

METODOLOGIA E VALIDAÇÃO EXPERIMENTAL DE UMA BANCADA PARA DETERMINAÇÃO DOS LIMITES DE INFLAMABILIDADE DO HVO

METHODOLOGY AND EXPERIMENTAL VALIDATION OF A WORKBENCH FOR DETERMINING THE FLAMMABILITY LIMITS OF HVO

José Carlos Andrade¹

Nestor Proenza Pérez²

Chistian J. Coronado Rodríguez³

Fernando de S. Costa⁴

Javier A. Rodríguez Travieso⁵

RESUMO - O Óleo Vegetal Hidrotratado (HVO), biocombustível de segunda geração com desempenho superior ao diesel fóssil, não tem os limites de inflamabilidade determinados, sendo assumidos equivalentes ao diesel convencional nas Fichas de Segurança. Este trabalho apresenta metodologia experimental para determinação desses limites conforme a norma ASTM E681, com validação de equipamento, arcabouço teórico e planejamento experimental. Um vaso esférico de vidro de 20 L foi adaptado para os ensaios, com faixa operacional de temperatura (130–180°C) e pressão (10–101 kPa) definidas a partir da pressão de vapor e temperatura de autoignição do HVO (477 K). A validação confirma capacidade do equipamento para determinação precisa dos limites de inflamabilidade por critérios visuais de propagação de chama, com incerteza de medição combinada de $\pm 2,19\%$.

Palavras-chave: combustível HVO. limites de inflamabilidade. metodologia experimental.

ABSTRACT - Hydrotreated Vegetable Oil (HVO), a second-generation biofuel with superior performance compared to fossil diesel, has no experimentally determined flammability limits, which are commonly assumed equivalent to conventional diesel in Safety Data Sheets. This work presents an experimental methodology for determining these limits in accordance with ASTM E681, encompassing equipment validation, theoretical framework, and experimental planning. A 20 L spherical glass vessel was adapted for the tests, with the operational temperature range (130–180°C) and pressure range (10–101 kPa) defined from the vapor pressure characteristics and autoignition temperature of HVO (477 K). The validation confirms the equipment's capability for precise determination of flammability limits using visual flame propagation criteria, achieving a combined measurement uncertainty of $\pm 2.19\%$.

Keywords: Fuel HVO. flammability limits. experimental methodology.

¹ Mestrando em Engenharia Mecânica (UNESP/Guaratinguetá-SP), Contato: jc.andrade@unesp.br

² Doutor em Engenharia de Energia (UNESP/Guaratinguetá-SP), Contato: nestor.proenza@unesp.br

³ Doutor em Engenharia Mecânica (UNIFEI/Itajubá-MG), Contato: christian@unifei.edu.br

⁴ Ph.D. em Engenharia Aeroespacial (INPE/C.Paulista -SP), Contato: fernando.costa@inpe.br.

⁵ Mestrando em Engenharia Mecânica (UNESP/Guaratinguetá-SP), Contato: javier.travieso@unesp.br

I. INTRODUÇÃO

A estrutura regulatória do HVO permanece pouco desenvolvida em muitos países, incluindo o Brasil, onde a ANP ainda não estabeleceu normas consolidadas e a produção doméstica está limitada à escala experimental pela Petrobras (PETROBRAS DISTRIBUIDORA, 2021). Essa lacuna regulatória impacta diretamente a documentação de segurança: sem normas técnicas vinculantes, os fabricantes não são obrigados a reportar parâmetros críticos, como os limites de inflamabilidade, nas Fichas de Segurança (DIESEL S10, n.d.; Neste, 2022). O desenvolvimento comercial do HVO se acelerou nas décadas de 2000 e 2010, liderado por iniciativas europeias. Finlândia e Suécia destacaram-se na produção em larga escala, com empresas como Neste e UPM processando milhões de toneladas anualmente (Neste Corporation, 2020). A Neste produziu HVO pela primeira vez em 2007 sob o nome NExBTL (Neste, 2022), sendo o produto atualmente comercializado também como Green Diesel e UPM BioVerno (Tirumareddy et al., 2022). Do ponto de vista da sustentabilidade, o HVO reduz as emissões de gases de efeito estufa em 50–90% ao longo do ciclo de vida em relação ao diesel fóssil, conforme a matéria-prima utilizada (Dimitriadis et al., 2018). Pode ser usado puro ou em mistura com diesel convencional sem perda de eficiência energética [10]. Fisico-quimicamente semelhante ao diesel, permite uso drop-in em motores de combustão interna e turbinas a gás, com maior densidade energética e menores emissões de NOx, sem modificações nos equipamentos (*IEA - AMF - Paraffinic Fuels: Fuel Properties*, 2023). Na aviação, é classificado como SPK-HEFA e aprovado para mistura com Jet-A1 (Gutiérrez-Antonio et al., 2017). Apesar dessas vantagens, parâmetros críticos de segurança do HVO permanecem incompletamente caracterizados (CONIAC, 2023). Os limites de inflamabilidade faixa de concentração de vapor no ar dentro da qual a propagação de chama pode ocorrer na presença de uma fonte de ignição (Coward & Jones, 1952; Glassman et al., 2014a) representam uma lacuna fundamental na literatura técnica e na documentação de segurança (Neste, 2022; PETROBRAS DISTRIBUIDORA, 2021), sendo essenciais para avaliação de riscos, projeto de armazenamento e conformidade regulatória (Zabetakis, 1965). Este trabalho desenvolve e valida uma metodologia experimental para determinação dos limites de inflamabilidade do HVO, com os seguintes objetivos: adaptação e qualificação do equipamento conforme normas internacionais (ASTM-E0681-09R23, 2023); desenvolvimento de protocolo padronizado para ensaios com HVO; análise de incerteza do aparato experimental (HUGHES, 2010b); estabelecimento de arcabouço teórico para otimização das condições de ensaio (de Paula J. Keeler, 2018a); planejamento experimental sistemático; e construção de base de dados para subsidiar futuros estudos de inflamabilidade.

II. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Fundamentos dos Limites de Inflamabilidade

De acordo com Glassman (Glassman, 2015; Glassman et al., 2014b), inflamabilidade refere-se ao conjunto de circunstâncias que permitem a propagação da chama; quando essas circunstâncias são modificadas até o ponto em que a chama cessa, define-se um limite de estabilidade. Esse ponto é denominado limite de inflamabilidade (FL). De forma complementar, Coward & Jones definem os limites de inflamabilidade como as composições mais pobre e mais rica de combustível em uma mistura gasosa combustível-oxidante, em dadas condições de temperatura e pressão, nas quais ocorre propagação estável de chama. Existem dois limites: o limite inferior de inflamabilidade (LFL),

correspondente à menor concentração de combustível capaz de sustentar a propagação da chama, e o limite superior de inflamabilidade (UFL), correspondente à maior concentração. Ambos são expressos em porcentagem volumétrica de combustível na mistura (Coward & Jones, 1952; Zabetakis, 1965). Para misturas de combustíveis, a regra de mistura de Le Chatelier (Mashuga & Crowl, 2000; Mendiburu et al., 2020), representada na equação (1), é amplamente utilizada para estimar esses limites:

$$\frac{1}{LFL_{mix}} = \sum \left(\frac{y_i}{LFL_i} \right) \quad (1)$$

onde LFL_{mix} é o limite inferior de inflamabilidade da mistura (vol%), y_i é a fração molar do componente i na mistura, e LFL_i é o limite inferior de inflamabilidade do componente i puro (vol%). Embora amplamente utilizada, suas limitações são conhecidas para certos compostos e condições operacionais (Mendiburu et al., 2015, 2016, 2020). Estudos recentes têm abordado a dependência dos limites de inflamabilidade com a temperatura e pressão (Liaw & Li, 2024; Mendiburu et al., 2017; Wan & Zhang, 2016), bem como desenvolvido modelos para estimativa de propriedades de inflamabilidade a partir da estrutura molecular (Albahri, 2003; Gharagheizi, 2009).

III. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Propriedades do HVO

As amostras de HVO utilizadas neste estudo foram produzidas pela Neste Corporation sob o nome comercial "Neste MY Renewable Diesel" e foram doadas pelo Grupo de Estudos em Tecnologia de Conversão de Energia (GETEC) da Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI. As propriedades físico-químicas do HVO utilizadas neste trabalho são apresentadas na Tabela 1 (Neste Corporation, 2020).

Tabela 1: Propriedades Físico-Químicas do HVO

Propriedade	Valor
Fórmula molecular aproximada	C ₁₄ H ₃₀
Razão H/C	2,14
Peso molecular [g/mol]	198,4
Poder calorífico inferior [MJ/kg]	44,10
Número de cetano	76,3
Densidade específica a 20°C [kg/m ³]	780
Viscosidade dinâmica a 40°C [mm ² /s]	2,82
Pressão de vapor a 25°C [kPa]	0,087
Ponto de ebulição inicial [°C]	180
Ponto de fulgor [°C]	61
Temperatura de autoignição [K]	477
Composição	
C (% massa)	84,60
H (% massa)	15,39
O (% massa)	0,00
S (% massa)	0,00
Parafinas (n- e iso-) [% peso]	>98,5
Aromáticos [% peso]	<1,0

3.2 Aparato Experimental

A bancada experimental para a determinação dos limites de inflamabilidade foi projetada, instrumentada e operacionalizada com base na norma ASTM E681 (ASTM-E0681-09R23, 2023). O aparato está instalado no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) em Cachoeira Paulista (SP), Brasil (Figura 1).



Figura 1: Configuração experimental para teste de inflamabilidade do HVO.
(fonte: o autor)

3.3 Projeto da Câmara de Inflamabilidade

A câmara de inflamabilidade (Figura 2) é aquecida por meio de elementos elétricos e pode atingir temperaturas de até 300°C. É termicamente isolada e possui uma janela de observação para registro da estrutura da chama e determinação dos limites de inflamabilidade por critério visual (ASTM-E0681-09R23, 2023). O método ASTM E681 utiliza critérios visuais para determinar os limites inferior e superior de inflamabilidade para componentes com pressão de vapor suficiente para formar misturas inflamáveis no ar à pressão atmosférica padrão e à temperatura de ensaio (ASTM-E0681-09R23, 2023). A bancada experimental possui um vaso de ensaio esférico de 20 L. A norma ASTM E681 não regulamenta o volume de ensaio, que na bancada atual foi aumentado para garantir maior controle operacional e melhor precisão dos resultados. O vaso esférico de vidro está equipado com um transdutor de pressão de alta precisão e um termopar tipo E. O transdutor de pressão mede a pressão inicial e a variação de pressão durante a deflagração.

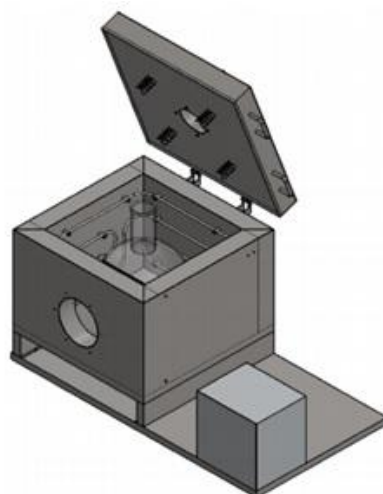


Figura 2: Desenho esquemático da câmara de inflamabilidade. Fonte- adaptado de Coronado et al., 2014.

3.4 Sistemas de Instrumentação e Controle

O sensor que mede a pressão no interior do vaso tem uma faixa de medição entre -1 a +1 bar, o que, além da precisão nas medições relativas, fornece controle total da pressão entre vácuo total e +1 atm acima da pressão ambiente. Esta melhoria na sensibilidade dos dados é crucial ao lidar com condições de vácuo necessárias para os ensaios (Xin et al., 2025). A medição e o controle da temperatura da mistura são realizados com um termopar inserido dentro do vaso, sendo o aquecimento feito nas paredes da câmara interna através de resistências com um controlador do tipo PID (Carvalho et al., 2018; Carvalho & Mcquay, 2007). Atualmente, a diferença entre a temperatura lida no controlador e o termopar interno foi reduzida para um gradiente de apenas 5°C, facilitando a coleta de dados sobre os gradientes de temperatura relativos da mistura ensaiada antes e após a ignição e combustão do combustível. A abertura entre os eletrodos de ignição é de 6,4 mm e a energia liberada é de 9 J (equivalente a 30 mA a 15 kV), fornecida por um transformador por 0,02s (Coronado et al., 2014). O aparato de inflamabilidade é monitorado por um software de aquisição de dados LABVIEW conectado a um PC para coleta de todas as variáveis e armazenamento de dados. O sistema de válvulas para alimentação de gases permite o controle da entrada de gases necessários no vaso de ensaio, bem como a criação de vácuo. Consiste principalmente em um cilindro de gás inerte (N₂) e um cilindro de ar sintético (80% N₂ e 20% O₂). Estes cilindros de gás são conectados através de tubulações e válvulas ao vaso de combustão. O nitrogênio tem pureza mínima de 99,99%. O ar sintético também tem pureza mínima de 99,99% (Coronado et al., 2014).

3.5 Sistema de Aquisição de Dados

O sistema de aquisição de dados LABVIEW é utilizado para monitorar variáveis como pressões no vaso de combustão, temperatura ambiente, temperatura interna do vaso e temperatura de aquecimento da câmara. Interfaces da National Instruments Inc. e o software Labview monitoram e coletam dados durante os ensaios. Os dados iniciais do ensaio também são registrados manualmente, levando em consideração fatores como tipo de combustível, data, pressão, temperatura, volume, tempo e se houve inflamabilidade.

3.6 Procedimento Experimental

O procedimento experimental segue a norma ASTM E681 (ASTM-E0681-09R23, 2023) com adaptações para as características do HVO. Cada ensaio experimental dura de 20 a 30 minutos e consiste nas seguintes etapas sequenciais:

Verificação do Equipamento: Verificação completa do sistema, incluindo a calibração da instrumentação.

Limpeza da Câmara: Duas purgas com nitrogênio seguidas de uma purga com ar sintético.

Criação de Vácuo: Redução da pressão para menos de 1 kPa absoluto para garantir a remoção de toda a água e produtos de combustão de ensaios anteriores (Xin et al., 2025).

Injeção da Amostra: Injeção da amostra de HVO no vaso, garantindo a vaporização completa.

Adição de Ar: Adição de ar sintético ao vaso, com todas as concentrações dos componentes determinadas a partir das pressões parciais.

Homogeneização da Mistura: Acionamento do agitador magnético para mistura uniforme.

Registro: Ativação da câmera para análise visual da propagação da chama.

Ignição: Ignição da mistura, coleta e armazenamento do resultado.

3.7 Critérios de Inflamabilidade

De acordo com a norma ASTM E681, uma mistura é inflamável se a chama se propaga para cima e em direção às paredes do vaso, formando um arco maior que 90°. Se a propagação da chama não puder ser reproduzida ou sua extensão não for clara, com estrutura irregular, sem propagação uniforme, ou a chama não preencher pelo menos metade do vaso, mesmo com a concentração inflamável máxima no ar, a mistura não está dentro dos limites de inflamabilidade (ASTM-E0681-09R23, 2023). Para a determinação do limite de inflamabilidade, calcula-se a média entre a concentração onde ocorreu a propagação da chama e onde não ocorreu [16]. A norma realiza esta conversão através da equação (2):

$$(LFL)ou (UFL) = \left(\frac{n_{amostra}}{n_{gás}} \right) \times 100 \quad (2)$$

onde a concentração volumétrica é calculada pelas equações (3) e (4), considerando o volume da amostra, densidade, peso molecular, pressão e temperatura de ensaio de acordo com as correções da lei dos gases ideais (de Paula J. Keeler, 2018b):

$$n_{amostra} = \frac{(V_{amostra} \cdot \rho_{amostra})}{M_{amostra}} \quad (3)$$

$$n_{gás} = \frac{(P \cdot V_{vaso})}{(R \cdot T)} \quad (4)$$

sendo:

- $n_{amostra}$ = número de moles da amostra de HVO (mol)
- $n_{gás}$ = número de moles de gás (ar) no vaso (mol)
- $V_{amostra}$ = volume da amostra injetada (L)
- $\rho_{amostra}$ = densidade da amostra (kg/m³)
- $M_{amostra}$ = massa molecular da amostra (g/mol)

- P = pressão no vaso (Pa)
- V_{vaso} = volume do vaso (20 L)
- R = constante universal dos gases (8,314 J/(mol·K))
- T = temperatura absoluta (K)

3.8 Análise da Incerteza Combinada do Sistema

A incerteza total de medição para a determinação do limite de inflamabilidade combina contribuições de todos os sistemas de medição de acordo com os princípios de propagação de incertezas estabelecidos (HUGHES, 2010a). Usando o método da raiz quadrada da soma dos quadrados em (5) para fontes de incerteza independentes:

$$\frac{\sigma_{FL}}{FL} = \sqrt{\left[\left(\frac{\sigma_v}{v}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_P}{P}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_T}{T}\right)^2\right]} \quad (5)$$

onde:

- $\sigma_v/v = 2,0\%$ (incerteza relativa da injeção de volume)
- $\sigma_P/P = 0,5\%$ (incerteza relativa da medição de pressão)
- $\sigma_T/T = 0,75\%$ (incerteza relativa da medição de temperatura)

Substituindo os valores em (6), resulta:

$$\frac{\sigma_{FL}}{FL} = \sqrt{[(0,02)^2 + (0,005)^2 + (0,0075)^2]} = \pm 0,0219 = \pm 2,19\% \quad (6)$$

Esta incerteza de medição combinada de $\pm 2,19\%$ está bem dentro dos limites aceitáveis para ensaios de inflamabilidade e se compara favoravelmente com estudos semelhantes relatados na literatura (Coronado et al., 2014; Mendiburu et al., 2015, 2016). A análise de incerteza demonstra que o aparato experimental fornece precisão adequada para a caracterização confiável da inflamabilidade do HVO.

IV. RESULTADOS DA VALIDAÇÃO DO EQUIPAMENTO

4.1 Metodologia de Calibração e Validação

O aparato experimental passou por procedimentos abrangentes de calibração e validação para garantir a precisão e confiabilidade das medições para os ensaios de inflamabilidade do HVO. O processo de validação abrangeu três sistemas críticos de medição: pressão (vácuo efetivo), temperatura e injeção de volume, cada um contribuindo para a incerteza total de medição da bancada experimental (HUGHES, 2010a).

4.2 Calibração do Sistema de Pressão

O sistema de medição de pressão utiliza um transdutor de alta precisão com faixa de medição de -1 a +1 bar em relação à pressão atmosférica. O procedimento de calibração envolveu:

4.3 Padrões de Calibração

Padrões de pressão certificados, rastreáveis a institutos nacionais de metrologia, foram empregados em toda a faixa de medição. Os pontos de calibração incluíram condições de

vácuo (pressões negativas) essenciais para a preparação inicial do vaso e pressões positivas de até 103 kPa para os ensaios experimentais.

4.4 Procedimento de Calibração

Múltiplos pontos de pressão foram estabelecidos usando duas bombas Edwards em paralelo, criando níveis de vácuo com precisão e a resposta do transdutor foi registrada através do sistema de aquisição de dados LABVIEW. A análise de regressão linear dos dados de calibração rendeu coeficientes de correlação (R^2) superiores a 0,9995 em toda a faixa de medição.

4.5 Análise de Incerteza

A incerteza da medição de pressão foi determinada através da análise estatística dos dados de calibração e inclui contribuições da incerteza padrão, repetibilidade e incerteza do padrão de calibração. A incerteza padrão combinada para as medições de pressão é de 0,5%, o que se traduz em $\pm 0,5$ kPa em condições atmosféricas e valores proporcionalmente menores em pressões reduzidas (HUGHES, 2010a; Neste, 2022).

4.6 Verificação de Desempenho

Verificações regulares usando calibradores de pressão portáteis confirmam a repetibilidade da medição por períodos prolongados. A análise de deriva ao longo de seis meses de operação mostrou estabilidade da medição de pressão dentro de $\pm 0,1\%$ do fundo de escala.

4.7 Calibração do Sistema de Temperatura

A medição e o controle da temperatura representam aspectos críticos da bancada experimental, dadas as características de pressão de vapor do HVO e a necessidade de controle preciso da temperatura para garantir a vaporização completa (Mendiburu et al., 2015, 2017). Termopares do tipo E foram selecionados por sua precisão e estabilidade superiores na faixa de temperatura experimental (130-180°C) [9]. Os termopares são posicionados estrategicamente dentro e fora do vaso de ensaio para fornecer uma medição representativa da temperatura da mistura. Pontos de calibração foram estabelecidos em intervalos de 25°C em toda a faixa de temperatura experimental, com pontos adicionais em temperaturas críticas (130°C para o limiar de vaporização e 180°C para a temperatura máxima de ensaio). A medição e o controle da temperatura da mistura são realizados com um termopar inserido dentro do vaso, sendo o aquecimento feito nas paredes da câmara interna através de resistências com um controlador do tipo PID (Coronado et al., 2014). Atualmente, a diferença entre a temperatura lida no controlador e o termopar interno foi reduzida para um gradiente de apenas 10°C. A análise da uniformidade da temperatura revelou gradientes inferiores a $\pm 5^\circ\text{C}$ em todo o volume do vaso, bem dentro dos limites aceitáveis para ensaios de inflamabilidade (ASTM-E0681-09R23, 2023). O controlador de temperatura PID foi ajustado para minimizar a sobrecarga e a oscilação da temperatura. A análise do desempenho do controle mostra estabilidade da temperatura dentro de $\pm 2^\circ\text{C}$ do ponto de ajuste em condições de estado estacionário, com tempos de estabilização inferiores a 15 minutos para mudanças de temperatura de 50°C. Com isto, a incerteza da medição de temperatura combina a precisão do termopar, a resolução do sistema de

aquisição de dados e a incerteza do padrão de calibração, resultando em uma incerteza combinada de 0,75% da leitura ou $\pm 1,5^{\circ}\text{C}$ a 200°C .

4.8 Validação do Sistema de Injeção de Volume

O sistema de injeção de combustível representa o maior contribuinte para a incerteza total de medição devido aos pequenos volumes de HVO necessários para a preparação da mistura e aos requisitos de precisão para a determinação exata da concentração. As amostras de HVO são introduzidas usando micropipetas de precisão com volumes ajustáveis variando de 10 μL a 1 mL para otimizar a precisão em toda a faixa de volumes de injeção necessários. A precisão da micropipeta foi verificada usando métodos gravimétricos com balanças analíticas capazes de resolução de 0,1 mg. Padrões de densidade conhecidos foram usados para estabelecer relações volume-massa, e múltiplas medições foram realizadas para caracterizar a repetibilidade. O procedimento de injeção foi padronizado para minimizar variações dependentes da técnica. Fatores avaliados incluem a taxa de injeção, a posição da agulha e os efeitos do espaço de vapor. Procedimentos operacionais padrão foram estabelecidos para garantir um desempenho de injeção consistente em todos os experimentos. A evaporação completa do HVO dentro do vaso de ensaio foi verificada através de medições de aumento de pressão e confirmação visual. Os protocolos de ensaio garantem tempo adequado para a vaporização completa antes da adição de ar, e os cálculos da pressão de vapor confirmam que as condições de ensaio promovem a mudança de fase completa (Mashuga & Crowl, 2000; Mendiburu et al., 2020). A incerteza na injeção do combustível foi caracterizada através de injeções repetidas de volumes conhecidos. A análise inclui a precisão da micropipeta, a resolução da leitura e a repetibilidade da técnica. A incerteza padrão combinada para a injeção de volume é de 2,0%, representando a contribuição dominante para a incerteza total de medição (HUGHES, 2010a).

4.9 Ensaios de Validação com Compostos de Referência

Para verificar o desempenho geral do sistema e validar a metodologia experimental, foram conduzidos ensaios preliminares usando referências da literatura com propriedades de inflamabilidade bem estabelecidas. Esta abordagem de validação fornece confiança na bancada experimental antes dos ensaios com HVO e permite a identificação de quaisquer erros sistemáticos. Os ensaios de referência foram conduzidos em condições atmosféricas padrão (25°C , 101 kPa) para permitir a comparação direta com os valores da literatura (Zabetakis, 1965). Múltiplas repetições foram realizadas para avaliar a repetibilidade da medição e identificar quaisquer vieses sistemáticos. Com os ensaios de validação preliminares obteve-se limites de inflamabilidade dentro de $\pm 3,0\%$ dos valores da literatura (Coronado et al., 2014; Coward & Jones, 1952), demonstrando concordância satisfatória e confirmando o funcionamento adequado do equipamento. Os pequenos desvios observados estão dentro das faixas esperadas, considerando as diferenças na geometria do aparato e nos protocolos de ensaio em comparação com os métodos de referência padrão.

4.10 Resultados dos Ensaios Preliminares

Ensaios de validação iniciais foram conduzidos com amostras de HVO para verificar o desempenho do equipamento e refinar os procedimentos experimentais. Dois ensaios

representativos são apresentados na Figura 3 e 5 para demonstrar as capacidades do sistema e a qualidade da medição. O teste número 1 (Limite Inferior de Inflamabilidade) apresentado na figura 3, foi feito a 100 mbar (10 KPa) com amostra de HVO e na temperatura da mistura a 145°C, injetando um volume de 0,6mL de HVO.

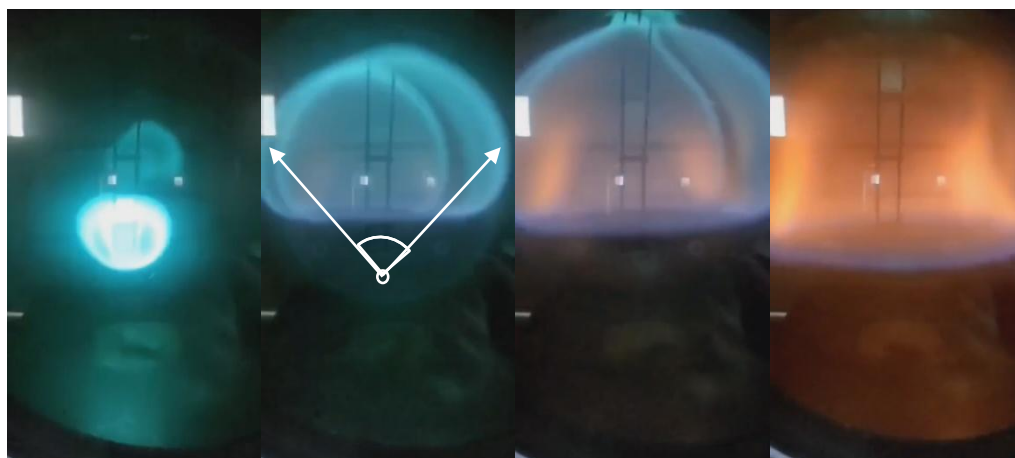


Figura 3: Propagação de chama bem-sucedida atendendo aos critérios visuais da ASTM E681. Fonte: Autor.

A propagação da chama, apresentada na Figura 3, exibiu o padrão característico de expansão esférica com propagação do arco excedendo 90°, conforme exigido pela norma (ASTM-E0681-09R23, 2023). A medição do aumento de pressão mostrou um pico de aumento de pressão de aproximadamente 10 kPa, confirmando a deflagração bem-sucedida com um aumento de temperatura de aproximadamente 20°C, consistente com a liberação de calor esperada da combustão nesta pressão, como mostram os Figuras 4 e 5.

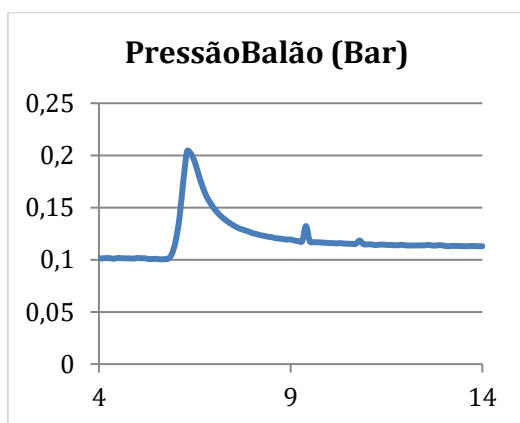


Figura 4: Pressão (Bar) x tempo(s)

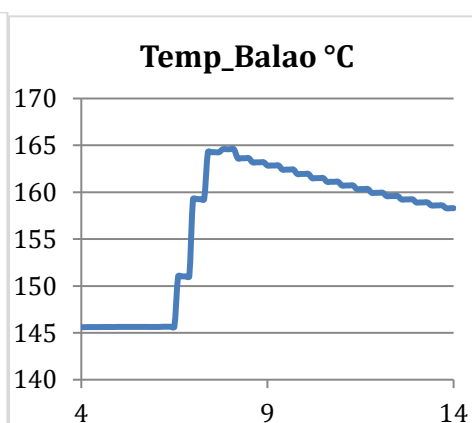


Figura 5: Temperatura (°C) x tempo(s)

Percebe-se uma variação na pressão da ordem de +10 kPa e na temperatura por volta de 20°C.

O teste número 2 (Limite Superior de Inflamabilidade) apresentado na Figura 6, apresenta uma queima mais intensa com pressão inicial de 20 kPa, e temperatura inicial de 120°C, e o volume de combustível calculado para LSI em mistura com ar sintético. Ou seja, muito mais combustível para a queima.



Figura 6: Combustão intensa com consumo completo do combustível.

Fonte: Autor.

Este ensaio demonstrou um comportamento próximo às condições de mistura rica (Foto 3), com duração de chama sustentada de 1,218 segundos em comparação com 0,856 segundos para o ensaio de mistura pobre. Os gráficos das Figuras 7 e 8, mostram o aumento de pressão que atingiu aproximadamente 100 kPa, com um aumento de temperatura de 50°C, indicando combustão completa do combustível disponível.

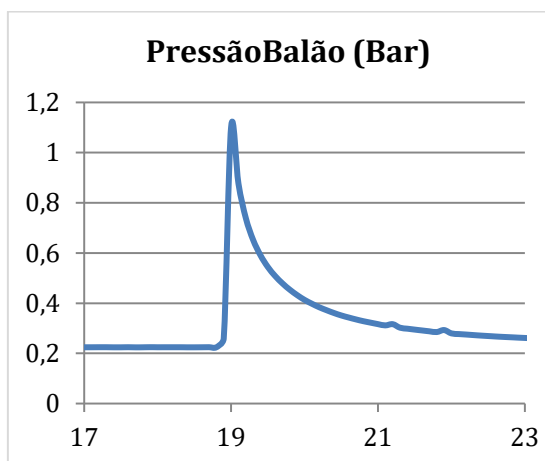


Figura 7: Pressão (Bar) x tempo(s)

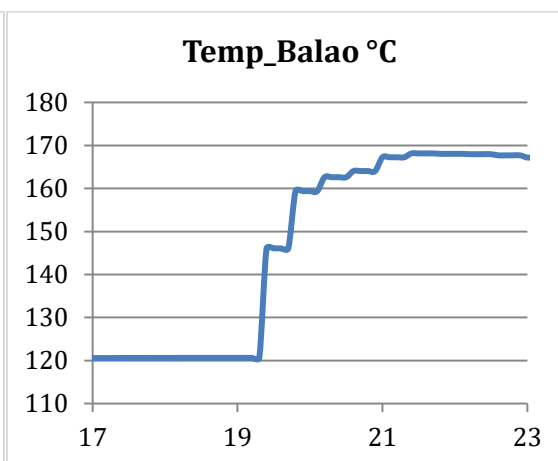


Figura 8: Temperatura (°C) x tempo(s)

Todos os ensaios foram gravados usando câmeras de alta velocidade (60 fps) e os dados com o supervisor LABVIEW (NI), para permitir uma análise detalhada da propagação da chama. A análise do vídeo confirma que os padrões de propagação da chama estão de acordo com os critérios da ASTM E681 e fornece documentação permanente dos resultados dos ensaios.

V. CONCLUSÕES

Este trabalho apresentou o desenvolvimento e a validação de uma metodologia experimental para a determinação dos limites de inflamabilidade do HVO (Óleo Vegetal Hidrotratado). Os principais resultados e contribuições podem assim ser sumarizados:

- a) Uma bancada experimental baseada na norma ASTM E681 foi adaptada e validada, demonstrando capacidade para ensaios com HVO nas em várias faixas de temperatura (até 250°C) e pressão (10-101 kPa) requeridas.
- b) A análise de incerteza combinada resultou em $\pm 2,19\%$ para as medições dos limites de inflamabilidade, conforme a equação (5) valor que está dentro do aceitável para este tipo de ensaio e compatível com a literatura especializada (Coronado et al., 2014; HUGHES, 2010b).
- c) Os ensaios de validação com compostos de referência apresentaram concordância de $\pm 3\%$ com os valores clássicos da literatura (Coronado et al., 2014; Coward & Jones, 1952; Zabetakis, 1965), confirmando o correto funcionamento do sistema.
- d) Os ensaios preliminares com HVO demonstraram a aplicabilidade da metodologia, com registros visuais de propagação de chama que atendem aos critérios da ASTM E681.

Como trabalhos futuros, pretende-se executar uma campanha experimental sistemática para determinar os limites inferior e superior de inflamabilidade do HVO em toda a faixa de pressões e temperaturas proposta, gerando assim um banco de dados inédito na literatura. Adicionalmente, os resultados experimentais poderão ser comparados com modelos teóricos, como a regra de Le Chatelier (Mashuga & Crowl, 2000; Mendiburu et al., 2020) e correlações de dependência temperatura-pressão (Liaw & Li, 2024; Mendiburu et al., 2017; Wan & Zhang, 2016), contribuindo para a segurança na produção, armazenamento e manuseio do HVO.

VI. REFERÊNCIAS

- Albahri, T. A. (2003). Flammability characteristics of pure hydrocarbons. *Chemical Engineering Science*, 58(16), 3629–3641. [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(03\)00251-3](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(03)00251-3)
- ASTM-E0681-09R23. (2023). *ASTM-E0681-09R23*. <https://cdn.standards.iteh.ai/samples/115213/975f8e59eec3436980f3df23129dd515/ASTM-E681-09-2023-.pdf>
- Carvalho, J. A., & Mcquay, M. Q. (2007). *Principios de Combustao Aplicada*. 90.
- Carvalho, J. A., Zevallos, A. A. M., Rodriguez, C. J. C., & Mcquay, M. Q. (2018). *Combustão aplicada*. Edufsc.
- CONIAC. (2023, September 1). *DRAFT: Safety of Alternatives to Onsite Diesel: Things to...* | CONIAC. <https://www.coniac.org.uk/resources/safety-of-alternatives-to-onsite-diesel-things-to-consider-hvo>
- Coronado, C. J. R., Jr, J. A. C., Andrade, J. C., Mendiburu, A. Z., Cortez, E. V, Carvalho, F. S., Gonçalves, B., Quintero, J. C., Velásquez, E. I. G., Silva, M. H., Santos, J. C., & Nascimento, Marco. A. R. (2014). Flammability limits of hydrated and anhydrous ethanol at reduced pressures in aeronautical applications. *Journal of Hazardous Materials*, 280, 174–184. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2014.07.063>
- Coward, H. F., & Jones, G. W. (1952). Limits of flammability of gases and vapors Important. *H.F. Coward and G. W. Jones*, 1–162. <https://shepherd.caltech.edu/EDL/PublicResources/flammability/USBM-503.pdf>
- de Paula J. Keeler, A. P. C. 11th ed. O. U. P. O. 2018. P. A. (2018a). Physical Chemistry. In *Oxford University Press*. oxford.

- de Paula J. Keeler, A. P. C. 11th ed. O. U. P. O. 2018. P. A. (2018b). Physical Chemistry. In *Oxford University Press*. oxford.
- DIESEL S10. (n.d.). *Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico - FISPQ*.
- Dimitriadis, A., Natsios, I., Dimaratos, A., Katsaounis, D., Samaras, Z., Bezergianni, S., & Lehto, K. (2018). Evaluation of a Hydrotreated Vegetable Oil (HVO) and Effects on Emissions of a Passenger Car Diesel Engine. *Frontiers in Mechanical Engineering, Volume 4-2018*. <https://doi.org/10.3389/fmech.2018.00007>
- Gharagheizi, F. (2009). A QSPR model for estimation of lower flammability limit temperature of pure compounds based on molecular structure. *Journal of Hazardous Materials, 169*(1–3), 217–220. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.03.083>
- Glassman, I. (2015). Flame phenomena in premixed combustible gases. In *Combustion*. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-407913-7.00004-9>
- Glassman, I., Yetter, R. A., & Glumac, N. G. (2014a). *Combustion: Fifth Edition*. 1–757.
- Glassman, I., Yetter, R. A., & Glumac, N. G. (2014b). *Combustion: Fifth Edition*. 1–757.
- Gutiérrez-Antonio, C., Gómez-Castro, F. I., de Lira-Flores, J. A., & Hernández, S. (2017). A review on the production processes of renewable jet fuel. *Renewable and Sustainable Energy Reviews, 79*, 709–729. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.05.108>
- HUGHES, I. G. H. T. P. A. (2010a). *Uncertainties in single-variable: A practical guide to modern error analysis*. 160.
- HUGHES, I. G. H. T. P. A. (2010b). *Uncertainties in single-variable: A practical guide to modern error analysis*. 160.
- IEA - AMF - Paraffinic Fuels: Fuel Properties. (2023). https://www.iea-amf.org/content/fuel_information/paraffins/fuel_properties
- Liaw, H.-J., & Li, J.-H. (2024). Model for estimating the effects of pressure and dilution on the flammability limits of fuels in constant-volume systems at subatmospheric pressure. *Fuel, 369*, 131784. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2024.131784>
- Mashuga, C. V., & Cowl, D. A. (2000). Derivation of Le Chatelier's mixing rule for flammable limits. *Process Safety Progress, 19*(2), 112–117. <https://doi.org/10.1002/prs.680190212>
- Mendiburu, A. Z., Coronado, C. R., & de Carvalho, J. A. (2020). Difficulties on the determination of the flammability limits of fuel mixtures by the Law of Le Chatelier. *Process Safety and Environmental Protection, 142*, 45–55. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2020.05.047>
- Mendiburu, A. Z., de Carvalho, J. A., & Coronado, C. R. (2015). Estimation of lower flammability limits of CH compounds in air at atmospheric pressure, evaluation of temperature dependence and diluent effect. *Journal of Hazardous Materials, 285*, 409–418. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2014.10.058>
- Mendiburu, A. Z., de Carvalho, J. A., & Coronado, C. R. (2016). Estimation of upper flammability limits of C-H compounds in air at standard atmospheric pressure and evaluation of temperature dependence. *Journal of Hazardous Materials, 304*, 512–521. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2015.11.008>
- Mendiburu, A. Z., de Carvalho, J. A., Coronado, C. R., & Roberts, J. J. (2017). Flammability limits temperature dependence of pure compounds in air at atmospheric pressure. *Energy, 118*, 414–424. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2016.12.036>
- Neste Corporation. (2020). Neste Renewable Diesel Handbook. In Neste.
- Neste, O. (2022). *Material Safety Data Sheet. Neste Renewable Diesel*. 1–30.

- PETROBRAS DISTRIBUIDORA. (2021). *SDS Diesel S10 BR0119 PETROBRAS DISTRIBUIDORA*. www.vibraenergia.com.br. <https://petroservpetroleo.com.br/wp-content/uploads/2022/04/FISPQ-Diesel-B-S10.pdf>
- Tirumareddy, P., Esmi, F., Masoumi, S., Borugadda, V. B., & Dalai, A. K. (2022). *Introduction to Green Diesel*. 1–40. https://doi.org/10.1007/978-981-19-2235-0_1
- Wan, X., & Zhang, Q. (2016). Numerical study of influence of initial pressures and temperatures on the lower flammability limits of oxygenated fuels in air. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, 41, 40–47. <https://doi.org/10.1016/j.jlp.2016.03.007>
- Xin, Y., Ren, C., Wang, J., Pan, S., Nie, T., Wang, Z., & Cui, D. (2025). Thermodynamic modelling of a twin-stage claw vacuum pump and its gas pressurization analysis. *Vacuum*, 232, 113821. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2024.113821>
- Zabetakis, M. G. (1965). Flammability characteristics of combustible gases and vapors. In *Bureau of Mines Bulletin* (Number 627, pp. 1–129). Bureau of Mines Bulletin 627. <http://oai.dtic.mil/oai/oai?verb=getRecord&metadataPrefix=html&identifier=AD0701576>

VII. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à UNESP pelo suporte ao programa de pós-graduação, à UNIFEI pelo fornecimento do HVO e ao INPE pela infraestrutura experimental no LACG.

VIII. COPYRIGHT

Os autores são os únicos responsáveis pelo material incluído no artigo.