Turbulência e Aspectos Numéricos da Modelagem CFD em Impelidores PBT usando Malhas Não-estruturadas**”. 2013. 157 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2013.

WILSON, Stanley Davi; TERRY, Ethel M. The Effect of Neutral Salts on the Velocity of Saponification of Ethyl Acetate by Sodium Hydroxide. **Journal of the American Chemical Society**, v. 50, p. 1250-1254, 1928. Disponível em: <<https://doi.org/10.1021/ja01392a002>>. Acesso em: 25 ago. 2020.

YE, Lingjian; GUAN, Hongwei; YUAN, Xiaofeng; MA Xiushui. Run-to-Run Optimization of Batch Processes with Self-Optimizing Control Strategy. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 95, p. 724-736, 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1002/cjce.22692>> Acesso em: 04 mai. 2020.

APÊNDICE A - Algoritmo utilizado no Arduino para controle e comunicação com o reator

```
// CARREGAMENTO DE BIBLIOTECAS
```

```
#include <OneWire.h> // ler a biblioteca  
#include <DallasTemperature.h> // ler a biblioteca  
#include <TimerFour.h>  
#include <HX711.h>  
#include <Servo.h>
```

```
// DEFINIÇÕES DOS PINOS
```

```
#define PWM_BOMB_1 5  
#define PWM_BOMB_2 6  
#define VALVULA 8  
#define RESISTENCIA 7  
#define SENSOR_TEMPERATURA 3  
#define STEP_AGITADOR 10  
#define SENTIDO_AGITADOR 11  
#define SLEEP 12  
#define PRESSAO_DOUT_PIN A0  
#define PRESSAO_SCK_PIN A1  
#define NIVEL A2
```

```
// CONFIGURAÇÕES INICIAIS
```

```
// Define uma instância do oneWire para comunicação com o sensor de temperatura
```

```
OneWire oneWire(SENSOR_TEMPERATURA);  
DallasTemperature sensors(&oneWire);  
DeviceAddress ENDERECO_SENSOR_TEMPERATURA;
```

```
// Define uma instância do sensor de pressão
```

```
HX711 sensor_pressao;
```

```
// Define valvula
```

```
Servo valvula;
```

```
// PAINEL DE CONTROLE
```

```
//Define as chaves de controle
```

```
boolean CH_LIGA_BOMBA1 = 0;
```

```
boolean CH_LIGA_BOMBA2 = 0;
```

```
boolean CH_LIGA_VALVULA = 0;
```

```
boolean CH_LIBERA_SENSOR_TEMPERATURA = 1;
```

```
boolean CH_RESISTENCIA = 0;
```

```
boolean CH_HABILITA_AGITADOR = 1;
```

```
boolean CH_HABILITA_SENSOR_PRESSAO = 0;
```

```
boolean CH_HABILITA_SENSOR_NIVEL = 0;
```

```
// VARIÁVEIS DO SISTEMA
```

```
float TEMPERATURA, VOLUME = 0, VOLUME_OBJETIVO = 0, Vi = 0, Ve = 0,  
PERIODO_INTERVALO_AGITADOR = 0, PERIODO_DESLIGADO = 0;
```

```
int VELOCIDADE_AGITADOR = 0,
```

```
    VELOCIDADE_AGITADOR_ANTERIOR = 0,
```

```
    TEMPERATURA_RESISTENCIA = 0,
```

```
    PWM_BOMBA1 = 0, PWM_BOMBA2 = 0,
```

```
    ABERTURA_VALVULA = 0,
```

```
    TE = 1; // Responsável pelo tempo de exibição dos dados.
```

```
long TEMPO;
```

```
long PERIODO_DESLIGADO_TEMPO = 0;
```

```
long TEMPO_VALVULA = 0;
```

```
boolean LEITURA_NIVEL = 0;
```

```
const long PRESSAO_OFFSET = 50682624;
```

```
const long PRESSAO_DIVIDER = 5895655;
```

```
float PERIODO_AGITADOR; // Variável que vai guardar o tempo dos intervalos de  
ativação do agitador
```

```
boolean PERIODO = false; // Boolean dependente do período definido.
```

```
void setup()
{
  pinMode(STEP_AGITADOR, OUTPUT);
  digitalWrite(STEP_AGITADOR, HIGH);

  pinMode(SENTIDO_AGITADOR, OUTPUT);
  digitalWrite(SENTIDO_AGITADOR, LOW);

  pinMode(SLEEP, OUTPUT);
  digitalWrite(SLEEP, LOW);

  // Inicializa a comunicação serial
  Serial.begin(9600);

  // Configura o sensor de temperatura
  sensors.begin();
  sensors.getAddress(ENDERECO_SENSOR_TEMPERATURA, 0);

  pinMode(PWM_BOMB_1, OUTPUT);
  digitalWrite(PWM_BOMB_1, LOW);

  pinMode(PWM_BOMB_2, OUTPUT);
  digitalWrite(PWM_BOMB_1, LOW);

  valvula.attach(8);
  // pinMode(VALVULA, OUTPUT);
  // digitalWrite(PWM_BOMB_1, LOW);

  pinMode(RESISTENCIA, OUTPUT);
  digitalWrite(PWM_BOMB_1, LOW);

  pinMode(NIVEL, INPUT);
```

```
sensor_pressao.begin(PRESSAO_DOUT_PIN, PRESSAO_SCK_PIN);
sensor_pressao.set_scale(PRESSAO_DIVIDER);
sensor_pressao.set_offset(PRESSAO_OFFSET);

sensor_pressao.tare();

muda_valvula();

}

void loop()
{

    //verifica se algo foi digitado no canal serial
    le_informacao();

    if(CH_HABILITA_SENSOR_NIVEL)
    {
        LEITURA_NIVEL = (analogRead(NIVEL) < 100) ? 1 : 0;
    }

    if(CH_LIBERA_SENSOR_TEMPERATURA)
        le_sensor_temperatura();

    if(CH_RESISTENCIA)
        aciona_resistencia();

    if(CH_HABILITA_AGITADOR)
        aciona_agitador();

    if(CH_HABILITA_SENSOR_PRESSAO)
        le_sensor_pressao();
```

```

if(VOLUME_OBJETIVO != 0)
{
    if((VOLUME_OBJETIVO - VOLUME) < -0.002)
    {
        ABERTURA_VALVULA = (abs(VOLUME_OBJETIVO -
VOLUME)/VOLUME_OBJETIVO)*100;
        if(ABERTURA_VALVULA < 60)
            ABERTURA_VALVULA = 60;

        muda_valvula();

        desativa_bombas();
    }
    else if(((VOLUME_OBJETIVO - VOLUME) > 0.002) && !LEITURA_NIVEL)
    {
        ABERTURA_VALVULA = 0;
        muda_valvula();

        int delta = abs((VOLUME_OBJETIVO -
VOLUME)/VOLUME_OBJETIVO)*100;
        if(delta < 20)
        {
            PWM_BOMBA1 = 2;
            PWM_BOMBA2 = 2;
        }
        else
        {
            PWM_BOMBA1 = delta;
            PWM_BOMBA2 = delta;
        }

        liga_bomba1();
        liga_bomba2();
    }
}

```

```
else if((abs(VOLUME_OBJETIVO - VOLUME) <= 0.004))
{
    ABERTURA_VALVULA = 0;
    muda_valvula();

    desativa_bombas();
    VOLUME_OBJETIVO = 0;

}

}

if(CH_LIGA_VALVULA)
    muda_valvula();

if((millis() - TEMPO)/1000 > TE)
{
    exhibe_dados();
    TEMPO = millis();
}

}

void le_informacao()
{
    if(Serial.available() > 0)
    {
        // Lê primeiro byte digitado pelo usuário e atua no sistema
        switch (Serial.read())
        {
            case 'B':
                delay(2);
                if(Serial.read() == '1')
                {
```



```

        PWM_BOMBA1 = Serial.parseInt();
    }
else
    {
        PWM_BOMBA2 = Serial.parseInt();
    }

    if(CH_LIGA_BOMBA1) // Aplica as alterações
        liga_bomba1();

    if(CH_LIGA_BOMBA2)
        liga_bomba2();

    break;
case 'T':
    TEMPERATURA_RESISTENCIA = Serial.parseFloat();
    break;
case 'A':
    VELOCIDADE_AGITADOR = Serial.parseInt(); //faixa
recomendada limite 156
    if((Serial.available() > 0) && (Serial.read() == 'P'))
        PERIODO_INTERVALO_AGITADOR = Serial.parseFloat();
    if((Serial.available() > 0) && (Serial.read() == 'D'))
        PERIODO_DESLIGADO = Serial.parseFloat();
    if(VELOCIDADE_AGITADOR > 160) //156
        VELOCIDADE_AGITADOR = 160;
    else if(VELOCIDADE_AGITADOR < 30 &&
VELOCIDADE_AGITADOR != 0)
    {
        VELOCIDADE_AGITADOR = 30;
        Serial.println("Velocidade mínima: 30rpm");
    }
    break;
case 'V':

```

```

    ABERTURA_VALVULA = Serial.parseInt();
    break;
  case 'L':
    if(CH_HABILITA_SENSOR_PRESSAO)
//if((CH_LIGA_BOMBA1 || CH_LIGA_BOMBA2) && (CH_LIGA_VALVULA))
    {
      VOLUME_OBJETIVO = Serial.parseFloat();
      Serial.print("Volume objetivo: ");
      Serial.println(VOLUME_OBJETIVO);
    }
    if(LEITURA_NIVEL && VOLUME_OBJETIVO < 5)
    {

    }
    break;
  case 'S':
    if(Serial.available() > 0)
    {
      switch (Serial.read())
      {
        case 'i':
          Vi = Serial.parseFloat();
          Serial.println("Volume Ajustado!");
          break;
        case 'v':
          sensor_pressao.tare();
          Serial.println("Volume Zerado!");
          Vi = 0;
          break;
        case 'E':
          TE = Serial.parseInt();
          Serial.println("Tempo de exibicao ajustado!");
          break;
      }
    }
  }
}

```

```
        }
    }

    default:
        //Serial.println("Opção inválida!");
        break;
    }
}

void liga_bomba1()
{
    analogWrite(PWM_BOMB_1, map(PWM_BOMBA1,0,100,0,253));
}

void liga_bomba2()
{
    analogWrite(PWM_BOMB_2, map(PWM_BOMBA2,0,100,0,253));
}

void desativa_bombas()
{
    PWM_BOMBA1 = 0;
    PWM_BOMBA2 = 0;
    liga_bomba1();
    liga_bomba2();
}

void muda_valvula()
{
    if(valvula.read() != map(ABERTURA_VALVULA, 0, 100, 50, 180))
    {
        valvula.attach(8);
    }
}
```

```

    valvula.write(map(ABERTURA_VALVULA, 0, 100, 50, 180));
    TEMPO_VALVULA = millis();
}

if((millis() - TEMPO_VALVULA)/1000 > 1)
{
    valvula.detach();
    digitalWrite(8, LOW);
}

}

void le_sensor_temperatura()
{
    sensors.requestTemperatures();
    TEMPERATURA = sensors.getTempC(ENDERECO_SENSOR_TEMPERATURA);
}

void le_sensor_pressao()
{
    //VOLUME = (sensor_pressao.get_units()*25.795 + Vi);

    if(sensor_pressao.is_ready())
        VOLUME =
(sensor_pressao.read_average(20)*4.229885286/1000+7188.26145767)/1000 + Vi;
    //VOLUME = (sensor_pressao.read()*4229885.285946/1000000+7188.26145767);
}

void aciona_resistencia()
{
    // Verifica se a temperatura desejada é maior ou menor do que a temperatura de
    leitura do sensor

```

```

if(TEMPERATURA > TEMPERATURA_RESISTENCIA)
    digitalWrite(RESISTENCIA, LOW);

if(TEMPERATURA < TEMPERATURA_RESISTENCIA)
    digitalWrite(RESISTENCIA, HIGH);
}

void aciona_agitador()
{
    int step = 40;
    // Implementa uma variação suave de velocidade
    if(abs(VELOCIDADE_AGITADOR - VELOCIDADE_AGITADOR_ANTERIOR) <=
step)
    {
        VELOCIDADE_AGITADOR_ANTERIOR = VELOCIDADE_AGITADOR;
    }
    else if((VELOCIDADE_AGITADOR - VELOCIDADE_AGITADOR_ANTERIOR) >
step)
        VELOCIDADE_AGITADOR_ANTERIOR+= step;

    else if((VELOCIDADE_AGITADOR - VELOCIDADE_AGITADOR_ANTERIOR) <
step)
        VELOCIDADE_AGITADOR_ANTERIOR-= step;

    define_periodo();

    if((VELOCIDADE_AGITADOR == 0) || not(PERIODO))
    {
        noTone(STEP_AGITADOR);
        digitalWrite(SLEEP, LOW);
    }
    else if((VELOCIDADE_AGITADOR != 0) && PERIODO)
    {
        digitalWrite(SLEEP, HIGH);
    }
}

```

```

    tone(STEP_AGITADOR, VELOCIDADE_AGITADOR_ANTERIOR*200/60); //
Manda uma onda quadrada para o driver do motor com a velocidade em rpm desejada.
}
}

void define_periodo()
{
    if(not(PERODO)) // Permite usar o acionamento suave no motor de passo usando
os períodos de intervalo.
        VELOCIDADE_AGITADOR_ANTERIOR = 0;

    if(PERODO_INTERVALO_AGITADOR != 0)
    {
        if((millis() - PERODO_AGITADOR)/1000 >=
(PERODO_INTERVALO_AGITADOR+PERODO_DESLIGADO))
        {
            PERODO = false;
            PERODO_DESLIGADO_TEMPO = millis();
            PERODO_AGITADOR = millis();
        }
        else if((millis() - PERODO_DESLIGADO_TEMPO)/1000 >=
PERODO_DESLIGADO)
        {
            PERODO = true;
        }
    }
    else
        PERODO = true;
}

void exhibe_dados()
{
    Serial.print("\n*****\n");

    if(CH_HABILITA_AGITADOR)

```

```
{  
  Serial.print("Velocidade do agitador (rpm): ");  
  Serial.print(VELOCIDADE_AGITADOR_ANTERIOR);  
  
  if(PERODO_INTERVALO_AGITADOR != 0)  
  {  
    Serial.print(" Intervalo do agitador (s): ");  
    Serial.print(PERODO_INTERVALO_AGITADOR);  
  }  
  
  if(PERODO_DESLIGADO != 0)  
  {  
    Serial.print(" Periodo desligado (s): ");  
    Serial.print(PERODO_DESLIGADO);  
  }  
  Serial.print("\n");  
}  
  
if(CH_LIGA_BOMBA1)  
{  
  Serial.print("Bomba 1: ");  
  Serial.print(PWM_BOMBA1);  
  Serial.print("%");  
}  
  
if(CH_LIGA_BOMBA2)  
{  
  Serial.print(" Bomba 2: ");  
  Serial.println(PWM_BOMBA2);  
}  
  
if(CH_LIGA_VALVULA)  
{  
  Serial.print("Valvula: ");
```

```
    Serial.print(ABERTURA_VALVULA);
    Serial.println("%");
}
if(CH_RESISTENCIA)
{
    Serial.print("Temp. Resistência: ");
    Serial.print(TEMPERATURA_RESISTENCIA);
}

if(CH_LIBERA_SENSOR_TEMPERATURA)
{
    Serial.print("Temp °C: ");
    Serial.println(TEMPERATURA);
}

if(CH_HABILITA_SENSOR_PRESSAO)
{
    Serial.print("Volume: ");
    Serial.print(VOLUME, 3);
}

Serial.println(" ");
}
```


APÊNDICE B - Tabelas de conversão e energia dos experimentos do planejamento experimental 2^3 e dos experimentos sem agitação intermitente

i. Tabela com os valores de conversão dos onze experimentos do planejamento experimental 2^3 para cada tempo.

t (min)	Conversão										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
0	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
1	56,35%	51,02%	57,34%	53,23%	58,31%	52,14%	53,23%	49,88%	51,02%	51,02%	45,05%
2	63,69%	61,98%	61,10%	62,85%	65,33%	61,98%	58,31%	62,85%	56,35%	62,85%	57,34%
3	69,10%	66,89%	67,64%	69,80%	69,80%	69,10%	66,12%	69,10%	64,52%	69,10%	68,38%
4	73,08%	71,82%	71,82%	72,46%	73,70%	73,70%	71,82%	73,70%	69,80%	73,08%	69,80%
5	76,01%	75,45%	75,45%	75,45%	77,09%	77,09%	74,88%	77,09%	74,30%	77,09%	73,08%
6	78,12%	77,61%	78,12%	77,61%	79,58%	79,58%	77,61%	79,11%	77,09%	79,11%	76,01%
7	80,05%	80,05%	80,05%	80,05%	80,95%	81,80%	80,05%	80,95%	79,11%	81,38%	78,62%
8	81,38%	81,80%	81,80%	80,95%	83,02%	83,40%	82,22%	82,22%	80,95%	83,02%	80,95%
9	82,62%	83,40%	83,02%	82,22%	83,78%	84,51%	83,40%	83,78%	82,62%	84,15%	82,22%
10	83,40%	84,51%	84,15%	83,40%	84,51%	85,55%	85,21%	84,51%	83,78%	85,21%	83,02%
11	84,51%	85,21%	85,21%	84,15%	85,55%	86,51%	85,87%	85,55%	84,86%	85,87%	84,51%
12	85,21%	86,20%	85,87%	84,86%	86,20%	87,41%	86,82%	85,87%	85,55%	87,12%	85,55%
13	85,55%	86,82%	86,51%	85,55%	86,82%	87,98%	87,41%	86,51%	86,51%	87,70%	85,55%
14	86,20%	87,41%	87,41%	85,87%	87,41%	88,52%	87,98%	87,12%	87,12%	88,25%	85,87%
15	86,82%	88,25%	87,70%	86,20%	87,98%	89,04%	88,25%	87,70%	87,70%	88,78%	86,82%
20	88,52%	90,23%	89,28%	87,98%	89,28%	90,67%	90,00%	89,28%	89,28%	90,67%	88,25%
25	89,77%	91,29%	90,45%	88,78%	90,00%	91,87%	91,09%	90,45%	90,45%	91,68%	89,04%
30	90,23%	92,24%	90,88%	89,28%	90,67%	92,59%	91,87%	91,09%	91,09%	92,59%	89,53%
35	90,88%	92,76%	91,49%	90,00%	90,88%	93,08%	92,24%	91,29%	91,87%	92,92%	90,00%
40	91,29%	93,08%	91,68%	90,23%	91,09%	93,39%	92,76%	91,68%	92,06%	93,39%	90,23%
45	91,49%	93,39%	91,87%	90,45%	91,29%	93,69%	92,92%	91,87%	92,24%	93,69%	90,67%
50	91,68%	93,54%	92,06%	90,45%	91,68%	93,83%	93,24%	92,06%	92,59%	93,97%	90,88%
55	91,87%	93,69%	92,24%	90,67%	91,68%	94,11%	93,39%	92,24%	92,76%	94,11%	90,88%
60	92,06%	93,83%	92,24%	90,67%	91,68%	94,25%	93,54%	92,59%	92,92%	94,38%	91,09%
70	92,24%	94,11%	92,41%	90,88%	91,87%	94,38%	93,54%	92,59%	93,08%	94,63%	91,29%
80	92,41%	94,11%	92,59%	90,88%	91,87%	94,50%	93,69%	92,59%	93,24%	94,75%	91,29%
90	92,59%	94,25%	92,76%	90,88%	91,87%	94,63%	93,83%	92,76%	93,24%	94,87%	91,49%
100	92,76%	94,38%	92,76%	91,09%	92,06%	94,75%	93,83%	92,76%	93,39%	94,99%	91,49%
110	92,92%	94,38%	92,76%	91,09%	92,06%	94,87%	93,83%	92,76%	93,39%	95,10%	91,49%
120	92,92%	94,38%	92,92%	91,09%	92,06%	94,87%	93,83%	92,76%	93,54%	95,21%	91,49%
130	92,92%	94,38%	92,92%	91,29%	92,24%	94,87%	93,97%	92,92%	93,69%	95,21%	91,49%
140	93,08%	94,38%	93,08%	91,29%	92,24%	94,99%	93,97%	93,08%	93,69%	95,32%	91,49%
150	93,08%	94,50%	93,08%	91,29%	92,24%	94,99%	93,97%	92,92%	93,69%	95,43%	91,49%
160	93,08%	94,50%	93,24%	91,29%	92,41%	94,99%	94,11%	92,92%	93,69%	95,43%	91,68%
170	93,24%	94,50%	93,24%	91,29%	92,41%	94,99%	94,11%	93,08%	93,83%	95,53%	91,68%
180	93,24%	94,50%	93,24%	91,49%	92,59%	94,99%	94,11%	93,08%	93,83%	95,53%	91,68%

ii. Tabela com os valores de conversão dos três experimentos realizados com agitação constante (sem agitação intermitente) com o desvio padrão para cada tempo.

t (min)	Conversão		
	2,5L	3,5L	4,5L
0	0,00% ± 0,00%	0,00% ± 0,00%	0,00% ± 0,00%
0,5	67,45% ± 0,56%	67,86% ± 0,52%	72,19% ± 0,83%
1	73,95% ± 3,66%	71,54% ± 0,92%	74,94% ± 0,29%
2	77,87% ± 3,51%	75,89% ± 0,55%	77,54% ± 0,98%
3	81,09% ± 3,06%	78,76% ± 0,54%	80,80% ± 0,62%
4	83,33% ± 2,87%	81,16% ± 0,48%	83,36% ± 0,19%
5	85,08% ± 2,62%	83,04% ± 0,21%	85,16% ± 0,05%
6	86,36% ± 2,42%	84,53% ± 0,09%	86,80% ± 0,14%
7	87,59% ± 2,41%	85,58% ± 0,10%	87,95% ± 0,28%
8	88,48% ± 2,19%	86,52% ± 0,17%	88,74% ± 0,17%
9	89,15% ± 1,94%	87,26% ± 0,15%	89,62% ± 0,17%
10	89,71% ± 1,78%	88,07% ± 0,12%	90,35% ± 0,12%
11	90,35% ± 1,76%	88,61% ± 0,17%	90,90% ± 0,19%
12	90,76% ± 1,62%	89,17% ± 0,06%	91,40% ± 0,23%
13	91,17% ± 1,59%	89,66% ± 0,08%	91,76% ± 0,24%
14	91,56% ± 1,51%	90,07% ± 0,00%	92,14% ± 0,22%
15	91,91% ± 1,44%	90,46% ± 0,01%	92,51% ± 0,24%
20	93,09% ± 1,18%	91,82% ± 0,01%	93,35% ± 0,60%
25	93,72% ± 1,05%	92,63% ± 0,06%	94,44% ± 0,21%
30	94,26% ± 0,92%	93,22% ± 0,06%	94,93% ± 0,24%
35	94,62% ± 0,81%	93,65% ± 0,04%	95,26% ± 0,27%
40	94,85% ± 0,77%	93,93% ± 0,06%	95,48% ± 0,28%
45	95,05% ± 0,73%	94,17% ± 0,05%	95,67% ± 0,27%
50	95,18% ± 0,72%	94,32% ± 0,09%	95,80% ± 0,25%
55	95,30% ± 0,67%	94,47% ± 0,06%	95,88% ± 0,19%
60	95,42% ± 0,62%	94,59% ± 0,06%	95,97% ± 0,17%
70	95,54% ± 0,57%	94,77% ± 0,09%	96,06% ± 0,21%
80	95,65% ± 0,54%	94,94% ± 0,06%	96,13% ± 0,21%
90	95,71% ± 0,50%	95,05% ± 0,06%	96,20% ± 0,22%
100	95,80% ± 0,49%	95,14% ± 0,07%	96,23% ± 0,23%
110	95,85% ± 0,48%	95,23% ± 0,03%	96,27% ± 0,21%
120	95,91% ± 0,47%	95,31% ± 0,06%	96,30% ± 0,22%
130	95,94% ± 0,47%	95,39% ± 0,07%	96,32% ± 0,22%
140	95,99% ± 0,46%	95,45% ± 0,08%	96,34% ± 0,22%
150	96,05% ± 0,43%	95,49% ± 0,07%	96,35% ± 0,23%
160	96,11% ± 0,41%	95,55% ± 0,08%	96,35% ± 0,24%
170	96,13% ± 0,40%	95,61% ± 0,05%	96,38% ± 0,23%
180	96,22% ± 0,39%	95,67% ± 0,04%	96,40% ± 0,23%

iii. Tabela com os valores de energia (Wh) dos onze experimentos do planejamento experimental 2^3 para cada tempo.

t (min)	Energia (Wh)										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0,1	0,1	0	0	0,1	0	0	0,1	0	0	0
3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
4	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,1	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
5	0,2	0,3	0,2	0,2	0,3	0,2	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2
6	0,3	0,4	0,2	0,3	0,3	0,2	0,3	0,4	0,3	0,3	0,3
7	0,4	0,4	0,3	0,4	0,4	0,3	0,14	0,4	0,4	0,4	0,4
8	0,4	0,5	0,4	0,4	0,5	0,4	0,4	0,5	0,4	0,5	0,5
9	0,5	0,6	0,4	0,5	0,5	0,4	0,5	0,6	0,5	0,5	0,5
10	0,6	0,7	0,5	0,5	0,6	0,5	0,6	0,7	0,6	0,6	0,6
11	0,6	0,8	0,5	0,6	0,7	0,5	0,7	0,7	0,6	0,7	0,7
12	0,7	0,9	0,6	0,6	0,8	0,6	0,7	0,8	0,7	0,8	0,8
13	0,7	0,9	0,6	0,7	0,8	0,7	0,8	0,9	0,8	0,9	0,8
14	0,8	1	0,7	0,8	0,9	0,7	0,9	1	0,9	0,9	0,9
15	0,8	1,1	0,8	0,8	1	0,8	1	1	0,9	1	1
20	1,1	1,5	1,1	1,1	1,4	1,1	1,3	1,4	1,3	1,3	1,3
25	1,4	1,9	1,4	1,4	1,7	1,4	1,7	1,8	1,7	1,7	1,7
30	1,7	2,3	1,7	1,7	2,1	1,6	2,1	2,2	2,1	2,1	2,1
35	2	2,7	2	2	2,5	1,9	2,4	2,6	2,4	2,4	2,4
40	2,3	3,1	2,3	2,3	2,8	2,1	2,8	2,9	2,8	2,8	2,8
45	2,6	3,5	2,6	2,6	3,2	2,4	3,1	3,3	3,2	3,2	3,2
50	2,9	3,9	2,9	2,9	3,6	2,6	3,5	3,7	3,5	3,6	3,5
55	3,1	4,3	3,1	3,2	3,9	2,8	3,9	4,1	3,9	3,9	3,9
60	3,4	4,7	3,4	3,5	4,3	3	4,3	4,5	4,2	4,3	4,3
70	4	5,5	4	4,1	5	3,4	5	5,3	5	5	5
80	4,6	6,3	4,6	4,7	5,8	3,8	5,7	6	5,7	5,7	5,7
90	5,2	7,1	5,1	5,3	6,5	4,3	6,4	6,8	6,4	6,5	6,5
100	5,8	7,9	5,5	5,9	7,3	4,7	7,2	7,6	7,1	7,2	7,2
110	6,4	8,7	5,9	6,5	8	5,2	7,9	8,4	7,9	7,9	7,9
120	7	9,5	6,3	7,1	8,7	5,7	8,6	9,1	8,6	8,7	8,7
130	7,6	10,4	6,9	7,7	9,5	6,1	9,3	9,9	9,3	9,4	9,4
140	8,2	11,2	7,4	8,3	10,2	6,5	10	10,7	10	10,1	10,1
150	8,7	12	7,9	8,9	11	6,9	10,8	11,4	10,8	10,9	10,9
160	9,3	12,8	8,4	9,5	11,7	7,3	11,5	12,2	11,5	11,6	11,6
170	9,9	13,6	9	10,1	12,5	7,8	12,2	13	12,2	12,3	12,3
180	10,5	14,4	9,4	10,7	13,2	8,2	12,9	13,8	13	13	13,1

iv. Tabela com os valores de energia (Wh) dos três experimentos realizados com agitação constante (sem agitação intermitente) com o desvio padrão para cada tempo.

t (min)	Energia (Wh) \pm desvio padrão		
	2,5L	3,5L	4,5L
0	0 \pm 0,00	0 \pm 0,00	0 \pm 0,00
1	0,05 \pm 0,05	0,1 \pm 0,00	0,05 \pm 0,05
2	0,1 \pm 0,10	0,2 \pm 0,00	0,15 \pm 0,05
3	0,2 \pm 0,10	0,3 \pm 0,00	0,2 \pm 0,00
4	0,25 \pm 0,05	0,4 \pm 0,00	0,3 \pm 0,00
5	0,35 \pm 0,05	0,4 \pm 0,00	0,35 \pm 0,05
6	0,4 \pm 0,10	0,5 \pm 0,00	0,45 \pm 0,05
7	0,5 \pm 0,10	0,6 \pm 0,00	0,5 \pm 0,00
8	0,6 \pm 0,10	0,7 \pm 0,00	0,6 \pm 0,00
9	0,7 \pm 0,10	0,8 \pm 0,00	0,7 \pm 0,00
10	0,8 \pm 0,10	0,9 \pm 0,00	0,8 \pm 0,00
11	0,9 \pm 0,10	0,9 \pm 0,00	0,85 \pm 0,05
12	0,95 \pm 0,05	1 \pm 0,00	0,9 \pm 0,00
13	1 \pm 0,10	1,1 \pm 0,00	1 \pm 0,00
14	1,1 \pm 0,10	1,2 \pm 0,00	1,1 \pm 0,00
15	1,2 \pm 0,10	1,3 \pm 0,00	1,15 \pm 0,05
20	1,6 \pm 0,10	1,7 \pm 0,00	1,6 \pm 0,00
25	2,05 \pm 0,15	2,1 \pm 0,00	2 \pm 0,00
30	2,45 \pm 0,15	2,55 \pm 0,05	2,35 \pm 0,05
35	2,9 \pm 0,10	3 \pm 0,00	2,75 \pm 0,05
40	3,35 \pm 0,15	3,4 \pm 0,00	3,15 \pm 0,05
45	3,75 \pm 0,15	3,85 \pm 0,05	3,55 \pm 0,05
50	4,15 \pm 0,15	4,25 \pm 0,05	3,95 \pm 0,05
55	4,6 \pm 0,20	4,65 \pm 0,05	4,4 \pm 0,10
60	5 \pm 0,20	5,1 \pm 0,00	4,8 \pm 0,10
70	5,9 \pm 0,20	5,95 \pm 0,05	5,65 \pm 0,15
80	6,7 \pm 0,20	6,75 \pm 0,05	6,35 \pm 0,15
90	7,55 \pm 0,25	7,6 \pm 0,00	7,2 \pm 0,20
100	8,4 \pm 0,20	8,45 \pm 0,05	8,05 \pm 0,15
110	9,25 \pm 0,25	9,25 \pm 0,05	8,85 \pm 0,15
120	10,05 \pm 0,25	10,15 \pm 0,05	9,65 \pm 0,15
130	10,9 \pm 0,30	10,95 \pm 0,05	10,5 \pm 0,20
140	11,75 \pm 0,25	11,75 \pm 0,05	11,3 \pm 0,20
150	12,6 \pm 0,30	12,6 \pm 0,10	12,1 \pm 0,20
160	13,45 \pm 0,25	13,45 \pm 0,05	13 \pm 0,20
170	14,3 \pm 0,30	14,25 \pm 0,05	13,8 \pm 0,20
180	15,15 \pm 0,35	15,1 \pm 0,10	14,6 \pm 0,20