

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CENTRO TECNOLÓGICO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA  
QUÍMICA**

**Iaçanã George Berté Parisotto**

**DESTILAÇÃO POR PELÍCULA PARA MISTURAS BINÁRIAS**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Química

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dra. Cintia Soares

Coorientador: Prof. Dr. Ricardo Antonio Francisco Machado

Florianópolis  
2013

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Parisotto, Iaçanã George Berté

Destilação por Película para Misturas Binárias / Iaçanã George Berté Parisotto; orientadora, Cíntia Soares; coorientador, Ricardo Antonio Francisco Machado. - Florianópolis, SC, 2013.

118 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.

Inclui referências

1. Engenharia Química. 2. Separação de componentes. 3. Destilação. I. Soares, Cíntia. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. IV. Título.

## **Destilação por Película para Misturas Binárias**

por

**Iaçanã George Berté Parisotto**

Dissertação julgada para obtenção do título de **Mestre em Engenharia Química**, área de Concentração de **Desenvolvimento de Processos Químicos e Biotecnológicos** e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Santa Catarina.

---

Prof<sup>ª</sup>Dr<sup>ª</sup> Cintia Soares  
**Orientadora**

---

Prof<sup>ª</sup>Dr<sup>ª</sup> Ana Paula Meneguelo  
**Coorientadora**

---

Prof. Dr. Ricardo Antonio Francisco Machado  
**Coorientador**

---

Prof. Dr. Ricardo Antonio Francisco Machado  
**Coordenador**

### **Banca Examinadora:**

---

Prof. Dr. Ariovaldo Bolzan

---

Prof. Dr. Leonel Teixeira Pinto

---

Prof. Dr. Marcelo Lanza

**Florianópolis, 25 de março de 2013.**



Este trabalho é dedicado aos meus pais  
pelo carinho e apoio incondicional.



## **AGRADECIMENTOS**

Gostaria de agradecer aos professores Cintia Soares e Ricardo Antonio Francisco Machado pela valiosa orientação, observações pertinentes e diretrizes do presente trabalho.

À Universidade Federal de Santa Catarina, principalmente ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química pela disponibilização dos recursos que foram fundamentais para a elaboração do trabalho. Em especial ao Laboratório de Controle de Processos pelo suporte na execução de todas as atividades.

Ao amigo Diogo Luiz de Oliveira pela amizade e companheirismo durante toda a jornada, desde a graduação. À todos os colegas de trabalho que conviveram durante este período, contribuíram e tornaram este projeto realidade. Em especial aos colegas de laboratório Joel Teleken, Leandro Osmar Werle, Carlos Alberto Claumann e Tiago Peruzzo pelo suporte prestado e preciosas sugestões ao trabalho.

Minha sincera gratidão aos meus pais Carlos Eduardo Parisotto e Ivete Maria Parisotto que sempre estiveram ao meu lado, foram responsáveis pela minha educação e me apoiaram em todas as situações. E um agradecimento em especial a você Leticia pelo apoio, carinho e paciência durante todo este período.





A imaginação é mais importante que a ciência, porque a ciência é limitada, ao passo que a imaginação abrange o mundo inteiro.

(Albert Einstein)



## RESUMO

A operação de colunas de destilação é um processo dispendioso em vários sentidos. Há grande gasto de energia vaporizando componentes a serem separados e também exige grande espaço físico. A própria coluna de destilação em si é um equipamento de enorme diâmetro e altura, ocupando grande espaço. Se forem levados em conta os equipamentos auxiliares, como refeedores, condensadores, bombas, *pré-flash*, dentre outros muitos, têm-se um volume ainda maior. Tal fato levou alguns pesquisadores como Saifutdinov (1999), Arrison (2000), Iwakabe (2006) buscar alternativas para redução de tamanho e aumento de eficiência do processo de destilação convencional. Uma das possibilidades é a destilação por película (*fallingfilm*). Assim, o objetivo deste trabalho é avaliar a viabilidade da utilização de coluna de destilação por película assistida por câmara de vapor em substituição às colunas de destilação convencionais, visando redução de dimensões e consumo energético. O desenvolvimento do trabalho partiu da concepção, projeto e construção de uma unidade de destilação por filme líquido descendente operando com mistura etanol/água. Os experimentos foram conduzidos com duas formas de operação distintas: uma isotérmica, onde a temperatura da câmara externa permanece constante durante o processo e outra com perfil de temperatura ao longo da câmara. Os resultados permitem concluir que a câmara operando com perfil leva a resultados melhores, obtendo concentração de etanol no destilado em torno de 14% maior. Pode-se também concluir que este tipo de processo viabiliza a redução das dimensões de colunas de destilação, visto que 1m de tubo de destilação realiza a mesma separação que sete estágios de uma coluna convencional (aproximadamente 1,70m), em concentração de etanol.

**Palavras-chave:** Destilação por película. *Fallingfilm*. Processos de separação. Destilação alternativa.



## ABSTRACT

The operation of distillation columns is a costly process in many ways. There are large energy expenditure vaporizing components to be separated and also requires large physical space. The very distillation column itself has a huge diameter and height, occupying great space. If taken into account auxiliary equipment such as reboilers, condensers, pumps, preflash, among many others, it can be a greater volume. This fact has led some researchers as Saifutdinov (1999), Arrison (2000), Iwakabe (2006) seek alternatives to reduce size and increase efficiency on conventional distillation. One possibility is the falling film distillation. Thus, the objective of this study is to evaluate the viability of using a falling film distillation column assisted by vapor chamber, replacing the conventional distillation columns, in order to reduce size and power consumption. The development of the work departed from conception, design and construction of a distillation unit for liquid film descending operating with ethanol/water mixture. The experiments were conducted with two distinct modes of operation: an isothermal, where the temperature of the outer chamber remained constant during the process and, in another, the temperature profile varied throughout the chamber. The results allowed to conclude that operating chamber with temperature profile leads to better results, obtaining concentration of ethanol in the distillate around 14% higher. It can also be concluded that this type of process enables reduction of distillation columns dimensions, since 1m tube distillation performs the same separation that seven stages of a conventional column (approximately 1.70 m), in ethanol concentration.

**Keywords:** Falling film distillation. Separation process. Alternative distillation.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Obtenção de diluente (Nafta) do petróleo extra-pesado por meio de uma nova concepção de destilação em ambiente de produção <i>offshore</i> .....	28
Figura 2: Esquema de unidade de destilação segundo HIDiC. ....	33
Figura 3: HIDiC – Coluna de tubos concêntricos. ....	33
Figura 4: Corte transversal de uma coluna HIDiC de tubos concêntricos e de casco-tubo. ....	34
Figura 5: Foto da unidade de destilação HIDiC. ....	34
Figura 6: Em (a) representação da coluna de Petlyuk com um pré-fracionador e coluna principal, em (b) implementação prática que integra o pré-fracionador e uma coluna principal e, em (c) esquema da coluna de destilação proposta por Kaibel (1987) para separação de uma mistura de quatro componentes. ....	36
Figura 7: Esquema simplificado de um destilador molecular de filme descendente.....	38
Figura 8: Seções que compõe a proposta da destilação horizontal. ....	40
Figura 9: Esquema de destilação horizontal com uma série de tanques interconectados. ....	41
Figura 10: Representação esquemática dos tubos da tecnologia <i>Linax</i> . ....	42
Figura 11: Esquema da etapa elementar de uma destilação de água-álcool. ....	43
Figura 12: Esquema de distribuições do refluxo para destilação convencional e <i>Linax</i> ( $V \rightarrow$ fase vapor). ....	45
Figura 13: Força motriz da tecnologia <i>Linax</i> ( $T_A$ e $T_B \rightarrow$ temperatura de ebulição dos compostos A e B).....	46
Figura 14: Distribuição relativa de uma quantidade do refluxo e da relação dos componentes A e B no refluxo. (a quantidade total de refluxo é apresentada com o quadrado dentro da linha vermelha). ....	47
Figura 15: Esquema de tecnologia <i>Linax</i> e de torres convencionais de retificação. ....	48
Figura 16: Representação esquemática de protótipo para destilação em película descendente.....	54
Figura 17: Ilustração do projeto da bancada experimental de vidro apresentando as partes do termossifão. ....	57
Figura 18: Desenho esquemático da disposição das câmaras. ....	58
Figura 19: Imagem da câmara de vapor durante montagem. ....	59
Figura 20: Desenho esquemático e fotografias do evaporador em etapa de montagem. ....	60
Figura 21: Desenho esquemático e imagem da bancada experimental construída. ....	61
Figura 22: Distribuição dos termopares ao longo da câmara de vapor e canal de destilação. ....	62
Figura 23: Esquema do aparato da destilação. ....	63
Figura 24: Representação esquemática de evaporador por filme líquido descendente.....	64
Figura 25: Visualização da peça do sistema distribuidor da alimentação	

utilizado.....	65
Figura 26: Sistema distribuidor da alimentação.....	66
Figura 27: Esquema de flash's representando a evaporação da mistura etanol/água.....	68
Figura 28: Planta esquemática das regiões sujeitas a diferentes vazões. ....	71
Figura 29: Esquemas de bases de tanque, em (a) modelo elipsoidal e em (b) torisferical.....	72
Figura 30: Peça para acúmulo de líquido na base do tubo de destilação. ....	72
Figura 31: Classificação das tubulações industriais.....	73
Figura 32: Representação da saída do fluxo da tubulação para o tanque. Em (a) jato afogado e em (b) jato livre.....	77
Figura 33: Volume morto do tanque.....	78
Figura 34: Volume útil do tanque.....	78
Figura 35: Volume de espera do tanque. ....	79
Figura 36: Fotografias: (a) do tanque mistura, (b) do tanque de alimentação e (c) do tanque acumulador.....	80
Figura 37: Fotografia do condensador de serpentina.....	81
Figura 38: Fotografia do suporte do condensador. ....	81
Figura 39: Fotografia do banho utilizado para controlar a temperatura da alimentação na unidade de destilação por película. ....	81
Figura 40: Esquema da instrumentação da unidade de destilação por película. ....	86
Figura 41: Interface geral criada para aquisição dos dados da unidade. ....	87
Figura 42: Fotografia da unidade de vidro.....	88
Figura 43: Diagrama esquemático dos experimentos realizados. ....	89
Figura 44: Diagrama esquemático da unidade de vidro, ilustrando as modificações como a inserção do <i>boilup</i> . ....	91
Figura 45: Gráfico da temperatura de alimentação durante o experimento. ....	93
Figura 46: Gráfico da temperatura do tanque acumulador.....	94
Figura 47: Em (a) Gráfico de temperatura da base do tubo de destilação, (b) derivada desta variável em relação ao tempo. ....	94
Figura 48: Em (a) Detalhe da temperatura da base e (b) temperatura dos tanques pulmão e de mistura durante a partida do processo de destilação por película no protótipo. ....	95
Figura 49: Fração mássica de etanol obtida nos experimentos realizados com a câmara de vapor operando com perfil de temperatura e isotermicamente. ....	97
Figura 50: Perfil de fração mássica de etanol na corrente de destilado desde o início da produção desta corrente para os experimentos com perfil de temperatura na câmara e condição isotérmica. ....	98
Figura 51: Comparação entre os resultados de vazão de destilado e fração mássica de etanol nesta corrente quando variada a vazão de alimentação.....	101
Figura 52: Comparação da fração mássica de etanol recuperado com a câmara de vapor operando isotérmica e com perfil de temperatura. ....	105
Figura 53: Comparação da vazão de etanol recuperado com a câmara de vapor operando isotérmica e com perfil de temperatura. ....	106
Figura 54: Variação do fornecimento de vapor na corrente de <i>boilup</i> . ....	107



Figura 55: Tempo de residência da fase líquida na tubulação de vidro para diferentes vazões de alimentação.....	108
Figura 56: Fração volumétrica de etanol para experimentos realizados com o tubo de destilação operando com e sem a trama de aço (Vazão de alimentação igual a 19 L.h-1). .....	108



## LISTA DE QUADROS

Quadro 1. Dados de projeto de coluna de destilação convencional em escala piloto.....	55
Quadro 2. Cálculo da altura e diâmetro correspondente para destilação em película. ....	56
Quadro 3. Dados geométricos dos tubos de vidro utilizados no aparato.....	58
Quadro 4: Condições de alimentação do primeiro flash (V-100). ....	68
Quadro 5: Correntes de saída do primeiro flash ( V-100).....	69
Quadro 6: Corrente saída do segundo flash (V-101).....	69
Quadro 7: Produto da separação da mistura utilizando dois tanques flash. ....	70
Quadro 8: Coeficiente de rugosidade para dimensionamento de tubulação para diferentes materiais. ....	75
Quadro 9: Limites de velocidade máxima a ser obedecido em função do diâmetro da tubulação (aço).....	75
Quadro 10: Singularidades presentes na tubulação do protótipo de destilação..	76
Quadro 11: Esquemas de saídas de tanque. ....	76
Quadro 12: Volume calculado para os tanques do protótipo. ....	79
Quadro 13: Termômetros comerciais.....	83
Quadro 14: Características do Rotâmetro utilizado na unidade de vidro. ....	85
Quadro 15: Condições de operação do cromatógrafo. ....	92
Quadro 16: de operação com a câmara de vapor operando isotérmica. ....	96
Quadro 17: Condições de operação com a câmara de vapor operando com perfil de temperatura. ....	96
Quadro 18: Resultados obtidos referente a separação para os experimentos variando-se a temperatura da base com a câmara operando isotermicamente. ..	99
Quadro 19: Resultados obtidos referente a separação para os experimentos variando-se a vazão de alimentação com a câmara operando com perfil de temperatura. ....	100
Quadro 20: Observações de tempo de residência variando-se a vazão da alimentação.....	100
Quadro 21: Comparação entre os resultados obtidos para a separação de etanol e água com a destilação convencional e com película. ....	103
Quadro 22: Condições de operação com a câmara de vapor operando isotérmica. ....	105
Quadro 23: Condições de operação com a câmara de vapor operando com perfil de temperatura. ....	105



## LISTA DE SÍMBOLOS

$c$	Concentração molar	[mol/m <sup>3</sup> ]
$c_v$	Capacidade calorífica	[J/mol, °C]
$D_{AB}$	Coefficiente de difusão	[m <sup>2</sup> /s]
$g$	Aceleração da gravidade	[m/s <sup>2</sup> ]
$\Delta\hat{H}_v$	Calor latente de vaporização - na base molar	[J/mol]
$h$	Espessura da película	[m]
$H$	Altura	[m]
$h_{lv}$	Calor latente de vaporização na base mássica	[J/kg]
$l$	Vazão molar	[mol/s]
$k_i$	Fluxo de evaporação do componente $i$	[mol/m <sup>2</sup> s]
$k$	Condutividade térmica	[W/m°K]
$L_{ef}$	Comprimento efetivo de condensação	[m]
$L_{VCH}$	Comprimento da câmara de vapor	[m]
$M$	Peso molecular	[kg/kmol]
$m_i'''$	Taxa de reação da espécie $i$	[Kg/m <sup>3</sup> /s]
$\dot{m}$	Vazão mássica de vapor na entrada da câmara	[Kg/s]
$N$	Fluxo molar	[mol/m <sup>2</sup> s]
$N_o$	Número de moles do gás não condensável	[mol]
$P$	Pressão	[Pa]
$p_v$	Pressão de vapor	[Pa]

$\dot{q}$	Potência do evaporador	[W]
$\mathfrak{R}$	Constante universal dos gases	[Pa.m <sup>3</sup> /mo l/K]
T	Temperatura	[°C]
$T_{ev}$	Temperatura do vapor no evaporador de termossifão	[°C]
$u$	Velocidade de escoamento	[m/s]
$V_o$	Volume do reservatório de gases não condensáveis	[m <sup>3</sup> ]
$x_A$	Fração molar do componente A	[ - ]
y	Coordenada vertical	[m]
z	Coordenada horizontal	[m]
$\nu$	Viscosidade cinemática	[m <sup>2</sup> /s]
$\rho$	Densidade mássica	[Kg/m <sup>3</sup> ]
$\mu$	Viscosidade dinâmica	[kg/ms]

## **LISTA DE ABREVIATURAS**

GNC	Gás não condensável
VCH	Câmara de vapor
A	Componente A
alim	Alimentação
B	Componente B





## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>27</b>
1.1 MOTIVAÇÃO DO TRABALHO.....	27
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>30</b>
2.1 TECNOLOGIAS NÃO CONVENCIONAIS DE DESTILAÇÃO..	31
<b>2.1.2 Configurações Otimizadas Energeticamente.....</b>	<b>35</b>
<b>2.1.3 Destilação Molecular.....</b>	<b>37</b>
<b>2.1.4 Destilação Horizontal.....</b>	<b>39</b>
<b>2.1.5 Tecnologia Linas.....</b>	<b>41</b>
2.1.5.1 Arranjo do Calor.....	43
2.2 DESTILAÇÃO POR PELÍCULA – FILME LÍQUIDO DESCENDENTE.....	49
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>52</b>
3.1 CONSIDERAÇÕES DE PROJETO.....	53
3.1 DIMENSÕES DO TUBO DE DESTILAÇÃO.....	55
3.3 PROJETO DA CÂMARA DE VAPOR.....	56
<b>3.3.1 Tecnologia Linas.....</b>	<b>61</b>
3.4 PROJETO DO PROTÓTIPO DE DESTILAÇÃO POR PELÍCULA.....	62
<b>3.4.1 Tecnologia Linas.....</b>	<b>63</b>
<b>3.4.2 Definição das Condições de Operação.....</b>	<b>66</b>
<b>3.4.3 Aparato para acúmulo de líquido na base.....</b>	<b>71</b>
<b>3.4.4 Projeto da tubulação.....</b>	<b>72</b>
<b>3.4.5 Projeto dos Tanques.....</b>	<b>77</b>
<b>3.4.6 Utilitários.....</b>	<b>80</b>
3.4.6.1 Condensação do Destilado.....	80
3.4.6.2 Sistema de Aquecimento da Alimentação.....	81
<b>3.5 INSTRUMENTAÇÃO.....</b>	<b>82</b>

<b>3.5.1 Sensores de Temperatura.....</b>	<b>82</b>
<b>3.5.2 Sensores de Pressão.....</b>	<b>84</b>
<b>3.5.3 Sensor de Vazão.....</b>	<b>84</b>
<b>3.5.4 Planta de Instrumentação.....</b>	<b>86</b>
<b>3.5.5 Aquisição de Dados.....</b>	<b>87</b>
<b>4 RESULTADOS.....</b>	<b>89</b>
4.1 METODOLOGIA DE ANÁLISE DE COMPOSIÇÃO.....	91
4.2 PROCEDIMENTO DE PARTIDA.....	92
4.3 ANÁLISE DA OPERAÇÃO DA CÂMARA (PERFIL X ISOTÉRMICO).....	96
<b>4.3.1 Avaliação da Temperatura da Base (Câmara Isotérmica).....</b>	<b>99</b>
<b>4.3.2 Avaliação da Vazão de Alimentação (Câmara com perfil)....</b>	<b>100</b>
4.3 COMPARAÇÃO COM UNIDADE CONVENCIONAL.....	102
4.5 MODIFICAÇÕES NA CONFIGURAÇÃO ESTRUTURAL DA UNIDADE.....	103
<b>4.5.1 Inserção de <i>Boilup</i>.....</b>	<b>104</b>
<b>4.5.2 Vidro Jateado.....</b>	<b>107</b>
<b>5 CONCLUSÃO.....</b>	<b>111</b>
<b>6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>113</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>115</b>

# 1 INTRODUÇÃO

O presente trabalho tem por objetivo desenvolver um processo de destilação por película inicialmente para misturas binárias a fim de reduzir tamanho de unidades de destilação. Esta abordagem foi testada experimentalmente em unidade piloto que foi projetada e construída como parte deste trabalho.

No capítulo 1 são introduzidos o trabalho e a motivação para o seu desenvolvimento. No capítulo 2 é apresentado um levantamento bibliográfico de configurações não usuais de colunas de destilação, o qual serviu de base para definição da configuração a ser testada, dando destaque à tecnologia *Linax* que motivou a presente pesquisa. O capítulo 3 contém uma revisão dos tipos de tubos de calor que foram analisados para posterior estudo das possíveis configurações de tubos termossifões para uso da destilação e definição da configuração a ser testada.

Após avaliada a revisão da literatura chegou-se a configuração de um aparato experimental que utiliza o processo de destilação em película (*fallingfilm*) assistido pela tecnologia de tubos de calor, aqui uma câmara de vapor. Foi definido que este aparato experimental deveria conter partes em vidro, para que visualização e assim compreensão dos fenômenos envolvidos.

O capítulo 4 apresenta o projeto deste aparato experimental em vidro e o estudo do comportamento do termossifão em circuito para o desenvolvimento do aparato de destilação em película. Com o aparato concluído foram realizados experimentos de destilação utilizando a mistura etanol/água. Os resultados experimentais são apresentados no capítulo 5.

Por fim, conclusões são apresentadas no capítulo 10 e, finalizando o documento, estão listadas as referências bibliográficas.

## 1.1 MOTIVAÇÃO DO TRABALHO

Para superar novos desafios que frequentemente se apresentam no mercado do petróleo, o desenvolvimento de novas tecnologias ou soluções tecnológicas diferenciadas são importantes. Com a realidade do aumento da ocorrência de petróleos extra-pesados a necessidade de adequação das tecnologias de produção passa a ser mandatória de forma que garanta técnica e economicamente a produção, gerando a integração e a otimização de toda a cadeia.

É prática realizar o melhoramento dos petróleos extra-pesados pela adição de diluente para redução da sua densidade e viscosidade.

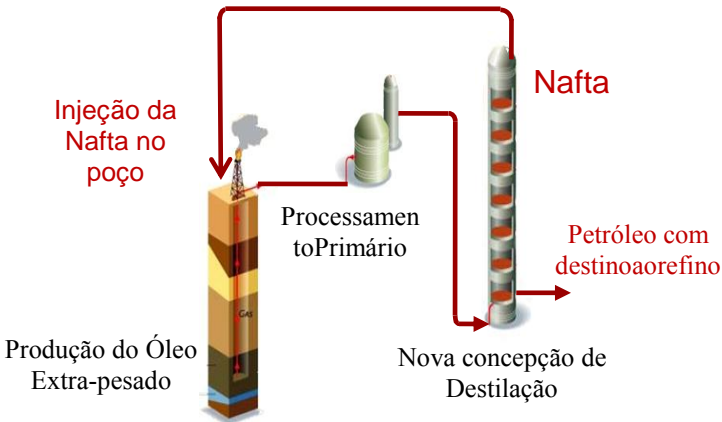
Como o transporte deste diluente, principalmente para campos de mar, apresenta dificuldades de logística e risco de poluição ambiental, obtê-los no ambiente de produção *offshore* a um custo adequado, através de novas concepções de equipamentos que viabilizem sua instalação, é imprescindível.

Além disso, ambientes de produção *offshore*, como plataformas e navios (FPSO's) possuem restrições de espaço e/ou disponibilidade de energia. Obter um corte do petróleo para ser utilizado como diluente nesses ambientes de produção passa a ser a meta principal deste trabalho.

Acredita-se que isso seja viável através da redução do tamanho, altura, peso e do consumo energético das torres de destilação. Na

Figura 1 é ilustrado um esquema da produção do corte desejado todo realizado em ambiente *offshore*.

Figura 1: Obtenção de diluente (Nafta) do petróleo extra-pesado por meio de uma nova concepção de destilação em ambiente de produção *offshore*.



O objetivo deste trabalho é avaliar a viabilidade da utilização de tubos de calor (câmara de vapor) como componentes externos à torre de destilação atmosférica visando redução do tamanho, altura, peso e do consumo energético das mesmas. Com a utilização dos tubos de calor como elementos responsáveis pelo fornecimento de energia é possível eliminar equipamentos de apoio como os trocadores de calor.

Mantelliet al. (2006) demonstraram que existe a possibilidade de realizar processos com termossifões praticamente na posição horizontal.

O emprego da tecnologia de termossifões visa à otimização das trocas de calor necessárias ao processo de destilação. Com isso é possível operar com equipamentos mais compactos.

Uma avaliação preliminar indica que uma coluna de destilação equipada com tubos de calor poderia operar embarcada, possuir dimensões reduzidas (se comparado com as colunas convencionais) e apresentar simultaneamente elevada eficiência térmica e de separação. Porém uma coluna de destilação convencional se torna impraticável neste ambiente em virtude de suas dimensões e necessidades operacionais que são inviáveis em ambiente *offshore*.

Uma alternativa que surge é o emprego da destilação por película em filme descendente, onde há redução de tamanho e flexibilidade operacional. É uma tecnologia difundida principalmente para operações de dessalinização, mas há diversos estudos objetivando empregar este processo em outras áreas.

Para tanto, antes de partir para um projeto de coluna de destilação de filme descendente para uma mistura complexa de componentes como é o petróleo, se torna necessário um estudo prévio do desempenho desta tecnologia com mistura mais simples. Foi então escolhida a mistura água/etanol por já haver diversos dados disponíveis na literatura e também pelo fato de haver uma coluna de destilação de etanol em escala piloto alocada no mesmo laboratório onde este trabalho foi desenvolvido.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

No presente capítulo será apresentada uma revisão bibliográfica dos temas mais relevantes em métodos de destilação não convencionais.

### 2.1 TECNOLOGIAS NÃO CONVENCIONAIS DE DESTILAÇÃO

Com a necessidade crescente da melhoria na eficiência energética dos processos juntamente com um maior rendimento nas separações, muitas tecnologias alternativas de destilação estão sendo estudadas. Algumas são inovadoras, outras apenas diferentes aplicações industriais de processos já existentes.

Saifutdinov (1999) patenteou uma unidade de separação compacta que utiliza um fluido térmico para realizar a transferência de calor. Esse fluido térmico é conhecido como mistura funcional e qualquer líquido ou mistura de líquido que possua as características físico-químicas apropriadas poderá ser utilizado. Como uma forma de aumentar a eficiência da transferência de massa e calor, os tubos de transferência da parte de retificação e/ou na parte do evaporador possuem meios para fornecerem quantidades irregulares (variáveis) de calor entre o interior e o exterior do tubo ao longo de sua altura. Isso reduz as dimensões de uma unidade padrão em cerca de 3 a 10 vezes. A transferência de massa e calor é realizada nas superfícies interna e externa de tubos que funcionam como trocadores de calor. A condensação dos vapores ocorre na superfície interna, enquanto a extração de calor da superfície externa do trocador é garantida pela evaporação da mistura. Foi reservado um tópico especial para o detalhamento desta tecnologia, seção 2.1.5.

Arrison (2000) publicou sua patente sobre destilação horizontal, cujo sistema inclui uma série de tanques interconectados por tubos de condensação. O principal objetivo dos autores foi diminuir a altura de colunas de destilação, uma vez que na destilação horizontal os pratos são substituídos pelos tanques. Na seção 2.1.4 encontra-se uma melhor explanação e avaliação desta patente.

Com o objetivo de aumentar a eficiência energética de processos de destilação, uma série de modificações são propostas, entre elas, a coluna de destilação termicamente acoplada. Resumidamente, consiste de duas colunas convencionais acopladas em uma única recebendo o nome de HIDiC.

As tecnologias acima descritas e outras formas de destilação aqui denominadas “não usuais” foram objeto de estudo para a determinação

da proposta da configuração de coluna de destilação deste projeto, e são descritas com mais detalhes a seguir.

### 2.1.1 Tecnologia HIDiC

No que diz respeito à estrutura do trabalho, o novo modelo para dissertações e teses adotado pela UFSC segue a NBR 14724 (2011). Porém, em relação à formatação, a UFSC adotou o tamanho A5, que corresponde à metade do A4. Por esta razão, foi necessário uma adequação no tamanho da fonte, espaçamento entrelinhas, margens, etc, conforme exposto no quadro abaixo.

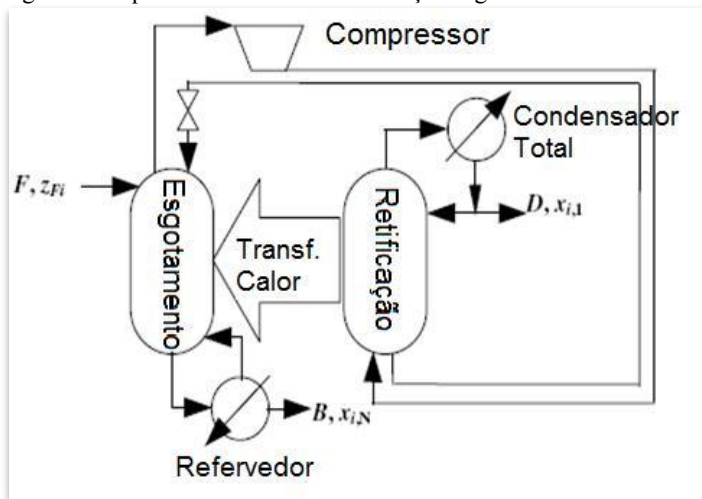
Esta tecnologia começou a ser estudada por Takamatsu e Nakaianmano Japão em 1985, Iwakabe et al. (2006). Nesta, toda ou parte da seção de retificação está conectada com a seção de esgotamento com o objetivo de trocar calor entre as seções e conseqüentemente aumentar a eficiência energética do processo. No estudo de Iwakabe et al. (2006) os autores observaram uma economia de energia da ordem de 30% para destilação de BTX e de 50% para separação de uma mistura de 12 hidrocarbonetos, quando dados são comparados com a mesma separação em uma coluna convencional. Na Figura 2 é possível notar que a coluna HIDiC é composta por uma seção de retificação, uma seção de esgotamento, um compressor e uma válvula. A alimentação normalmente é realizada no topo da seção de esgotamento.

O vapor do topo da seção de esgotamento é então comprimido por um compressor para aumentar a pressão da seção de retificação. A pressão do líquido na base da seção de retificação pode então ser ajustada por meio de válvulas. Caso a pressão na retificação seja suficientemente maior que da seção de esgotamento, a temperatura da retificação ficará mais alta que da seção de esgotamento.

Outro modelo de coluna HIDiC é o modelo *shell-tube* que foi, a título de informação, implantado na Kimura Chemical Plants (Figura 3). Na Figura 4 é mostrada uma seção transversal da coluna *shell-tube* e a de tubos concêntricos. Em ambos os casos, a destilação ocorre segundo um escoamento contracorrente entre as fases líquida e vapor em um único caminho de escoamento.

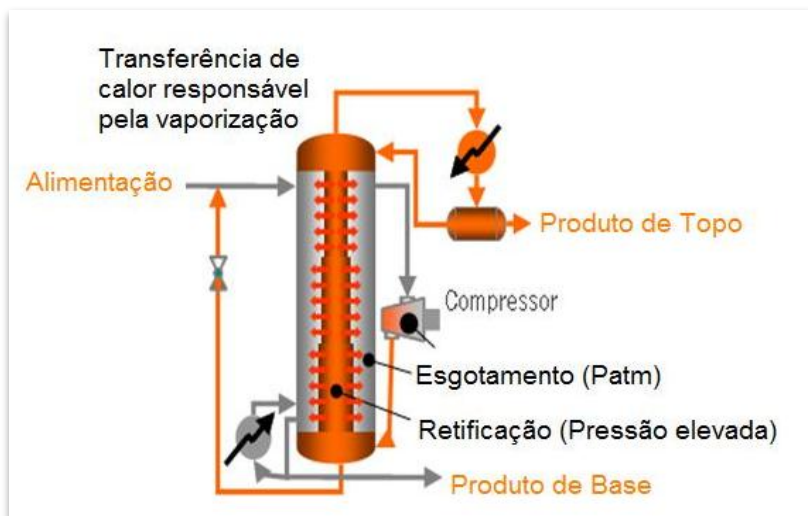


Figura 2: Esquema de unidade de destilação segundo HIDiC.



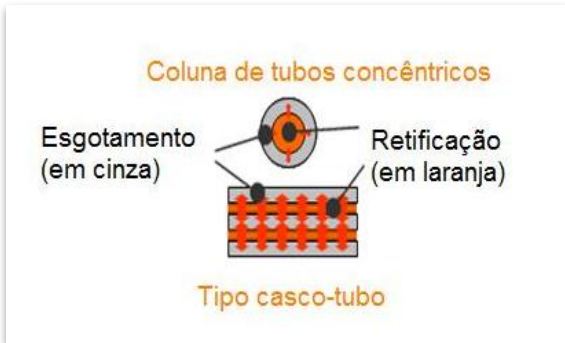
Fonte: Adaptado de <http://www.kcpc.co.jp/>

Figura 3: HIDiC – Coluna de tubos concêntricos.



Fonte: Adaptado de <http://www.kcpc.co.jp/>

Figura 4: Corte transversal de uma coluna HIDiC de tubos concêntricos e de casco-tubo.



Fonte: Adaptado de <http://www.kcpc.co.jp/>

A coluna implantada na Kimura Chemical Plantstiposhell-tube consta de uma unidade com 16m de altura e 254mm de diâmetro. A parte casco (*shell*) corresponde a seção de esgotamento e opera a uma pressão próxima da atmosférica com recheio tipo Mitsubishi Chemical MC Pack 500. O *tube* é a seção de retificação e opera também com recheio, MC Pack 350. Do topo para base três diferentes diâmetros foram utilizados – 140, 165 e 190mm com alturas de 3, 8 e 5 m respectivamente. A Figura 5 ilustra uma foto da unidade instalada.

Figura 5: Foto da unidade de destilação HIDiC.



Fonte: <http://www.kcpc.co.jp/>

O trabalho mostrou que em uma unidade responsável por separar uma mistura composta por 12 hidrocarbonetos houve uma redução de 60% no consumo energético quando comparada com uma unidade convencional.

### 2.1.2 Configurações Otimizadas Energeticamente

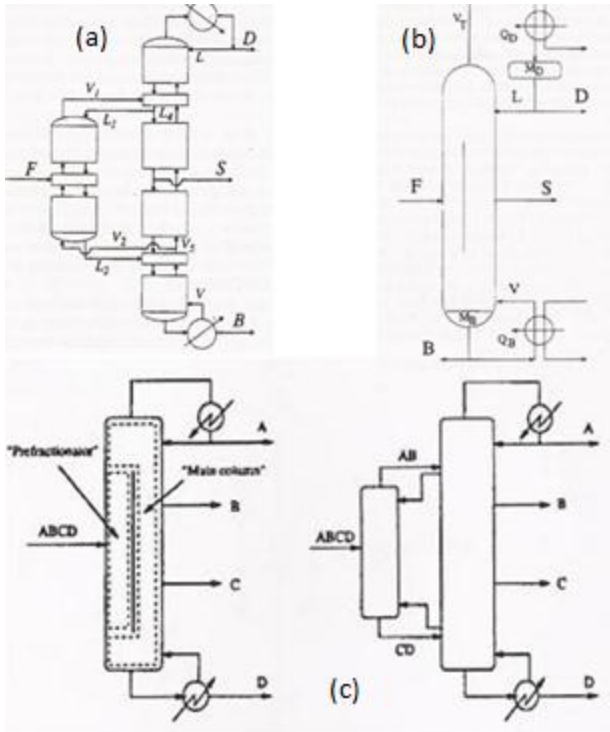
Ainda, com o objetivo de reduzir o consumo energético, duas alternativas têm sido propostas tanto na literatura como em aplicações industriais. O cerne das configurações gira em torno da integração de colunas de destilação convencionais ou o projeto de novas configurações. Tipicamente são feitos arranjos de colunas em série com a integração de energia entre as mesmas ou parte de outras plantas. Uma forma encontrada por Wright (1949) de minimizar tanto o consumo de energia como o capital de investimento foi inserir uma parede vertical no interior de uma coluna convencional, conhecido como “*Dividing Wall Column (DWC)*”. Esta separa a alimentação das retiradas dos produtos. Continuando o estudo do impacto da inclusão desta parede vertical, Petlyuk et al. (1965) apresentam uma aplicação para separação de uma mistura de três componentes. O projeto desta coluna é ilustrado na Figura 7(a). Observa-se que basicamente consiste de um prefracionador com refluxo e *boilup* oriundos da coluna com um único condensador e refeedor. Na configuração apresentada na Figura 7(b) observa-se a inclusão da DWC integrando o prefracionador em uma única coluna.

Apesar da configuração de Petlyuk (1965) ser conhecida a mais de 50 anos, o interesse industrial passou a ser recente, segundo Atle et al. (1997). Reporta-se da literatura que uma configuração para fracionamento de uma mistura com três componentes há uma economia em 30% de energia quando comparada com uma unidade convencional de colunas em sequência. Devido à implementação da unidade constar apenas de uma única estrutura com um único condensador e refeedor, o capital investido chega a ser da ordem de 30% menor que de uma configuração tradicional (SMITH, 1995). A única penalidade para o caso de utilizar uma estrutura com apenas um condensador e um refeedor é que há necessidade de se aumentar o número de estágios necessários para separação.

No trabalho de Kaibel (1987), o autor utilizou a configuração de Wright (1949) com paredes verticais internas na coluna e estendeu os estudos, que antes eram realizados apenas para colunas com misturas de 3 componentes para o caso de 4 componentes. Um esquema da coluna

proposta por Kaibel para 4 componentes pode ser visto na Figura 6(c), a seguir.

Figura 6: Em (a) representação da coluna de Petlyuk com um pré-fracionador e coluna principal, em (b) implementação prática que integra o pré-fracionador e uma coluna principal e, em (c) esquema da coluna de destilação proposta por Kaibel (1987) para separação de uma mistura de quatro componentes.



Fonte: Kaibel (1987)

Tanto a configuração da coluna de Petlyuk como de Kaibel são configurações capazes de promover uma economia em termos de custos de operação e custos de energia. Entretanto, não é uma configuração largamente empregada devido a problemas com projeto e operação.

### 2.1.3 Destilação Molecular

A destilação molecular por definição, não é um processo de destilação convencional. Trata-se de um caso especial de evaporação que opera a alto vácuo. Na destilação molecular o equipamento consegue atingir  $10^{-6}$  bar de pressão residual através de duas bombas: uma auxiliar (mecânica) e uma difusora (ligada somente quando a bomba auxiliar consegue atingir uma pressão bem abaixo da atmosférica).

Observa-se que o vácuo é a força-motriz desse tipo de operação de transferência de massa difusional. Sem esse vácuo, seria impossível trabalhar com este equipamento através deste fenômeno, uma vez que com pressões mais elevadas, essa operação seria simplesmente de equilíbrio. Com a presença do alto vácuo, a lei cinética dos gases mostra que uma molécula evaporável migra para a zona de condensação praticamente sem obstruções. Assim, a transferência de massa entre a zona de evaporação e a zona de condensação caminha somente em uma direção por causa da ausência de colisões durante o seu percurso com outras moléculas devido ao vácuo. Para isso é necessário que as moléculas geradas encontrem um caminho livre entre o evaporador e o condensador, fato que é facilitado pela baixa pressão no sistema. Como consequência, o condensador deve estar separado do evaporador por uma distância menor que o caminho livre médio (*meanfree path*) das moléculas que estão sendo evaporadas.

Desta forma, a destilação molecular é uma operação de não-equilíbrio, pois a molécula evaporada é governada somente pelos fenômenos simultâneos de transferência de massa e calor e a probabilidade da molécula condensada retornar ao evaporador é praticamente nula devido ao vácuo, que é a força-motriz (HICKMAN, 1943).

Resumidamente, a destilação molecular pertence ao tipo de processo que usa a técnica de separação sobre condições de alto vácuo, temperaturas reduzidas e curto tempo de exposição do material à temperatura de operação, logrando assim, uma diminuição no risco de degradação térmica dos produtos sensíveis ao calor.

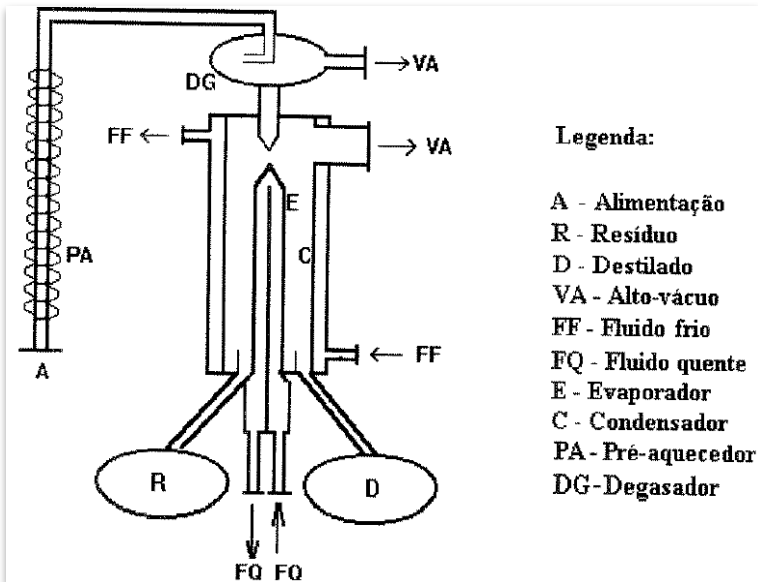
Um esquema de um destilador molecular de filme descendente, baseado em Zuñiga et al. (2007) se observa na Figura 7, onde as partes principais do equipamento consistem de um evaporador e de um condensador, através dos quais se geram duas correntes: a de destilado - constituída pelas moléculas evaporadas, e a de resíduo - constituída pelas moléculas não evaporadas. Estes dois produtos são armazenados

nos recipientes coletores projetados para tal finalidade.

Este processo pode ser mais bem caracterizado através da comparação com os dois tipos convencionais de separação líquido-vapor: destilação convencional e evaporação (BURROWS, 1960).

Na **destilação convencional**, o vapor é geralmente formado no seio do líquido em forma de bolhas cuja taxa é proporcional ao calor cedido ao líquido pelo refervedor. A pressão total ativa no sistema é a pressão de vapor termodinâmica da fase líquida. A superfície do destilando é, a qualquer instante, uma amostra verdadeira do líquido devido à alta turbulência na fase líquida. A convecção por ebulição e fluxos cruzados de líquido e vapor assim como a difusão das moléculas voláteis para a superfície é rápida em comparação com a velocidade de evaporação.

Figura 7: Esquema simplificado de um destilador molecular de filme descendente.



Fonte: Adaptado de Zuñiga et al. (2007)

Na evaporação, o vapor é gerado na superfície de um líquido, cuja condição termodinâmica se encontra abaixo do seu ponto de bolha, a uma taxa que é função da temperatura da superfície do líquido e da

condição do vapor acima da superfície, como ocorre na umidificação e secagem de sólidos, por exemplo.

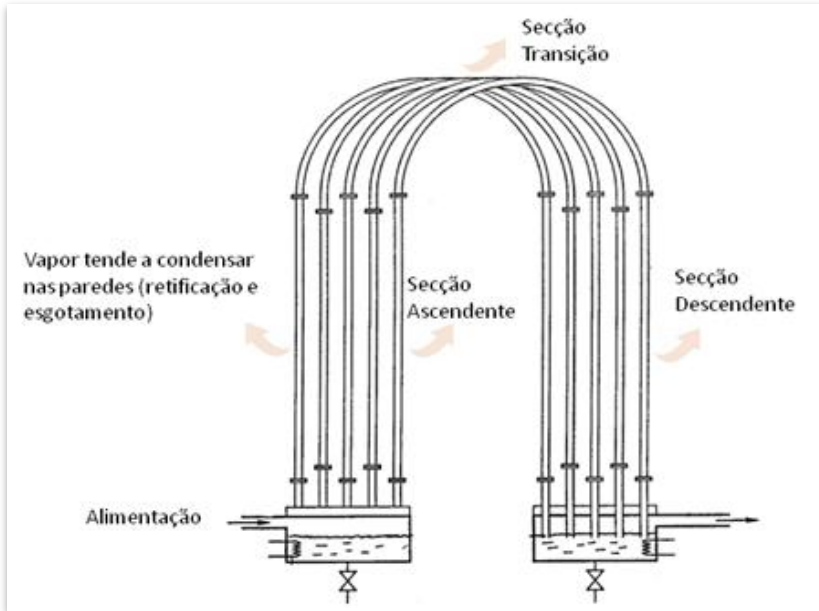
Já a destilação **molecular** pode ser considerada uma forma de evaporação em que a taxa é governada somente pela taxa de moléculas que escapam da superfície do líquido; isto difere dos dois casos anteriores por não existir praticamente retorno das moléculas evaporadas para fase líquida (não há equilíbrio líquido-vapor), e a temperatura e taxa de evaporação são determinadas pela quantidade de calor fornecido ao líquido (pela superfície aquecida do evaporador) e não são influenciadas pela condição do vapor. O fluxo de líquido destilando é extremamente comportado, assim a convecção devido à ebulição não existe, e a alta viscosidade e as massas moleculares elevadas dificultam a difusão (PERRY; CHILTON, 1980).

Hoje, segundo Batistella (1999), existem diversos tipos de equipamentos para essa tecnologia, entre eles, o destilador de filme descendente, o destilador com raspadores deslizantes, o destilador multicompartimentado e o destilador centrífugo, o mais comumente utilizado devido à sua construção simples e à sua alta taxa de destilação.

#### **2.1.4 Destilação Horizontal**

Essa tecnologia foi patenteada e publicada em 02 de novembro de 2000 por Norman et al.. Basicamente, consistem de uma série de tanques interligados por tubos, chamados de tubos de condensação. São nesses tubos que ocorre a destilação por película. Na Figura 8 é mostrado um esquema das distintas seções que constituem o processo de destilação horizontal.

Figura 8: Seções que compõe a proposta da destilação horizontal.

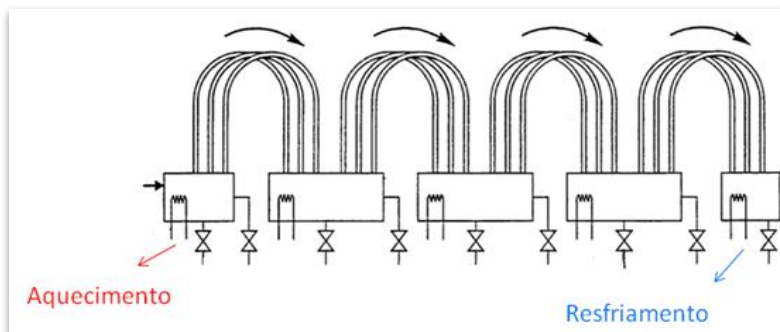


Fonte: Norman et al. (2000)

É possível observar que cada tubo possui uma porção ascendente, uma porção de transição e uma descendente. O líquido oriundo da condensação de uma alimentação multicomponente em fase vapor é, pela ação da gravidade, armazenado em um tanque na base do tubo. A configuração final pode consistir de uma série de tanques interconectados pelos tubos de condensação. Cada tanque pode conter elementos de aquecimento ou resfriamento. O aquecimento tem a finalidade de vaporizar o líquido coletado de forma a constantemente enriquecer o produto final no composto desejado. No último tanque da série pode existir um condensador cuja finalidade passa a ser a condensação do vapor remanescente. Na figura 9 é mostrado um esquema de uma seqüência de tanques.



Figura 9: Esquema de destilação horizontal com uma série de tanques interconectados.



Fonte: Norman et al. (2000)

A destilação horizontal apresentada pelo autor mostra um procedimento de separação que compreende o princípio da destilação, com transferência de calor controlada em cada estágio, e a destilação por película.

No estudo, o autor não controla a temperatura no interior dos tubos nas diversas seções, uma vez que estão expostos ao ambiente. Também não é citada a utilização de vácuo.

A eficiência da separação depende, então, dos seguintes fatores:

- 1) Diâmetro e comprimento da tubulação – quanto menor o diâmetro maior a área de contato e conseqüentemente maior o enriquecimento;
- 2) Número de tubos de condensação – depende do tamanho do tanque e da necessidade de aumento da capacidade de separação.

O problema maior citado pelo próprio autor é o alto custo e a complexidade de projeto.

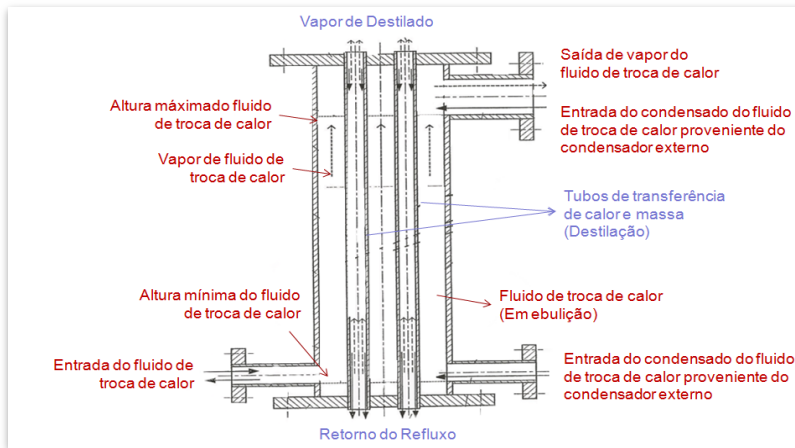
### 2.1.5 Tecnologia *Linax*

Essa tecnologia, que foi patenteada e publicada em 25 de setembro de 2003 e teve como autor principal Saifutdinov, contempla modificações consideráveis no projeto, construção e operação de uma coluna de destilação. Nesta patente não se trata mais de um processo de destilação ocorrendo em colunas de pratos ou recheios, mas sim da destilação ocorrendo em uma película formada no interior de tubos verticais isolados termicamente por fluidos transportadores de calor.

A invenção refere-se a uma unidade compacta de retificação para a separação de misturas utilizando a transferência de calor transportada por um fluido e seus vapores em um dos lados do tubo. Nas paredes dos tubos ocorre a transferência de massa e calor. Na Figura 10 é ilustrado o *layout* da invenção de forma esquemática.

É possível notar pelo esquema da Figura 10 que a parte externa à destilação é preenchida por um fluido de troca térmica. Os autores trabalham com fluidos multicomponentes e com variações na espessura da parede de forma a aumentar a eficiência do processo de troca de calor. Desta forma, são fornecidas quantidades variadas de calor entre o interior e a parte externa da parede do tubo ao longo da altura. Como consequência, os autores obtiveram uma redução na altura da coluna de retificação da ordem de 3 a 10 vezes.

Figura 10: Representação esquemática dos tubos da tecnologia *Linax*.



Fonte: Adaptado de <http://linax.ru/>

Os autores fizeram em seus trabalhos algumas avaliações sobre o princípio de funcionamento de colunas de destilação convencionais. Algumas contradições e desvantagens do processo foram levantadas pelos autores. Os principais problemas do processo tradicional são concentrados no arranjo do refluxo ao longo da coluna e na transferência de massa e calor.

### 2.1.5.1 Arranjo do Calor

Do ponto de vista dos autores, o problema básico da destilação convencional consiste na ausência do controle sobre os processos de troca de calor e energia de condensação das substâncias. Além disso, o controle sobre a energia da evaporação e da condensação é o processo preliminar, que pode operar e governar o processo efetivo de troca. Considerando o exemplo elementar da destilação da mistura água e álcool (Figura 11), observa-se que após a evaporação de ambas as substâncias, há sua condensação na superfície da coluna ou nos pratos. Assim, gera-se uma quantidade grande de calor da condensação.

A destilação convencional praticamente não utiliza o calor de condensação resultado de parte da água condensada que pode outra vez evaporar e ascender pela coluna. Em uma etapa ideal depois do primeiro ato de evaporação e condensação, toda a quantidade de água deve ser removida no fundo da coluna (veja a Figura 11) e toda a quantidade de álcool deve ser evaporada outra vez e ser removida no alto da coluna. É necessário remover a energia de condensação da água por algum meio ou fazer a transferência de calor para o processo de evaporação do álcool.

Figura 11: Esquema da etapa elementar de uma destilação de água-álcool.



Fonte: Adaptado de <http://linas.ru/>

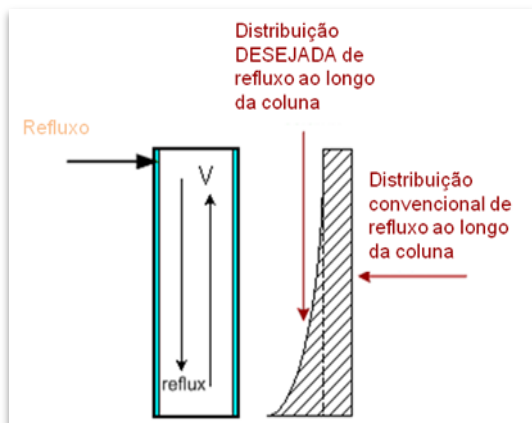
Entretanto, em colunas convencionais, não há nenhum dispositivo ou tecnologia que supervisione este processo. Assim, a energia de condensação não é aproveitada o que resulta em uma redução da eficiência de separação, no aumento na altura das colunas e das despesas da energia. É necessário organizar algum dispositivo ou tecnologia que controle essa energia. A introdução de tal mecanismo conduziria à diminuição da altura de uma coluna e aumentaria a eficiência da destilação.

#### 2.1.5.2 Arranjo do Refluxo

O segundo ponto fraco da destilação convencional é a falta de um esquema adequado de distribuição da razão de refluxo ao longo da coluna. O refluxo normalmente é composto por destilado puro. Este é incorporado no processo por meio de um dispositivo localizado no alto da coluna. Uma análise simples dos processos de troca em uma coluna convencional mostra que um excesso de destilado puro no topo não é requerido em grande quantidade, além de não ser absolutamente necessário. A forma mais eficiente é variar a quantidade e a composição do refluxo ao longo da altura da coluna.

A seção de esgotamento necessita de uma abundância do refluxo com uma grande quantidade do componente menos volátil. Já na seção de retificação e ao longo de seus pratos, a fração do componente menos volátil deve diminuir, ou seja, deve-se enriquecer a coluna de componente mais volátil. Ainda analisando o processo observa-se que nessa região a quantidade de refluxo deve ser diminuída quando comparada com a seção de esgotamento. Esse arranjo do refluxo reduziria a quantidade total do refluxo e o tornaria mais eficaz. Na Figura 12 é mostrada uma comparação entre o arranjo de refluxo desejável com o praticado na destilação convencional.

Figura 12: Esquema de distribuições do refluxo para destilação convencional e *Linax* ( $V \rightarrow$  fase vapor).



Fonte: Adaptado de <http://linas.ru/>

A não observância de um esquema de distribuição do refluxo resulta em um aumento nos custos de energia e no aumento na altura das torres. Resumidamente, os autores da tecnologia *Linax* citam as seguintes deficiências na destilação convencional:

- 1) O projeto moderno de torres da retificação não possui a devida atenção ao balanço real de calor e dos processos de troca;
- 2) Os processos de transferência de massa e de calor em cada ponto das colunas convencionais não estão devidamente correlacionados um com os outros;
- 3) O arranjo do refluxo em colunas de destilação convencional não é correlacionado à distribuição real mais e menos voláteis nas torres.

O resultado são colunas altas com alto gasto de energia e elevado custo de operação.

### 2.1.5.3 O Tubo de Destilação da Tecnologia Linax

A tecnologia *Linax* é baseada na destilação por película. Certamente, a destilação convencional por película tem diversas vantagens atrativas, tais como:

- a) Construção simples,
- b) Resistência muito baixa ao fluxo e,
- c) Boa capacidade de separação.

Quando comparado com outras técnicas, a destilação por película é a que possui a menor altura teórica dos pratos, cerca de 5 mm. Entretanto, para tal é necessário que a velocidade do vapor seja da ordem de 1 cm/s. Conseqüentemente, as aplicações da destilação de película são muito limitadas e não são realmente aplicáveis em uma destilação industrial. A velocidade elevada do vapor ao longo das superfícies verticais de uma película uniforme cessa os processos de troca de calor e massa. Isso torna o processo instável e todas as vantagens da destilação por película são perdidas.

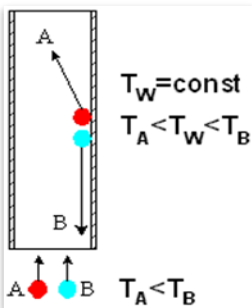
A tecnologia *Linax* resolve os problemas citados. Trata-se de tubos verticais com um comprimento de 0,5 m até 3 m e um diâmetro variando de 6 a 25 mm. Seu foco concentra-se principalmente na energia de condensação dos compostos.

#### 2.1.5.4 Força Motriz da Tecnologia Linax

A principal abordagem desta tecnologia consiste na eficiência da troca de calor. A temperatura da parede do tubo (representada na Figura 13 como temperatura  $T_w$ ) é fixa em determinado nível ao longo de uma altura do tubo entre  $T_A$  e  $T_B$ . O composto B é o menos volátil ( $T_B$ ) e o composto A o mais volátil ( $T_A$ ). O composto menos volátil condensa nas paredes do tubo e é removido na parte inferior, enquanto o mais volátil é evaporado na superfície da película e ascende o tubo.

Certamente a energia e a barreira da energia são motivações da tecnologia *Linax*. Os tubos são os responsáveis pelo arranjo de temperatura  $T_w$  em determinado nível, uma vez que esta varia ao longo da altura. O excesso da energia de condensação do componente de B é removido fora do espaço de retificação por meio de um condensador.

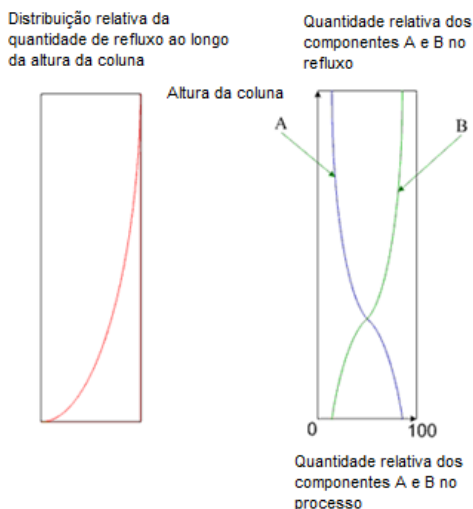
Figura 13: Força motriz da tecnologia *Linax* ( $T_A$  e  $T_B$  → temperatura de ebulição dos compostos A e B).



Fonte: Adaptado de <http://linax.ru/>

Existe um arranjo diferenciado de refluxo ao longo do tubo, uma vez que a variação de  $T_w$  gera montantes distintos de refluxo, sendo este composto pela mistura condensada de A e B. Assim, sua composição modifica-se com a altura do tubo. No nível baixo, a composição do refluxo tem grande concentração de B e a quantidade do refluxo é relativamente grande. Na parte superior do tubo o refluxo é pequeno (quando comparado com a região mais baixa) e a composição contém principalmente o componente A (Figura 14).

Figura 14: Distribuição relativa de uma quantidade do refluxo e da relação dos componentes A e B no refluxo. (a quantidade total de refluxo é apresentada com o quadrado dentro da linha vermelha).

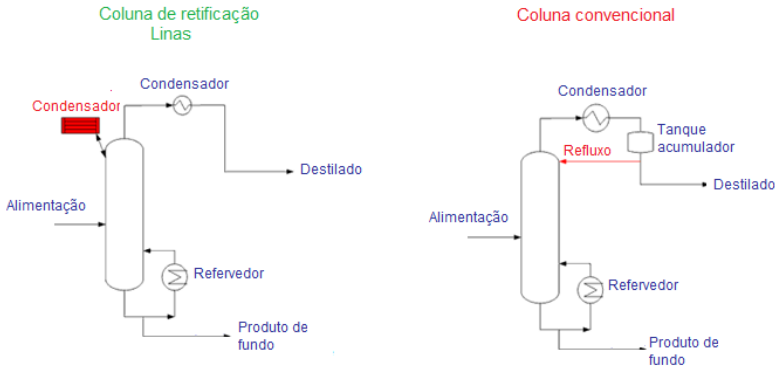


Fonte: Adaptado de <http://linas.ru/>

Visualmente, o diferencial externo entre a tecnologia *Linax* e uma torre convencional é pequeno (Figura 15). Basicamente observa-se a inexistência de uma linha de refluxo para a coluna, como é existente no processo convencional, e a presença de um dispositivo adicional (o condensador) para o fluido externo.

Resumidamente a tecnologia *Linax* oferece soluções para os problemas básicos da destilação convencional (citados no texto) na medida em que a temperatura da parede é controlada e a operação se dá com refluxo interno.

Figura 15: Esquema de tecnologia *Linax* e de torres convencionais de retificação.



Como consequência das melhorias da nova tecnologia, *Linax* é capaz de operar com altas vazões sendo passível de ser utilizada em aplicações industriais. Dentre as características do processo por *Linax*, pode-se citar:

- Película de destilação estável sob uma velocidade de corrente de vapor da ordem de 1,5 a 2,0 m/s;
- Adaptação do calor e processos de troca dentro da coluna às propriedades físicas da mistura a ser separada;
- Arranjo novo do processo do refluxo. Todo o destilado evaporado é produto final;
- Uma redução de três a dez vezes da altura de torres de retificação e redução de 50 a 100 vezes na quantidade de compostos separados dentro da coluna comparando-se com as torres convencionais de retificação.

Baseado nos resultados obtidos com esta tecnologia, e principalmente com a indicação de redução de altura, o estudo realizado tem o objetivo de avaliar um processo de destilação por película com o fornecimento de calor assistido por tubo de calor do tipo termossifão. Dessa forma, a eficiência da troca de calor é assegurada e o processo pode ser realizado com proporções menores que de uma destilação convencional.



## 2.2 DESTILAÇÃO POR PELÍCULA – FILME LÍQUIDO DESCENDENTE

O filme líquido descendente tem se tornado uma das formas mais eficazes de transferir calor e massa nos processos de evaporação e condensação. No campo das aplicações industriais, o escoamento de um líquido em superfície livre encontra sua principal utilização em trocadores com transferência de calor e massa. A principal vantagem desse tipo de dispositivo é a grande superfície de contato da fina camada de líquido em circulação, que possibilita altas taxas de transferência de calor e massa, necessitando de um pequeno fluxo de líquido. Por conseguinte, é de fundamental importância o conhecimento da quantidade de massa evaporada em um determinado comprimento de tubo.

Existem diversos tipos de evaporadores:

**Descontínuos:** o produto se aquece em um recipiente esférico, envolto por uma camisa de vapor. Este recipiente é aberto ou conectado a um condensador ou a um sistema a vácuo. A área de transferência de calor neste tipo de evaporador é muito baixa e o tempo de residência do produto pode chegar a várias horas. O aquecimento do produto é feito por convecção natural.

**Convecção natural:** é dotado de tubos curtos verticais, dentro de um corpo de vapor, este dispositivo é chamado de Calandra. O produto é aquecido e sobe através dos tubos por convecção natural e o vapor condensa pelo exterior dos tubos. O líquido concentrado retorna à base do recipiente através de uma seção anular central.

**Película ascendente:** são utilizados para evaporar alimentos líquidos de baixa viscosidade, os quais fervem no interior de tubos verticais. Estes tubos se aquecem devido ao vapor existente no exterior, de tal maneira que o líquido ascende pelo interior dos tubos é arrastado por vapores formados na parte inferior. O movimento ascendente dos vapores produz uma película que se move rapidamente para cima. Este tipo de evaporador alcança elevados coeficientes de transferência de calor, podendo recircular o alimento líquido até que se alcance a concentração desejada. O tempo de residência é de 3-4 segundos.

**Película descendente:** estes evaporadores desenvolvem uma fina película de líquido, dentro de tubos verticais, que desce por gravidade. Também permitem instalar um maior número de efeitos do que o evaporador de película ascendente e podem processar misturas mais viscosas e mais sensíveis ao calor. O tempo de residência é da ordem de 20-30 segundos.

**Circulação forçada:** consta de um trocador de calor com aquecimento indireto, onde o líquido circula em elevadas velocidades, devido à presença de bombas de fluxo axial. Devido à elevada carga hidrostática da parte superior dos tubos, qualquer possibilidade de ebulição do líquido é desprezada. O líquido que entra no evaporador se evapora instantaneamente, devido à diferença de pressão entre a parte interior e exterior do tubo. Possui os menores custos de fabricação e operação.

**Película agitada:** a configuração cilíndrica do sistema produz pequenas áreas de transferência de calor por unidade de volume de produto, sendo necessária a utilização de vapor à alta pressão como meio de aquecimento, com o objetivo de conseguir elevadas temperaturas na parede e velocidades de evaporação razoáveis. A grande desvantagem deste sistema são os custos de fabricação e manutenção, assim como a baixa capacidade de processamento.

**Serpentina rotativa:** é constituída de uma ou mais serpentinas de vapor que giram abaixo da superfície do líquido em ebulição. A serpentina, ao girar, proporciona turbulência ao líquido, o que melhora a transferência de calor e, ao mesmo tempo, diminui a taxa de queima. O evaporador com serpentina rotativa pode também funcionar de forma contínua.

**Múltiplos efeitos:** os evaporadores de múltiplos efeitos (dois ou mais) conjugam em série, dois ou mais evaporadores simples, numa mesma estrutura ou em estruturas separadas. Os sistemas utilizados são os mais diversos, podendo haver associação de descontínuo mais convecção natural, convecção natural mais serpentina rotativa, tubos longos mais tubos longos (geralmente com película descendente de circulação forçada) e assim por diante. A grande vantagem desta conjugação é a economia de vapor gasta por quilograma de água evaporada.

A destilação por filme descendente nada mais é do que a utilização de um evaporador de película descendente para separar uma mistura em seus componentes de maior valor agregado.

Durante o processo de escolha e construção do protótipo para destilação em película alguns pontos foram considerados:

- 1) Escolha do material do tubo mais adequado para o fluido de trabalho;
- 2) Não utilização de tubos pequenos aletados, pois estes tendem a inibir a distribuição longitudinal do filme;
- 3) Em etapas posteriores, a análise da necessidade de um conjunto de tubos (número de tubos de destilação conforme vazão

- desejada);
- 4) Seleção e localização adequada dos pulverizadores, sistema de aspersão ou bandejas de distribuição, responsável por distribuir uniformemente o líquido no interior do tubo de destilação;
  - 5) Determinação da vazão mínima de líquido na alimentação de forma a promover o bom funcionamento da unidade. Esta análise visa evitar a formação de pontos secos, “*dry patches*”, que são responsáveis por um baixo rendimento térmico (tem que se ter em conta que quando o líquido escoar no tubo vertical com uma vazão muito baixa o escoamento não molha toda a superfície do tubo formando as áreas secas. A vazão mínima que faz com que não ocorra esse fenômeno é denominada de vazão crítica);
  - 6) Facilitação, através do layout do tubo, do escoamento do vapor, ou seja, a “fuga” do vapor através da superior do aparato para o condensador;
  - 7) Modelagem dos fenômenos de transferência de calor e massa e avaliar a influência de componentes viscosos no desempenho do protótipo.



### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão descritos os materiais e métodos empregados no desenvolvimento de um aparato experimental em vidro para destilação em filme. O objetivo final do protótipo é um equipamento composto por um tubo de destilação vertical, região onde ocorre a destilação por película, assistido por uma câmara de vapor, que será responsável por manter o perfil de temperatura desejado. Como a tecnologia é inovadora, o ponto de partida dos estudos será avaliando a eficiência de separação de uma mistura binária de etanol/água.

O Laboratório de Controle de Processos (LCP) da Engenharia Química e Engenharia de Alimentos possui em suas instalações uma coluna de destilação convencional (pratos) em escala piloto, totalmente instrumentada e operando com a mistura de etanol/água. Desta forma, definiu-se inicialmente trabalhar com o mesmo sistema de separação, pois os dados oriundos da coluna convencional podem ser utilizados na comparação com os resultados do protótipo. Será então possível traçar um comparativo entre gastos energéticos das duas concepções, assim como a capacidade de separação entre ambas.

#### 3.1 CONSIDERAÇÕES DE PROJETO

Para o projeto do protótipo, algumas variáveis de projeto foram definidas baseando-se na proposta da tecnologia *Linax*. Outras foram determinadas a partir dos experimentos de destilação álcool-água em colunas convencionais.

O processo de destilação ocorre por meio de um filme líquido descendente de uma mistura binária (etanol/água, com 10% em base volumétrica de etanol) que flui sobre a superfície interna de um tubo vertical (aqui denominados tubos de transferência de calor e massa). A película de líquido escoar em fluxo laminar simétrico em contra corrente com o vapor gerado a uma determinada pressão e temperatura, enquanto a parede do tubo é mantida radialmente a uma temperatura constante (por meio da câmara de vapor). O tubo de destilação é construído em vidro com espessura de 3 mm e diâmetro interno de 26 mm. O vidro foi selecionado para visualização dos fenômenos envolvidos no processo.

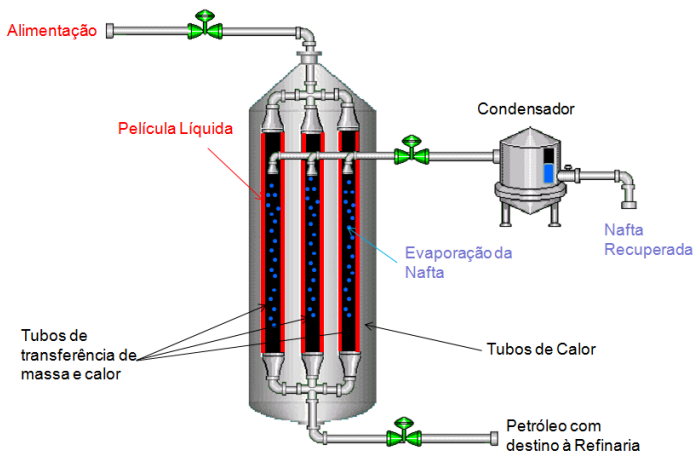
Com base nesta descrição, algumas características do protótipo, referentes ao processo de destilação, foram definidas:

- 1) Os bocais de alimentação são dispostos no topo do protótipo;
- 2) Temperatura de alimentação de 70°C;
- 3) A alimentação é realizada por meio de um aparato distribuidor;

- 4) O fluido deve ser distribuído igualmente pelas paredes onde ocorre a troca térmica;
- 5) A transferência de calor é gerada em um tubo de calor tipo câmara de vapor que envolverá os tubos de destilação;
- 6) A fase vapor flui pela parte central do tubo, sendo o condensado armazenado em um tanque na parte inferior do protótipo;
- 7) O produto de fundo continuará descendo pela parede e sairá pela base do tubo de destilação onde será coletado em um recipiente adequado;
- 8) Haverá um aparato para promover o acúmulo de líquido na base do tubo, impedindo a passagem de vapor pela tubulação de produto de base, assim como, aumentar a taxa de evaporação do produto leve que, porventura, ainda esteja presente na mistura líquida.

Na Figura 16 apresenta-se um desenho esquemático do protótipo de testes. Conforme já citado, o protótipo é formado de um tubo cilíndrico onde internamente ocorre o processo de destilação em película, localizado dentro de um termosifão do tipo câmara de vapor. A câmara de vapor é responsável pelo fornecimento de energia para o processo. O condensador externo apenas realizará o resfriamento da corrente de interesse para posterior transporte (facilidade de transportar na fase líquida).

Figura 16: Representação esquemática de protótipo para destilação em película descendente.



Detalhamentos do projeto da destilação por película, bem como dos equipamentos que compõem as bancadas experimentais são apresentados a seguir.

### 3.1 DIMENSÕES DO TUBO DE DESTILAÇÃO

Conforme já citado, os primeiros testes foram realizados com um protótipo utilizando a mistura etanol-água para avaliação das condições de projeto. A definição das dimensões do tubo de destilação foi calculada baseando-se na área efetiva de troca de calor e massa da coluna piloto existente no laboratório LCP. No Quadro 1 são apresentados os dados de projeto da coluna de pratos piloto. O cálculo de área de troca foi baseado em equações clássicas encontradas na literatura de destilação, e correspondem à área total de borbulhamento da coluna. Com base neste valor, foram calculados os parâmetros de projeto para os tubos de transferência de massa de calor, ou seja, tubos de destilação. Foram então analisadas diferentes combinações entre alturas e diâmetros de tubos para destilação em película baseado na área de troca calculada. Foram então analisadas diferentes combinações entre alturas e diâmetros de tubos para destilação em película baseado na área de troca calculada. No Quadro 2 são apresentados os resultados mais significativos.

Quadro 1. Dados de projeto de coluna de destilação convencional em escala piloto.

Diâmetro da coluna	0,2 m
Espaçamento entre pratos	0,15 m
Tipo de prato	Perfurado Espessura 0,01 m Furos com diâmetro de $3 \times 10^{-3}$ m
Holdup	1 L
Altura do vertedouro	0,05 m
Área do prato	$0,26 \text{ m}^2$
Fração da área do prato para o vertedouro	0,4
Área de troca	$0,312 \text{ m}^2$

Quadro 2. Cálculo da altura e diâmetro correspondente para destilação em película.

Altura do Tubo (m)	Diâmetro do Tubo (m)
1,00	0,10
1,98	0,05
3,97	$25 \times 10^{-3}$
16,59	$6 \times 10^{-3}$

Observando os dados do Quadro 2 optou-se por utilizar um tubo com 1 m de altura e diâmetro de 26 mm. Esta definição foi baseada no trabalho sobre a tecnologia *Linax*, onde os autores afirmam ser possível a destilação por película em tubos com diâmetros de 6 a 25 mm. Desta forma, foram realizados testes com uma mistura binária de etanol e água, semelhante a que é atualmente realizada na unidade piloto, e foi observada a eficiência da separação. Assim, foi possível analisar qual prato que este resultado equivale na destilação convencional.

### 3.3 PROJETO DA CÂMARA DE VAPOR

Após a definição da altura e diâmetro do tubo de destilação foi iniciada a construção de um protótipo de vidro para os testes do fornecimento de calor para o tubo de destilação. O desenvolvimento do aparato experimental em relação ao termossifão é constituído basicamente de três partes: o evaporador, a câmara de vapor em si, e o reservatório de gases não condensáveis, como apresentado na Figura 17. Os desenhos apresentados foram confeccionados com o auxílio do software Solid Works<sup>®</sup>.

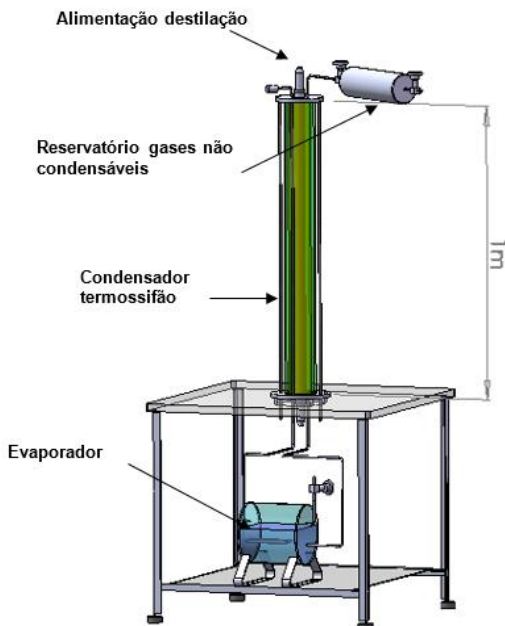
A câmara de vapor, que corresponde à região do condensador de um termossifão em circuito convencional, é basicamente constituída por três tubos cilíndricos de vidro de boros silicato com um 1 metro de comprimento. Os tubos estão arranjados de forma concêntrica, e fechados em suas extremidades por duas chapas de aço inox 304 de 12 mm de espessura, devidamente usinadas para proporcionar tal arranjo e a vedação do sistema.

O arranjo dos tubos de vidro forma três cavidades cilíndricas, sendo a primeira formada pelo menor tubo de vidro do conjunto que será a região onde ocorrerá a destilação pelicular. Por esta razão, tal tubo é denominado de tubo destilador. A segunda cavidade, composta pelo vidro menor e pelo vidro intermediário, corresponde à câmara de vapor, parte responsável pelo controle térmico da destilação. E por final, a terceira cavidade, composta pelo vidro intermediário e pelo vidro



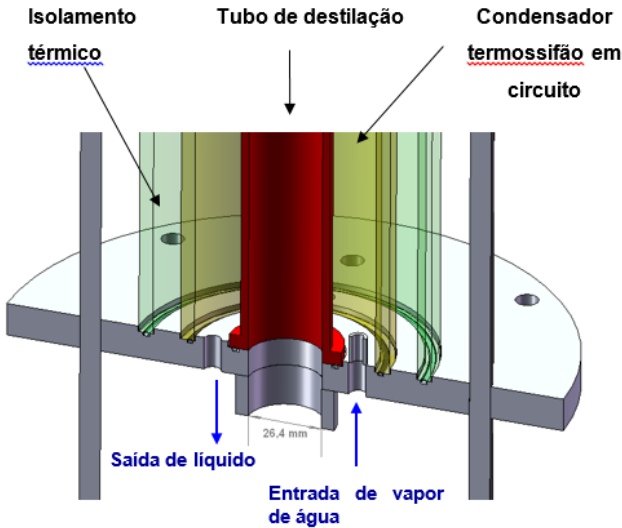
externo, tem por finalidade o isolamento térmico através da evacuação do ar presente na mesma, reduzindo assim a perda de calor para o meio externo.

Figura 17: Ilustração do projeto da bancada experimental de vidro apresentando as partes do termossifão.



A Figura 18 contém uma ilustração do sistema onde é possível observar as três regiões formadas pelos vidros e a entrada de vapor e saída de líquido da câmara.

Figura 18: Desenho esquemático da disposição das câmaras.



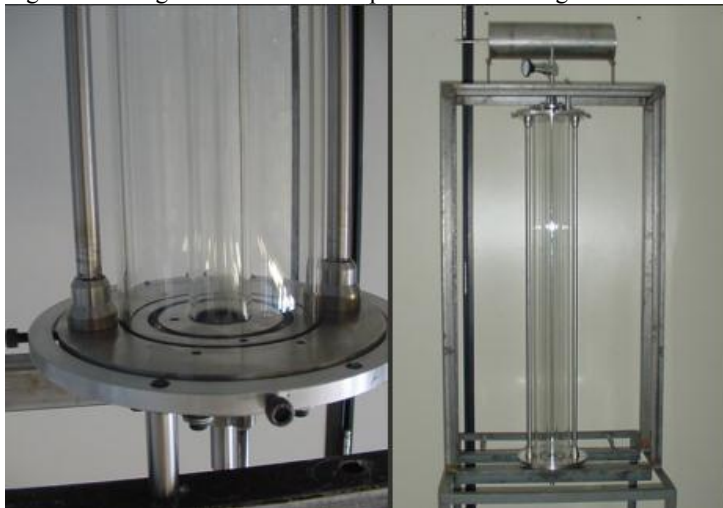
O Quadro 3 apresenta as dimensões dos tubos de vidro.

Quadro 3. Dados geométricos dos tubos de vidro utilizados no aparato.

Vidro nº	Diâmetro Externo (mm)	Espessura da Parede (mm)
1	$32,8 \pm 0,5$	3,2
2	$75,0 \pm 0,5$	5,0
3	$105 \pm 1$	5,0

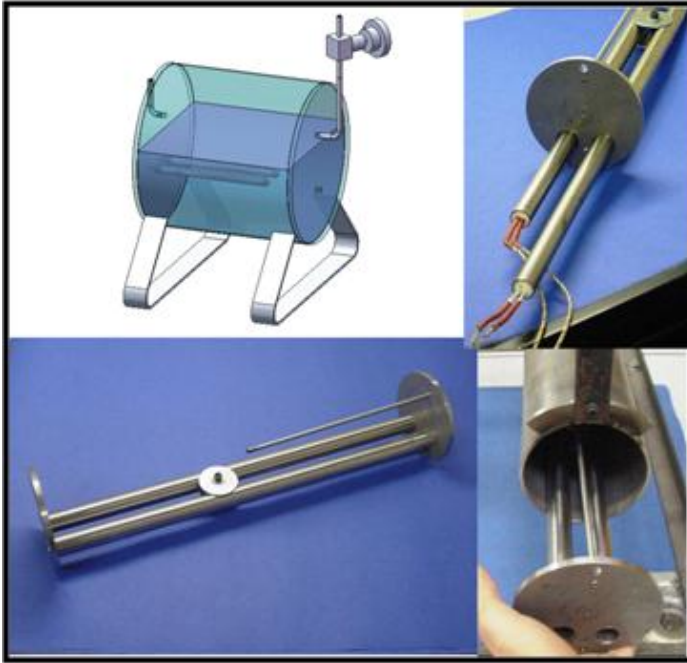
As duas extremidades do conjunto de tubos foram seladas com placas de aço inoxidável para minimizar os efeitos de borda. Na primeira etapa dos experimentos, foi inserido um tubo de nylon na região 1, para possibilitar a instalação de termopares para a aquisição das temperaturas experimentais e verificar o perfil de temperatura ao longo do tubo. Nas extremidades do tubo, foram instaladas válvulas para entrada e controle dos fluidos. Na câmara de vapor ocorre a inserção de vapor, a retirada de fluido condensado e controle dos gases não condensáveis. A Figura 19 a imagem da montagem da câmara de vapor.

Figura 19: Imagem da câmara de vapor durante montagem.



O evaporador foi construído com um tubo cilíndrico de aço inox 304 de 101,6 mm de diâmetro externo, 3 mm de parede e 400 mm, conforme é mostrado na Figura 20. Na base inferior do evaporador e ao longo do seu comprimento longitudinal foram inseridos dois tubos de aço inox, com diâmetro interno de 12,7 mm, onde foram alocadas as resistências elétricas. Isso facilita a reposição delas caso seja necessário. Para o fornecimento de calor no evaporador foram inseridas duas resistências do tipo cartucho com 1.200 W cada. Este valor foi obtido a partir do calor necessário para destilar a mistura de etanol/água na proporção de 10%/90%. As tampas laterais possuem três furos com 6,35 milímetros de diâmetro para receber as tubulações do retorno de líquido, do transporte do vapor até ao condensador e do carregamento do fluido de trabalho. Foram instalados dois pequenos tubos de inox 304 de 3,4 mm com diâmetro, de modo que seja possível inserir sensores de temperatura dentro do evaporador em dois pontos diferentes, um na parte inferior, para a medição da temperatura do líquido em ebulição, e outro na parte superior, para a medição da temperatura do vapor recém-formado. Todos os processos de soldagem para o evaporador foram executados com solda TIG (*Tungsten Inert Gas*) sem adição de material.

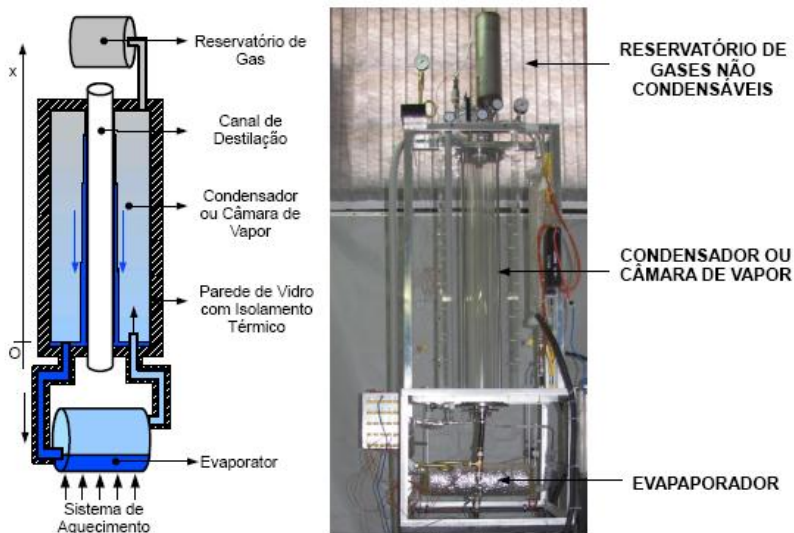
Figura 20: Desenho esquemático e fotografias do evaporador em etapa de montagem.



O reservatório de gases não condensáveis, assim como o evaporador, foi construído com um tubo de aço inox 304 de 10,16 cm de diâmetro externo e 2 mm de parede. Para a instalação do evaporador e do reservatório de gases nãocondensáveis foram utilizados como dutos de conexão, tubos de aço inox 316L de 6,35 mm de diâmetro externo e 1,5 mm de espessura de parede. Foram utilizadas conexões de rosca cônica de inox da marca Swagelok® para tubos de  $\frac{1}{4}$  de polegada, as quais são empregadas como emendas entre o tubo que comunica a câmara de vapor com o reservatório de gás.

Na Figura 21 é possível observar um esquema e a imagem da bancada apresentando as suas três principais partes.

Figura 21: Desenho esquemático e imagem da bancada experimental construída.

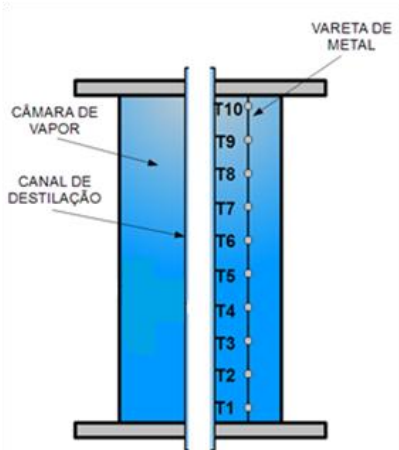


### 3.3.1 Tecnologia *Linax*

A câmara de vapor foi instrumentada com um conjunto de termopares e um transdutor de pressão, permitindo assim a medição da temperatura em vários pontos se a pressão interna da câmara. Foram empregados dez termopares na medição da temperatura no interior da câmara de vapor, sendo estes instalados e distribuídos ao longo de uma vareta de metal, que se encontra fixa paralelamente ao comprimento longitudinal da câmara.

Na Figura 22 é apresentada uma ideia geral de como os termopares foram distribuídos ao longo do interior da câmara de vapor e do canal de destilação.

Figura 22: Distribuição dos termopares ao longo da câmara de vapor e canal de destilação.

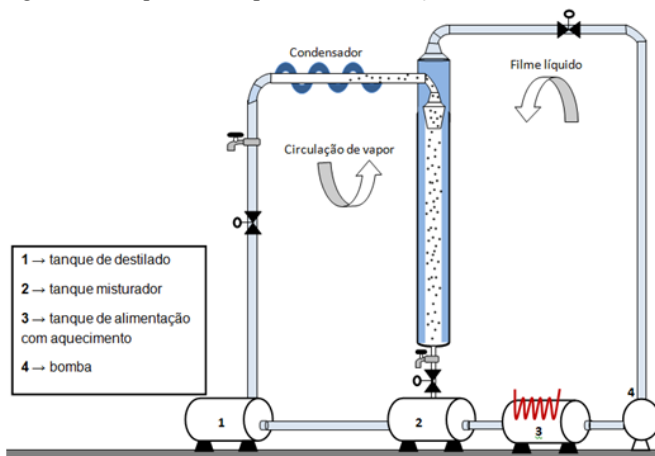


Os termopares utilizados para o monitoramento da temperatura nas regiões de interesse do aparato são do tipo K (ligas metálicas Níquel-Cromo e Níquel-Alumínio) da marca Omega®, modelo TT-K-36. A incerteza de medição da temperatura combinada com o sistema de aquisição de dados mencionado é de  $0,8^{\circ}\text{C}$ , conforme a calibração feita no laboratório.

### 3.4 PROJETO DO PROTÓTIPO DE DESTILAÇÃO POR PELÍCULA

Inicialmente foram realizados testes experimentais com o termossifão para gerar um perfil de temperatura. Foi então possível dar início a montagem do protótipo de destilação com partes em vidro. O aparato construído para os testes com o termossifão em circuito serviu como base para a construção do protótipo de vidro para destilação. Nesta etapa do projeto, o aparato recebeu todas as adaptações e acessórios necessários para a realização da destilação da mistura água-etanol. A Figura 23 mostra de forma esquemática a constituição do protótipo, incluindo o processo de destilação.

Figura 23: Esquema do aparato da destilação.



O processo opera em sistema fechado de forma contínua. Os tanques de acúmulo representados na Figura 23 foram mensurados para 2 horas de operação. O tanque de destilado (1) é responsável pelo acúmulo da mistura que poderá ser re-injetada, na forma de reciclo, no tubo de destilação. O tanque misturador, que recebe tanto a corrente de destilado como de resíduo, é importante na medida em que sua inclusão minimiza perturbações no tanque de alimentação. É possível notar que o projeto mostra uma preocupação com a viabilidade de retiradas de amostras para análise de composição em todas as correntes. Esses pontos de amostragem foram implementados por meio de válvulas.

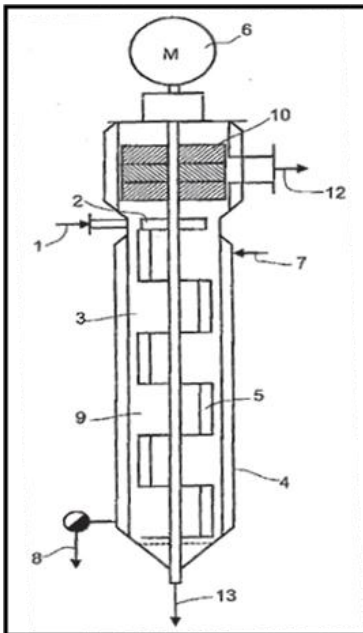
### 3.4.1 Tecnologia *Linax*

A garantia da uniformidade da distribuição do líquido nas paredes do tubo de destilação é peça fundamental no funcionamento da destilação pelicular. Desta forma, foi realizado um levantamento em bases de dados de patentes sobre aparatos desenvolvidos para promover esta distribuição. Entretanto, os trabalhos encontrados são em sua grande maioria referentes às configurações distintas de pratos de destilação, cuja finalidade é melhorar o contato entre as fases. Podem ser citados os trabalhos de Lavin (1988) sobre diferentes geometrias de pratos de destilação, e de Bosmans e Uijen (2001), que mostra uma coluna cujo contato gás/líquido é realizado por uma pluralidade de pratos axialmente espaçados.

O trabalho de Stroefler et al. (2007) apresenta uma patente de um evaporador por filme líquido descendente para separação de misturas líquidas. Mostra que para separação de polioximetileno glicol foi realizada em um evaporador com 3 m de altura e 50 mm de diâmetro interno. Lâminas rotativas internas distribuem a mistura líquida por toda superfície do evaporador garantindo a manutenção e o transporte do filme, além de intensificar os processos de transferência de massa e calor. Na Figura 24 são mostrados alguns detalhes importantes do aparato, onde os numerais representam:

- 1: a alimentação da mistura;
- 2: o aparato distribuidor do líquido;
- 3: a superfície de evaporação;
- 4: a jaqueta de isolamento;
- 6: o rotor.

Figura 24: Representação esquemática de evaporador por filme líquido descendente.



Fonte: Stroefler et al. (2007)



No esquema de funcionamento o vapor passa pelo espaço de separação das fases (9) e é então coletado em (10). O líquido que foi arrastado com as gotículas de vapor é removido da fase gasosa em (10) e é recirculado para a fase líquida. O concentrado é retirado em (13).

Teleken (2012) realizou estudo do escoamento no interior de um tubo de destilação. Foi empregado um sistema em formato de cone. A peça, além de distribuir a alimentação, deve também permitir a passagem do vapor gerado no interior do tubo de destilação. Dessa forma, foi projetado um sistema onde a alimentação escoava externamente ao cone, e o vapor ascende internamente.

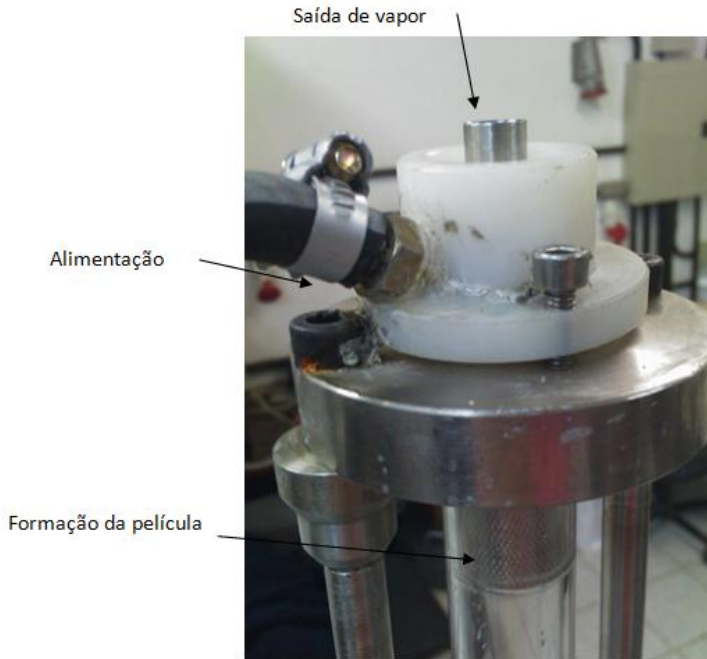
A peça construída para distribuir a alimentação deve também permitir a passagem do vapor gerado no interior do tubo de destilação. Na Figura 25 é apresentada uma fotografia da peça em questão, onde também se pode observar as ranhuras do cone, necessárias para promover uma maior aderência do fluido, uniformizando a distribuição do líquido.

Figura 25: Visualização da peça do sistema distribuidor da alimentação utilizado.



Na Figura 25 é apresentada uma fotografia com o sistema instalado, indicando a alimentação, a formação da película, bem como a saída de vapor.

Figura 26: Sistema distribuidor da alimentação.



O resultado desta etapa foi a confecção de um aparato para distribuição da alimentação do tubo de destilação em formato de cone vazado. Consequência disso é um sistema de simples usinagem com resultados indicando sua eficiência.

### 3.4.2 Definição das Condições de Operação

Para a definição das condições de operação e por consequência, de alguns parâmetros construtivos do protótipo, simulações do processo foram realizadas com a mistura etanol-água. Simuladores comerciais de processos como o Aspen Plus® e o Aspen Hysys® não possuem modelos específicos para evaporador, em especial do tipo *falling film*. O *Aspen Shell & Tube Exchanger®* possui um modelo para o evaporador *falling film* apenas para cálculo da temperatura de saída. Sabendo-se que a energia gasta por um evaporador pode ser aproximada pela soma das parcelas de energia gasta por uma série de *flash's*, um artifício utilizado é simular um evaporador como sendo uma sequência de *flash's*.

O vapor de um *flash* posterior poderia ser alimentado de volta

para o *flash* anterior e assim a simulação mostraria um perfil de temperatura *flash* à *flash*. O número de *flash*'s e a carga térmica podem ser ajustados baseados no perfil de temperatura observado na prática. Alguns trabalhos da literatura utilizam esta técnica, como em Jorge *et al.* (2010) que simulam com uma sequência de *flash*'s o sistema de evaporação de uma destilaria.

Como alternativa imediata para projeto das vazões utilizadas no processo (em especial para estimativa da vazão de vapor), foram conduzidas simulações utilizando o artifício exposto acima. Para tanto, algumas definições foram adotadas:

1. O objetivo do aparato foi, inicialmente, a separação da mistura etanol/água,
2. Analisou-se a separação desta mistura na planta piloto de destilação a pratos, e definiu-se como perfil de temperatura de trabalho no protótipo o que gerou uma melhor separação do sistema,
3. Devido a fragilidade do vidro, e por se tratar de testes preliminares, ficou definido que o protótipo de destilação irá operar sob pequenas variações da pressão atmosférica,
4. Foi realizado um levantamento bibliográfico para definir a vazão de alimentação.

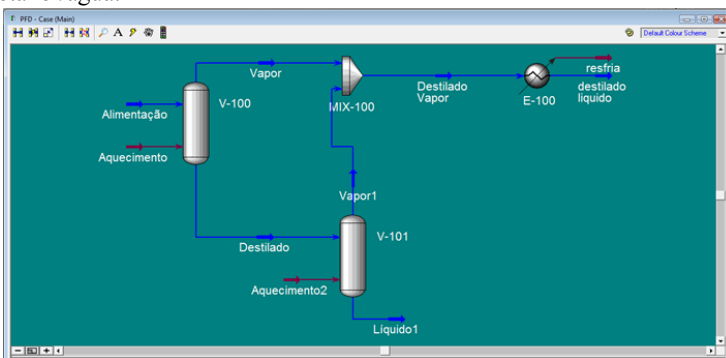
O item da vazão foi o que mereceu maior atenção. Em estudos que reportam a realização da destilação via película, encontrou-se nos trabalhos de Batistella (1996) maiores detalhes operacionais. Nos resultados de simulações de uma destilação por filme líquido descendente o autor trabalha com vazões que chegam a  $50 \text{ kg.h}^{-1}$  e pressões de  $0,001 \text{ mmHg}$ . Entretanto, experimentalmente, no trabalho do mesmo autor de 1999 na destilação de óleo de palma a capacidade de destilação ficou entre 3 a  $500 \text{ kg.h}^{-1}$ , sendo os melhores resultados obtidos em torno de  $25 \text{ kg.h}^{-1}$ . No trabalho de Santos (2005), na destilação de óleo lubrificante, a capacidade de destilação foi obtida de forma desejável apenas para vazões entre  $0,3$  a  $1,5 \text{ kg.h}^{-1}$ .

Apesar de algumas características diferentes entre os sistemas citados, todos os autores reportam a dificuldade em se manter o perfil de temperatura ao longo do tubo de destilação. Neste trabalho o tubo de destilação é assistido por uma câmara de vapor. Esta é responsável por manter o perfil de temperatura desejado, fato que leva a convicção de que não serão enfrentados problemas no perfil de temperatura.

Dessa forma, as simulações foram realizadas com alimentação

inicial de  $25 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , e acrescentando-se *flash's* visando a melhor relação entre composição de etanol final e vazão produzida. Na Figura 27 é apresentada a melhor configuração encontrada para separação da mistura etanol/água em base volumétrica de 10% de etanol. A configuração foi determinada observando a temperatura do topo e da base da coluna de destilação convencional. No Quadro 4 são resumidas as condições de alimentação do *flash1* (ilustrado na Figura 27 como V-100).

Figura 27: Esquema de *flash's* representando a evaporação da mistura etanol/água.



Quadro 4: Condições de alimentação do primeiro flash (V-100).

Corrente	Alimentação
Condição	Líquido Saturado
Temperatura [°C]	75,50
Pressão [kPa]	102,00
Vazão mássica [kg/h]	25,00
Vazão volumétrica [m <sup>3</sup> /h]	$2,646 \cdot 10^{-2}$
Fração Volumétrica	
Etanol	0,10
Água	0,90

O fato de a melhor configuração ser a representada por apenas dois *flash's*, é esperado, na medida em que não é considerado queda de pressão ao longo do processo. A corrente é alimentada a 102 kPa e o produto é obtido a mesma pressão, anulando os efeitos da separação por diferença de pressão. Os resultados da separação obtidos no primeiro *flash* são apresentados no Quadro 5.

Quadro 5: Correntes de saída do primeiro flash ( V-100).

Corrente de V-100	Vapor	Destilado
Condição	Vapor Saturado	Líquido Saturado
Temperatura [°C]	93,150	93,150
Pressão [kPa]	102,00	102,00
Vazão mássica [kg/h]	0,1869	24,8100
Vazão volumétrica [m <sup>3</sup> /h]	2,091*10 <sup>-4</sup>	2,536*10 <sup>-2</sup>
Fração Volumétrica		
Etanol	0,514912	0,096579
Água	0,485088	0,903421

Observa-se que a corrente de saída rica em etanol (fase vapor) possui uma fração volumétrica de etanol de aproximadamente 51% em volume, porém uma vazão mássica muito baixa – de apenas 0,1869 kg.h<sup>-1</sup>. Dessa forma, o segundo *flash* adicionado, e no Quadro 6 são apresentados os resultados de saída deste, cujos dados são referentes às correntes vapor1 e líquido 1, indicadas na Figura 27.

Como resultados do processo de evaporação com dois vasos de *flash*, as correntes de ambos passam por um misturador (denominado MIX-100) onde se obtém a corrente de destilado vapor, que após passar por um trocador de calor (E-100) recebe o nome de destilado líquido, conforme Quadro 6.

Quadro 6: Corrente saída do segundo flash (V-101).

Corrente de V-101	Vapor	Destilado
Condição	Vapor Saturado	Líquido Saturado
Temperatura [°C]	96,00	96,00
Pressão [kPa]	102,00	102,00
Vazão mássica [kg/h]	3,347	21,47
Vazão volumétrica [m <sup>3</sup> /h]	3,624.10 <sup>-3</sup>	2,174.10 <sup>-2</sup>
Fração Volumétrica		
Etanol	0,368149	0,051302
Água	0,631851	0,948698

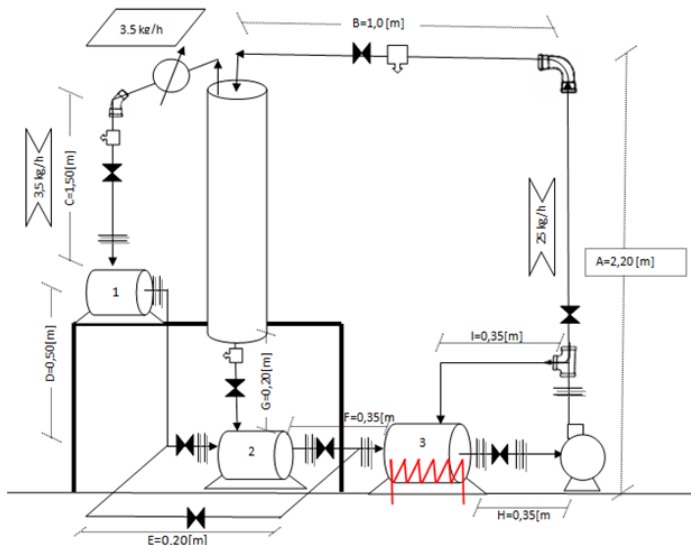
Quadro 7: Produto da separação da mistura utilizando dois tanques flash.

Corrente	Alimentação
Condição	Líquido Saturado
Temperatura [°C]	84,28
Pressão [kPa]	102,00
Vazão mássica [kg/h]	3,534
Vazão volumétrica [m <sup>3</sup> /h]	3,833*10 <sup>-3</sup>
Fração Volumétrica	
Etanol	0,376155
Água	0,623845

Os resultados apresentados no Quadro 7 indicam que a inserção do segundo *flash* reduz a fração volumétrica de etanol de 51% do primeiro equipamento para 37% após a mistura das correntes. Porém, a vazão mássica aumenta consideravelmente, passando de 0,1869 kg.h<sup>-1</sup> para 3,5334 kg.h<sup>-1</sup>. Considerando que a mistura inicial possui aproximadamente 2,5 kg de etanol, a separação com o uso de dois *flash's* promove uma recuperação de cerca de 1,3 kg deste componente, que consiste em uma aproximação mais razoável do que o obtido com apenas um *flash* (com composição maior). Cabe ressaltar que a inclusão de mais equipamentos não permitiu um incremento na vazão sendo então esta configuração a que apresentou os melhores resultados.

Observa-se que a planta fica sujeita a três vazões distintas – alimentação, produto de fundo e destilado, que são levadas em consideração para projeto da tubulação. Na Figura 28 são mostradas esquematicamente as regiões da unidade com as respectivas vazões.

Figura 28: Planta esquemática das regiões sujeitas a diferentes vazões.

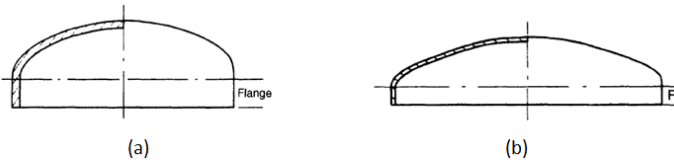


A câmara de vapor foi então projetada para manter um perfil de temperatura suave ao longo do tubo de destilação variando de 75°C no topo do tubo (região da alimentação) e 95°C na base do tubo, conforme os resultados obtidos experimentalmente e por meio das simulações anteriormente apresentadas.

### 3.4.3 Aparato para acúmulo de líquido na base

Conforme representado anteriormente na Figura 24, nota-se na representação esquemática de evaporador por filme líquido descendente que na base do tubo existe um estrangulamento da região cuja finalidade principal é manter um determinado nível na base, incrementando desta forma a evaporação. No caso deste projeto foi selecionado um aparato para acúmulo de líquido de forma a não permitir que vapor passe para a tubulação de produto de base. A Figura 30 mostra uma foto da peça usinada, que foi baseada em esquemas indicados na literatura (SINNOT, 1999) cuja representação é apresentada na Figura 29.

Figura 29: Esquemas de bases de tanque, em (a) modelo elipsoidal e em (b) torisferical.



Fonte: Sinnott (1999)

Figura 30: Peça para acúmulo de líquido na base do tubo de destilação.



O objetivo da condensação do vapor nesta região impossibilitando sua passagem na corrente de fundo foi alcançado com este aparato. No entanto, observou-se a dificuldade em manter um volume definido de líquido.

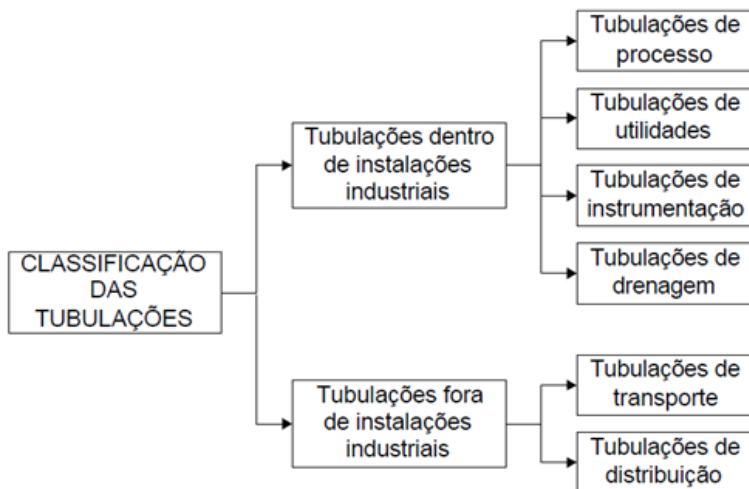
### 3.4.4 Projeto da tubulação

O projeto da tubulação de um ambiente industrial envolve um elevado número de cálculos e o custo pode representar 70% do custo dos equipamentos ou 25% do custo total da instalação. A classificação das tubulações de uma instalação industrial pode ser realizada conforme apresentado na Figura 31. Neste projeto tratou-se apenas das tubulações



de processo.

Figura 31: Classificação das tubulações industriais



Segundo esquema preliminar da unidade estimou-se a necessidade de aproximadamente 6 m de tubulação de aço 304. De posse destas definições, iniciou-se o projeto do diâmetro da tubulação. Utilizou-se para estes cálculos a formulação de Hazen-Williams e, a teoria do comprimento equivalente (equação 4.8).

$$J = \frac{(10,65 \cdot Q^{1,85})}{(C^{1,85} \cdot D^{4,87})} \quad (4.8)$$

Sendo:

$J = \frac{\Delta h}{L_t}$  sendo a perda de carga unitária [m/m]

Q é a vazão de dimensionamento [m<sup>3</sup>/s]

C o coeficiente de rugosidade

D diâmetro da tubulação [m]

$L_t$  é o comprimento total ( $L_{eq} + L_{tub}$ )

O comprimento equivalente consiste em adicionar à extensão da tubulação, para efeito de cálculo, comprimentos tais que correspondam à mesma perda de carga que causariam as peças especiais existentes na tubulação. Isto devido tanto a perda de carga da tubulação retilínea

quanto da peça/singularidade variar segundo a velocidade do escoamento, possibilitando assim, expressar as perdas localizadas como função de comprimentos retilíneos. Desta forma, cada peça/singularidade possui um comprimento fictício e adicional, cujos valores são tabelados.

Os tubos de aço, são chamados de uso geral, possuem excelentes qualidades mecânicas, baixo custo, facilidade de solda e conformação representando desta forma, cerca de 90% dos tubos utilizados nas indústrias. São utilizados para água doce, vapor, condensado, ar comprimido, óleo, gases e muitos outros fluidos pouco corrosivos. Os limites de trabalho pela temperatura podem ser resumidos a seguir:

Limites de trabalho pela temperatura

450°C para serviço severo,  
480°C para serviço não severo,  
520°C máximo em picos,  
370°C começa a deformação por fluência,

Atualmente a ASTM (*American Society for Testing and Materials*) especifica mais de 500 tipos diferentes de materiais disponíveis para tubulações industriais. Devido ao grande número de possibilidades, escolheu-se seguir uma rotina para seleção da melhor opção. A experiência foi indispensável e insubstituível, ou seja, o material para ser selecionado já deveria ter sido usado anteriormente. Resumindo, pode-se indicar a rotina para seleção do material.

- 1) Conhecimento do material disponível na prática e suas limitações físicas e de fabricação.
- 2) Selecionar o grupo mais adequado para o caso tendo em vista as condições de trabalho, corrosão, nível de tensão, temperatura, etc.
- 3) Comparar economicamente os diversos materiais selecionados levando em conta todos os fatores de custo.

Após a análise acima, devido à facilidade de manipulação e usinagem, condições de operação e custo, e experiência prévia de trabalhos definiu-se utilizar a tubulação em aço. O coeficiente C (coeficiente de rugosidade) a ser utilizado no dimensionamento é mostrado no Quadro 8.

Quadro 8: Coeficiente de rugosidade para dimensionamento de tubulação para diferentes materiais.

Material	Coeficiente de Rugosidade
Ferro ductil (Fofo)	130
Aço comercial	130
PVCPBA (poli(cloreto de vinila) de baixa abrasividade)	130
PEAD (polietileno de alta densidade)	140
FIBRA	155








Em virtude do coeficiente de rugosidade, o aço foi o material definido para as tubulações e como consequência, deve-se obedecer aos limites de velocidade do escoamento apresentados no Quadro 9

Quadro 9: Limites de velocidade máxima a ser obedecido em função do diâmetro da tubulação (aço).




Diâmetro interno (mm)	Velocidade máxima permitida (m/s)
50	0,60
75	0,70
100	0,75
150	0,80
200	0,90
250	1,00

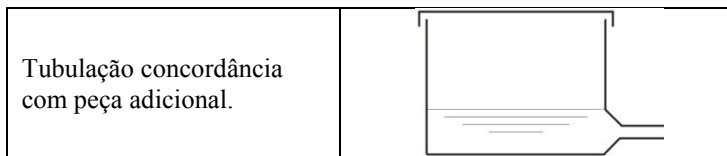
No Quadro 9 são apresentadas as singularidades presentes no aparato proposto, assim como as equações utilizadas para cálculo do comprimento equivalente. Também, existem quatro (4) diferentes esquemas de saídas de fluido do tanque para tubulação, sendo representados esquematicamente no Quadro 11.

Quadro 10: Singularidades presentes na tubulação do protótipo de destilação.

<i>Singularidades</i>	<i>Qde</i>	<i>Equação</i>	<i>Considerações</i>
Curva 90° de raio longo 	06	$L_{eq} = 0,036 + 12,15 * D$	
Cotovelo 45° 	01	$L_{eq} = 0,045 + 7,08 * D$	
Tê de saída bilateral 	03	$L_{eq} = 0,396 + 62,32 * D$	
Válvula esfera 	08	$L_{eq} = 0,010 + 340,27 * D$	
Válvula de retenção 	02		
Torneiras 	03	$L_{eq} = 0,010 + 340,27 * D$	Aproximado para válvula globo
Entrada de tanque 	03	$L_{eq} = -0,23 + 18,63 * D$	Tubulação normal

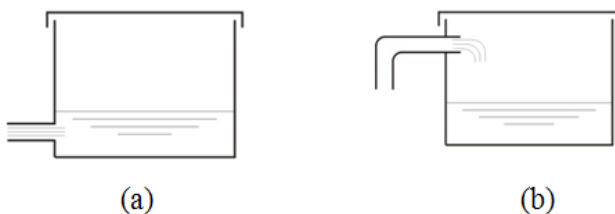
Quadro 11: Esquemas de saídas de tanque.

<i>Tipo</i>	<i>Esquema</i>
Tubulação reentrante ou de borda	
Tubulação normal	
Tubulação forma de sino	



Os padrões para saída do fluxo da tubulação são: jato livre ou afogado. Na Figura 32 tem-se em (a) jato afogado e em (b) jato livre. A saída do fluido da tubulação para os tanques foi confeccionada na forma de jato livre.

Figura 32: Representação da saída do fluxo da tubulação para o tanque. Em (a) jato afogado e em (b) jato livre.



Conforme desenho representativo das vazões de projeto observa-se que o sistema está sujeito a três regiões de diferentes vazões. Desta forma, os cálculos foram realizados separadamente, considerando-se as singularidades presentes em cada região e a respectiva vazão. Os cálculos indicaram que para as vazões de projeto e as características do processo a tubulação indicada é de diâmetro  $1/4''$ .

### 3.4.5 Projeto dos Tanques

Segundo as características do processo, foram dimensionados três (3) tanques, sendo dois (2) para acúmulo de produtos de topo e base e um (1) para mistura e consequente alimentação. O esquema foi selecionado devido à operação contínua do processo.

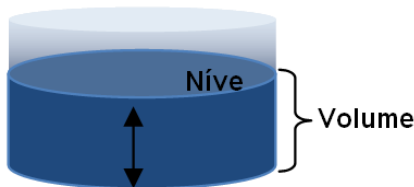
Para dimensionamento dos tanques três definições básicas foram consideradas:

1. Nível desejado para operação dos tanques é de 50%,
2. Tempo de residência de aproximadamente 30 minutos,
3. Vazões de projeto de alimentação, produto de base e produto de topo, respectivamente de:  $25\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ ,  $20\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$  e  $5\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ .

Para projeto de tanques foi considerado que o volume total compreende três diferentes volumes: volume de espera, volume útil e volume morto.

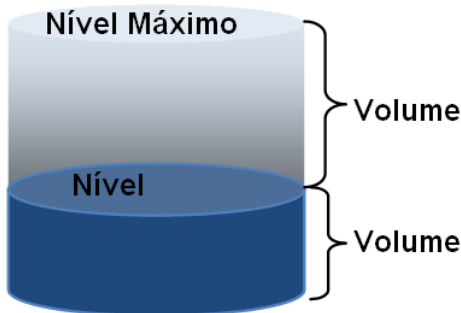
**Volume morto**: corresponde à parcela do volume compreendida abaixo do limite mínimo operacional. Se a saída for muito próxima a base do tanque este volume pode ser considerado zero (0). A representação deste é apresentada na Figura 33.

Figura 33: Volume morto do tanque.



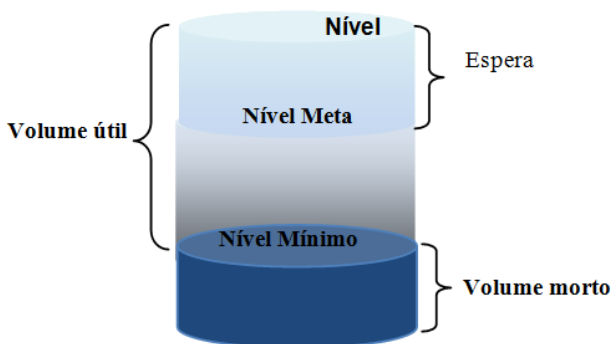
**Volume Útil**: corresponde ao volume compreendido entre os níveis mínimo operacional e máximo operacional, conforme ilustrado na Figura 34 a seguir.

Figura 34: Volume útil do tanque.



**Volume de espera**: corresponde à parcela do volume útil destinado ao amortecimento de perturbações. Este volume define o nível máximo operacional e o nível meta do tanque conforme indicado na Figura 35.

Figura 35: Volume de espera do tanque.



A partir destes, os tanques foram projetados e suas dimensões são apresentadas a seguir, de acordo com a respectiva unidade.

Seguindo os conceitos apresentados, determinado o nível desejado de operação, o tempo de residência de cada tanque e as vazões de projeto, no Quadro 12 apresenta-se as dimensões calculadas para os tanques utilizados na unidade de vidro (operando com etanol e água).

Quadro 12: Volume calculado para os tanques do protótipo.

<i>Tanque</i>	<i>Volume (L)</i>
Mistura	27,0
Alimentação	13,0
Acumulador	6,0

Na Figura 36 são apresentadas fotos dos referidos tanques. Estes foram usinados em aço 304, são instrumentados com sensores de temperatura, sistema para visualização do nível e válvulas para alívio da pressão do sistema, caso necessário.

Figura 36: Fotografias: (a) do tanque mistura, (b) do tanque de alimentação e (c) do tanque acumulador.



É possível observar pela foto da Figura 36 (c) a existência de uma mangueira de silicone utilizada para visualização do nível do tanque. Os demais tanques possuem o mesmo sistema. Todos foram isolados com manta de lã de vidro e posterior recobrimento com alumínio.

### 3.4.6 Utilitários

Neste item são descritos os sistemas auxiliares de aquecimento e resfriamento das misturas de trabalho.

#### 3.4.6.1 Condensação do Destilado

Inicialmente, foi projetado um sistema para condensação de uma mistura binária de etanol e água na proporção volumétrica de 0,1/0,9, respectivamente. Os cálculos foram realizados com base na estimativa de vazão de destilado obtida nas simulações descritas anteriormente. Este consiste de um condensador de Graham tipo serpentina. Trata-se de um instrumento laboratorial constituído por um tubo de vidro de forma cilíndrica no interior do qual se encontra enroscada uma serpentina de vidro, daí a razão do seu nome.

O condensador possui dois tubos de vidro laterais: um para a entrada de água fria e outro para a saída de água aquecida. Esta condensação é feita mediante a passagem de água fria entre o condensador e a serpentina o que permite ao vapor que circula no seu interior condensar. Na Figura 37 é mostrado o condensador utilizado. O equipamento possui um corpo de 600 mm, com duas juntas esmerilhadas de  $\frac{1}{2}$ ' (macho).



Figura 37: Fotografia do condensador de serpentina.



Na Figura 38 é possível observar o suporte construído para possibilitar a fixação do condensador na estrutura da bancada.

Figura 38: Fotografia do suporte do condensador.



Devido o aquecimento da corrente de água de refrigeração, promovido pela condensação do vapor de destilado, deve ser utilizado um banho termostático nesta, cuja finalidade é a de manter constante sua temperatura em um valor otimizado.

#### 3.4.6.2 Sistema de Aquecimento da Alimentação

Foi utilizado um banho termostático para manter a temperatura da alimentação no valor especificado para o tubo de destilação na região da alimentação. O equipamento em questão é da marca Lauda®, modelo Proline RP 855, que possui um sistema de aquecimento e resfriamento com faixa de operação  $-60$  a  $200^{\circ}\text{C}$  e pode ser visualizado na Figura 39.

Figura 39: Fotografia do banho utilizado para controlar a temperatura da alimentação na unidade de destilação por película.



Este equipamento permite o controle da vazão de alimentação por meio da rotação da bomba (interna ao dispositivo) bem como da temperatura de alimentação usando um sistema de aquecimento (resistência elétrica) e resfriamento conjunto.

### 3.5 INSTRUMENTAÇÃO

A unidade de vidro (sistema etanol/água) foi instrumentada com sensores de temperatura, de pressão e de vazão, descritos a seguir. Não foi necessária a inclusão de bombas uma vez que o banho termostático utilizado na alimentação já possui uma bomba incluída neste.

#### 3.5.1 Sensores de Temperatura

Termopar é um tipo de sensor de temperatura simples, robusto, barato e de fácil utilização. O dispositivo gera eletricidade a partir de diferenças de temperatura. Dois fios condutores de eletricidade, por exemplo, o cobre e uma liga de *cobre-níquel* chamada *Constantan*, quando unidos em uma de suas extremidades, geram uma tensão elétrica, que pode ser medida na outra extremidade, se existir diferença de temperatura entre elas. Como a diferença de potencial é proporcional à diferença de temperatura entre suas junções, denominado efeito *Seebeck*, é amplamente utilizado para medir temperatura na indústria, em muitos tipos de máquinas e equipamentos.

Como consequência, as tabelas de referência dos termopares pressupõem uma junção de referência em 0°C. Para realizar medições corretas é necessário assegurar-se que essa condição está sendo atendida, seja por meios físicos (banho de gelo) ou por meios eletrônicos (compensação automática realizada pelo instrumento de leitura).

Na relação de normas da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) existe uma norma (NBR) sobre preparação de junção de referência para termopares, e todas as normas foram seguidas. No Quadro 13 são apresentados os termopares comerciais.

Quadro 13: Termômetros comerciais.

<i>Termopar</i>	<i>Faixa de uso ótima</i>	<i>Aplicações</i>	<i>Vantagens</i>	<i>Desvantagens</i>
J Ferro-constantan	-190 a 870°C	Têmperas, recozimento, fornos elétricos.	Baixo custo	Necessita de tubos de proteção T>480°C
K Cromo-alumínio	-18 a 1370°C	Tratamento térmico, fornos, fundição, banhos.	Adequado para atmosferas oxidantes, boa resistência mecânica em altas temperaturas	Vulnerável a atmosferas redutoras
T Cobre-constantan	-190 a 370°C	Estufas, banhos, fornos elétricos para baixas temperaturas.	Resiste a atmosferas corrosivas, atmosferas redutoras e oxidantes, temperaturas negativas	Oxidação do cobre acima de 315°C
R-Pt-Pt 13% RhS-Pt-Pt 10% Rh	-18 a 1540°C	Vidros, fornos (T>1300°C), fundição, alto-forno.	Pode operar em atmosferas oxidantes, opera em uma faixa maior que o tipo K	Contamina facilmente em atmosfera não oxidante, fragiliza em altas temperaturas.

Nesta unidade foram utilizados termopares do tipo K que foram instalados na câmara de vapor, no tubo de destilação (base e topo), em cada tanque e na corrente de alimentação.

### **3.5.2 Sensores de Pressão**

Utilizou-se um manômetro tipo elástico com elemento de recepção tipo tubo de Bourdon. Este tipo de instrumento de medição de pressão baseia-se na lei de Hook e sobre elasticidade dos materiais. Em 1676, Robert Hook estabeleceu essa lei que relaciona a força aplicada em um corpo e a deformação por ele sofrida, ou seja, módulo da força aplicada em um corpo é proporcional à deformação provocada.

Os medidores de pressão tipo elástico são submetidos a valores de pressão sempre abaixo do limite de elasticidade, pois assim cessada a força a ele submetida o medidor retorna a sua posição inicial sem perder suas características. Foi adquirido um modelo com caixa em aço carbono e internos em latão. As medidas de pressão foram realizadas na linha de alimentação, base e topo.

### **3.5.3 Sensor de Vazão**

São inúmeras as possibilidades de medidores de vazão, podendo-se citar:

1. Medição por pressão diferencial – placas de orifício, tubos venturi, tubo de pitotetc,
2. Medição por área variável – rotâmetro,
3. Medição através de velocidade – turbina,
4. Medidores mássicos – efeito coriolis,
5. Medição por deslocamento positivo – pistão oscilante, medidor rotativo,
6. Medição por tensão induzida,
7. Medição através de vórtices,
8. Medição por ultra-som,
9. Medição em canais abertos.

Diante destas inúmeras possibilidades, estabeleceram-se alguns critérios para escolha do medidor de vazão, sendo: (1) vazão operacional, (2) características do fluido, (3) características de instalação, (4) características de operação, (5) exatidão, (6) rangeabilidade, (7) custo, (8) facilidade de instalação e manutenção e, (9) confiabilidade.

Definiu-se que um medidor de vazão por área variável é uma opção viável dentro dos critérios estabelecidos. Os rotâmetros são medidores de vazão por área variável nos quais um flutuador varia sua posição dentro de um tubo cônico, proporcionalmente à vazão do fluido. Basicamente, consiste em duas partes:

- 1) Um tubo de vidro de formato cônico que é colocado verticalmente na tubulação em que passará o fluido a ser medido e cuja extremidade maior fica voltada para cima,
- 2) No interior do tubo cônico, um flutuador se move verticalmente em função da vazão medida.

Algumas características importantes dos rotâmetros são resumidas no Quadro 14.

Quadro 14: Características do Rotâmetro utilizado na unidade de vidro.

<i><b>Características</b></i>	<i><b>Descrição</b></i>
Perda de carga	Constante ao longo de todo curso do flutuador e depende do peso específico do fluido e das características do flutuador (peso, volume e área maior).
Influência da viscosidade	Depende da forma do flutuador e da área da passagem.
Recalibração da escala	É possível, conhecendo-se o peso específico do flutuador, peso específico do fluido e temperatura de escoamento.
Vantagem	Indicação local, direta e linear. Instalação vertical sem a necessidade de um trecho reto.
Precisão	Basicamente depende do tamanho do rotâmetro e do tipo de flutuador, podendo variar entre $\pm 0,5$ à 10% da escala.
Desvantagem	É a pior alternativa para transmissão e controle.

O rotâmetro adquirido possui as seguintes características: (1) tubo em vidro borossilicato, (2) conexões 3/8", (3) roscas BSP (F) em AISI 304, (4) vedações em Viton, (5) tubo de proteção em aço carbono com pintura *epóxy*; (6) pressão de operação máxima 10 kgf/cm<sup>2</sup>, (7) temperatura de operação de -10 a +120° C, (8) exatidão +/- 2,00% (FE), (9) repetibilidade 0,25%, (10) faixa de medição 0,2 a 50 L.h<sup>-1</sup> (Range 1:100).

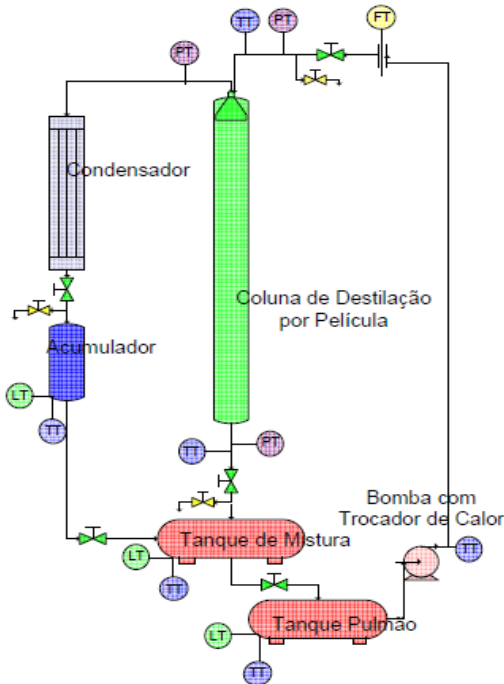
Devido às características deste sensor e do próprio processo de destilação por película é instalado antes do rotâmetro um filtro, retendo

possível material particulado presente na tubulação e que possa interferir nas medidas.

### 3.5.4 Planta de Instrumentação

Com a finalidade de monitoramento do processo de destilação na unidade de vidro definiu-se a localização dos sensores de temperatura, pressão e vazão. Os termopares, sempre duplicados, serão dispostos 2 em cada tanque, 2 na saída do condensador, 2 na corrente de alimentação, 2 na corrente de fundo da película e 1 no criostato. Os sensores de pressão ficaram definidos como sendo 1 em cada uma das determinadas correntes: alimentação, fundo e destilado. Na figura 40 é apresentado um diagrama ilustrando a localização dos sensores.

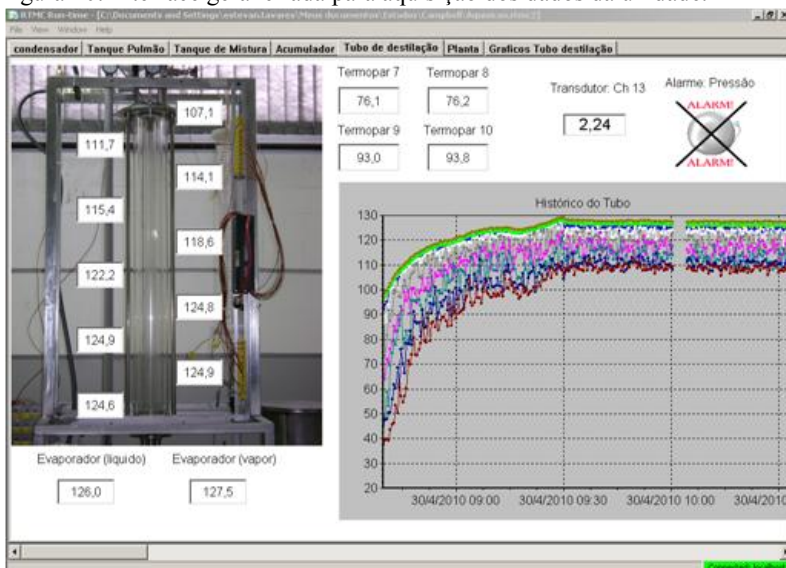
Figura 39: Esquema da instrumentação da unidade de destilação por película.



### 3.5.5 Aquisição de Dados

Os dados de temperatura do processo de destilação são enviados a um programa para aquisição –Logger Net 3.4.1. Os sinais são captados por um sistema de aquisição de dados da Hewlett Packard (modelo 34970A), que envia para um computador para posterior tratamento dos dados. Para o tratamento dos dados e melhor visualização durante os experimentos, foi criado um programa utilizando o software Labview®. O programa foi desenvolvido para que atenda as necessidades intrínsecas para a realização dos ensaios experimentais na bancada experimental. Na Figura 41 é possível observar a interface criada para monitoramento das variáveis do processo (temperatura e pressão).

Figura 40: Interface geral criada para aquisição dos dados da unidade.



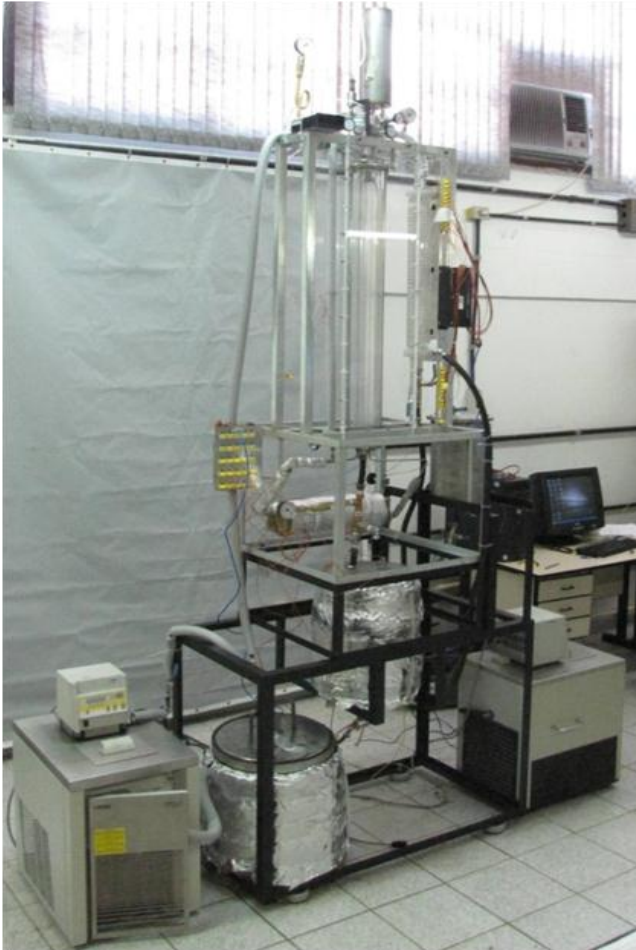
Conforme já abordado, os sensores de temperatura do processo de destilação, incluindo o tubo de destilação, tanques e entrada e saída do condensador possuem duas medidas cada. O objetivo desta duplicação foi, dentre outros, evitar a paralisação da unidade devido a um problema em um dos sensores. Desta forma, para o sistema operando regularmente é realizada a média das temperaturas em cada localização do sensor.

Além disso, o programa de aquisição possui alarmes que indicam possíveis falhas nas medições e possibilita o desligamento do sensor

com problemas. Consequentemente, a partir deste momento a medida de temperatura é feita apenas com um sensor. Neste também é realizada a aquisição e indicação da pressão na câmara de vapor. Ao atingir um valor pré-determinado (2,2 bar), um alarme é disparado, indicando a necessidade de intervenção no processo.

Na Figura 42 é apresentada uma fotografia da unidade vidro contemplando todos os equipamentos e acessórios.

Figura 41: Fotografia da unidade de vidro.





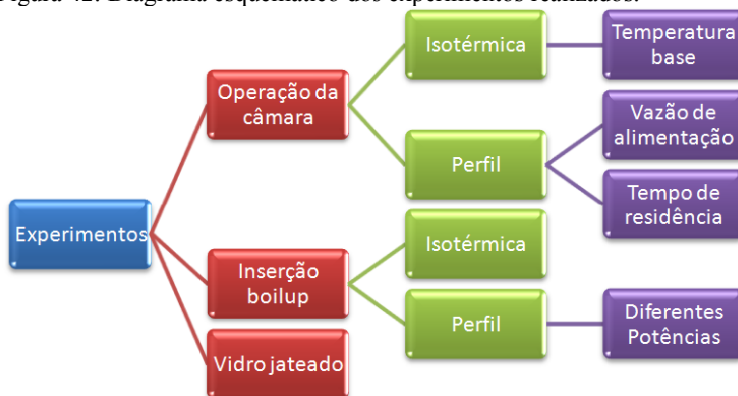
## 4 RESULTADOS

Neste capítulo são discutidos os resultados experimentais da unidade de vidro. Conforme já abordado, foi utilizada a separação da mistura etanol e água uma vez que se dispunha de uma unidade convencional que permitiu a comparação e avaliação da eficiência do novo protótipo. Para tanto, algumas etapas foram realizadas por meio de simulações, para visualização e entendimento dos efeitos e obtenção de variáveis não medidas experimentalmente.

O comportamento do protótipo foi verificado, primeiramente comparando-se a eficiência de separação com uma coluna de destilação convencional e em seguida, propondo modificações que permitissem otimizar a pureza do produto obtido.

Em todos os experimentos, foi utilizada a mistura binária etanol-água, conforme já abordado, em virtude da possibilidade de comparação com uma coluna de destilação convencional. A composição volumétrica de alimentação foi composta de 10% de etanol e 90% de água. As condições utilizadas variaram de acordo com os experimentos realizados e são apresentadas em conjunto com os resultados visando facilitar a leitura dos mesmos. A sequência de experimentos realizados é ilustrada na figura 43.

Figura 42: Diagrama esquemático dos experimentos realizados.

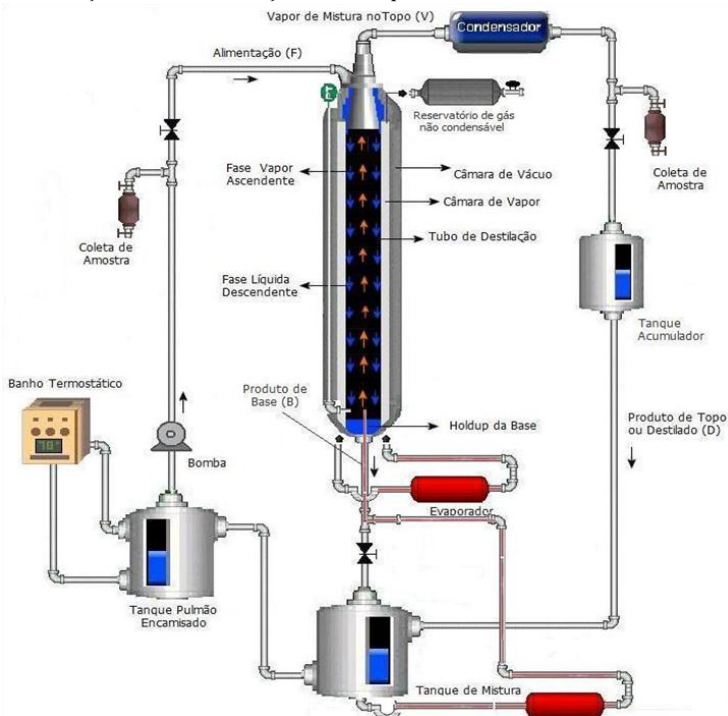


Todos os experimentos usaram como base o mesmo aparato experimental, já descrito ao longo deste documento, e modificações construtivas foram realizadas como a inserção de *boilup* e de vidro jateado – aspectos que serão abordados ao longo do texto.

Resumidamente, o protótipo construído é um equipamento composto por um tubo vertical, região onde ocorre a destilação por película, assistido por uma câmara de vapor (condensador de um circuito de termossifão bifásico), que é responsável por o fornecimento de calor. A transferência de massa e calor é realizada nas superfícies interna e externa de tubos que funcionam como trocadores de calor. A condensação dos vapores de mistura ocorre na superfície interna, enquanto a extração de calor na superfície externa do trocador é garantida pela operação do termossifão, mais especificamente do tipo câmara de vapor. A película de líquido escoar em fluxo laminar simétrico em contra corrente com o vapor gerado a uma determinada pressão e temperatura, enquanto a parede do tubo é mantida radialmente a uma temperatura constante (por meio da câmara de vapor). A manutenção da temperatura no tubo de destilação só é possível em virtude do controle da temperatura do evaporador do termossifão. Na Figura 44 é ilustrada a unidade de vidro de forma esquemática.

Primeiramente foi necessário determinar o procedimento de partida da unidade, visto que este pode influenciar no estado estacionário final e por consequência na separação obtida. Em seguida foi necessário avaliar a forma de operação da câmara de vapor. Há duas formas de fornecimento de calor ao protótipo: com a câmara operando isotermicamente ou apresentando um perfil de temperatura. Os primeiros testes foram realizados avaliando-se estas condições e para tal, com o protótipo operando sem a utilização da linha de aquecimento auxiliar que fornece vapor na base da coluna (aqui denominado de *boilup*, como na destilação convencional).

Figura 43: Diagrama esquemático da unidade de vidro, ilustrando as modificações como a inserção do *boilup*.



Variações nas condições de operação foram sendo realizadas buscando otimizar a eficiência de separação. Em seguida, pequenas modificações estruturais foram efetuadas e experimentos foram realizados utilizando a corrente de vapor auxiliar citada— com um refulvador presente em uma unidade convencional. Ao final, propuseram-se testes utilizando um vidro jateado, que apresentasse rugosidade tal, capaz de reduzir a velocidade do líquido descendente.

Os resultados apresentados neste capítulo compreendem apenas a análise durante o estado estacionário.

#### 4.1 METODOLOGIA DE ANÁLISE DE COMPOSIÇÃO

Conforme já apresentado, a mistura destilada é de 10% em base volumétrica de etanol e 90% água. Esta mesma mistura foi utilizada em experimentos na uma coluna piloto de fracionamento cujas repostas

serviram como base de comparação para a eficiência do protótipo.

O destilado foi analisado por cromatografia gasosa visando uma análise da eficiência da separação. Metil-etil-cetona foi utilizada como solvente, na proporção de 20  $\mu\text{L}$  amostra coletada + 980  $\mu\text{L}$  metil-etil-cetona. No Quadro 15 são apresentadas as condições utilizadas no cromatógrafo.

Quadro 15: Condições de operação do cromatógrafo.

Variável	Valor
Temperatura do injetor	220°C
Temperatura do detector	230°C
Temperatura da coluna	70°C
Razão de split	1,0

#### 4.2 PROCEDIMENTO DE PARTIDA

Conforme já citado, foram realizados experimentos com a câmara operando isotermicamente e com perfil de temperatura. Em ambos os casos, o procedimento de partida consistiu no mesmo. Apresenta-se uma breve descrição das etapas:

1. *Aquecimento da câmara de vapor*: realizado com aumento progressivo da potência fornecida. Parte-se do valor inicial de 600 W, aumenta-se para 1000 W quando a temperatura da base da câmara alcança aproximadamente 70°C, e aumenta-se ao valor de operação quando a temperatura alcança 100°C; A vazão de operação de alimentação nesta fase é em torno de 80 L.h<sup>-1</sup> e a temperatura desta corrente é em torno de 45°C. Existe apenas produto de base.
2. *Início do aquecimento da alimentação*: aumento gradual da temperatura de alimentação realizado pelo banho termostático até o valor de 78°C. Nesta fase, a vazão de alimentação é reduzida para aproximadamente 30 L.h<sup>-1</sup>.
3. *Estabelecimento da vazão de operação*: com os níveis dos tanques de mistura e pulmão ajustados e com a temperatura de alimentação estável em 78°C, a vazão de alimentação é ajustada para o valor desejado. Nesta fase é importante observar a pressão de operação na câmara de vapor, pois o valor limite definido é de 2,2 bar. Caso a pressão exceda 2 bar, recomenda-se o ajuste da potência fornecida de forma a operar o sistema de maneira segura.

4. Produção de destilado: após a formação de cerca de 3L de destilado (aproximadamente 50% do volume do tanque), inicia-se a produção desta corrente, por meio do ajuste da válvula inferior ao tanque e de forma a manter o nível do mesmo constante.
5. Estado estacionário: observado experimentalmente quando vazão e temperatura da corrente de destilado permanecem constantes.

Na Figura 45 é apresentado um gráfico da temperatura de alimentação em função do tempo e na Figura 46, um gráfico da temperatura em função do tempo do acumulador durante a partida e o estado estacionário para um dos experimentos realizados. Nestas pode-se observar as fases da partida.

Figura 44: Gráfico da temperatura de alimentação durante o experimento.

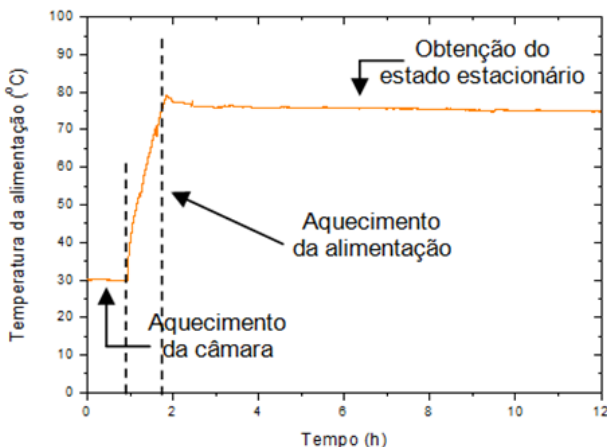
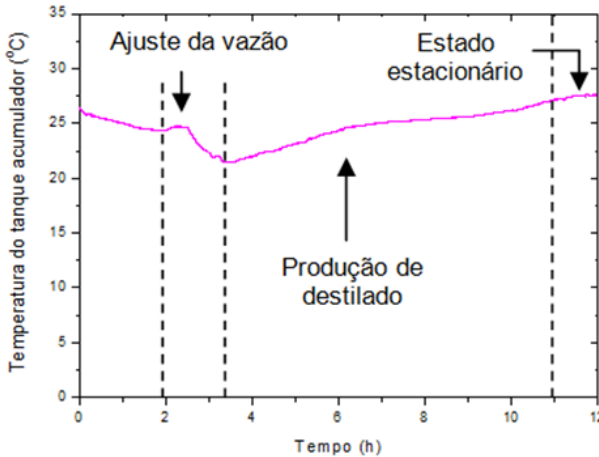
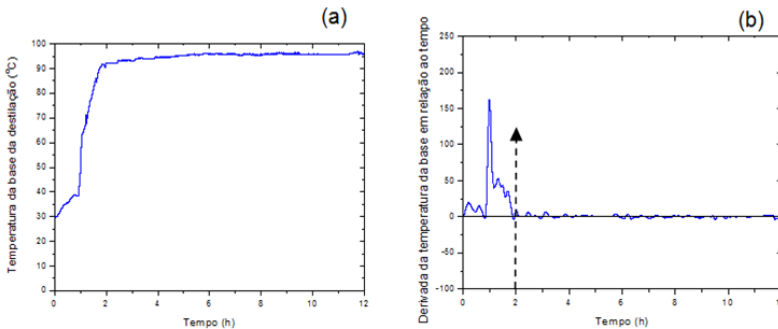


Figura 45: Gráfico da temperatura do tanque acumulador.



Na Figura 47 é ilustrado o gráfico de temperatura da base do tubo de destilação bem como a derivada desta variável em relação do tempo.

Figura 46: Em (a) Gráfico de temperatura da base do tubo de destilação, (b) derivada desta variável em relação ao tempo.

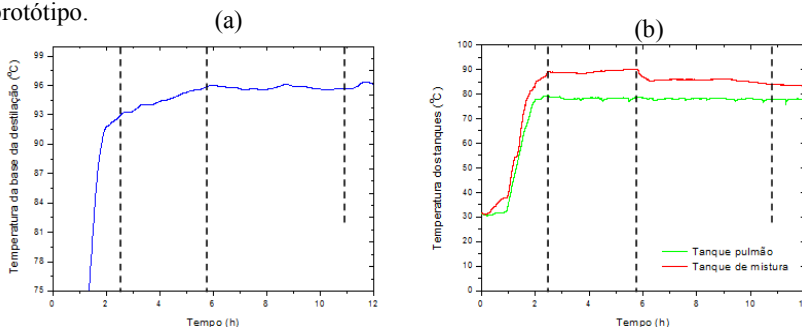


Observa-se que a partir de aproximadamente 2 horas não existe desvios elevados em relação ao estado estacionário para esta variável. De fato, a partir deste tempo, a temperatura de alimentação já é constante, e os acréscimos na temperatura da base são lentos e pequenos, não sendo observados na forma de desvios do estado estacionário. Da forma que o procedimento de partida foi estabelecido, a dinâmica de aquecimento por meio da câmara de vapor é rápida.

Alimentação e câmara não são aquecidas em conjunto para que o aquecimento seja suficientemente gradual de forma que a película não se “quebre”, ou não se forme pontos secos.

A temperatura do tanque de mistura está fortemente relacionada com a temperatura da base, uma vez que este tanque recebe apenas esta corrente durante o período inicial da partida. Este comportamento pode ser observado na Figura 48. Percebe-se que aproximadamente em 6 horas de experimento, a temperatura do tanque de mistura cai, devido à introdução da corrente de destilado (o mesmo até então estava sendo armazenado no tanque). Em seguida, cai mais um pouco devido à elevação da temperatura da base, e consequente regulação nas vazões das correntes no estado estacionário.

Figura 47: Em (a) Detalhe da temperatura da base e (b) temperatura dos tanques pulmão e de mistura durante a partida do processo de destilação por película no protótipo.



Conforme ilustra a Figura 48 (b) e esperado, a temperatura do tanque pulmão permanece constante a partir de aproximadamente 2,5h, já que a mesma é controlada por meio do banho termostático. É interessante destacar uma leve inclinação nos perfis até aproximadamente 1 hora, que corresponde ao aquecimento da corrente de base por conta do aquecimento da câmara.

Ressalta-se que o comportamento da partida é o mesmo independente da condição de operação da câmara. Este fato é observado uma vez que a temperatura da base é a mesma em ambos os casos, diferindo apenas a temperatura no topo da câmara.

### 4.3 ANÁLISE DA OPERAÇÃO DA CÂMARA (PERFIL X ISOTÉRMICO)

Por se tratar de um sistema de fornecimento de calor inédito para um processo de destilação, foi necessário avaliar se a forma de distribuição das temperaturas na câmara de vapor influencia diretamente o comportamento do processo de separação. Por este motivo, testes foram realizados variando-se esta condição, ou seja, com a câmara operando isotérmica e com perfil de temperatura. As condições de operação são apresentadas no Quadro 16 para a condição isotérmica e no Quadro 17 para a câmara operando com perfil de temperatura. Em ambos os casos o *holdup* da base manteve-se inconstante, havendo formação e ausência do mesmo durante o experimento.

Quadro 16: de operação com a câmara de vapor operando isotérmica.

Variável	Valor/Condição
Câmara de vapor	Isotérmica
Temperatura da câmara	126°C
Potência média fornecida à câmara de vapor	1.250W
Temperatura de alimentação da destilação	78°C
Vazão de alimentação	17L.h <sup>-1</sup>
Temperatura da base do tubo de destilação	95,5°C
<i>Holdup</i> da base	Zero a 3mL*

Quadro 17: Condições de operação com a câmara de vapor operando com perfil de temperatura.

Variável	Valor/Condição
Câmara de vapor	Com Perfil
Temperatura da base da câmara	126°C
Temperatura do topo da câmara	100°C
Potência média fornecida à câmara de vapor	740W
Temperatura de alimentação da destilação	78°C
Vazão de alimentação	17L.h <sup>-1</sup>
Temperatura da base do tubo de destilação	95,5°C
<i>Holdup</i> da base	Zero a 3mL*

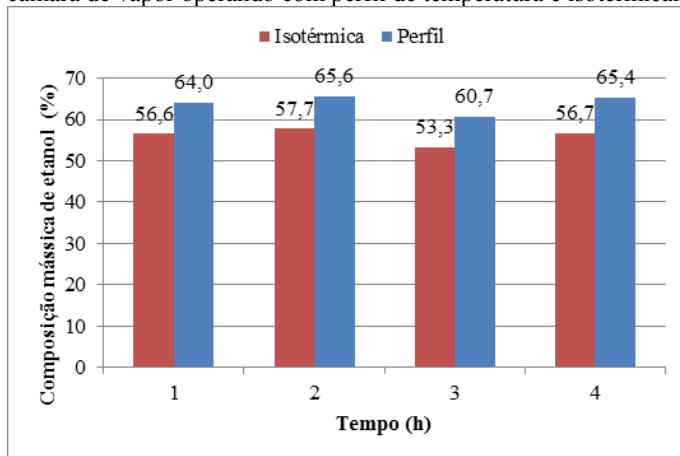
Os valores apresentados destacam uma diferença – a potência fornecida para a câmara de vapor. Quando a condição experimental é de utilizar fornecimento de calor com perfil (promovendo uma diferença de temperatura entre a base do tubo de destilação e o topo de cerca de 20°C, visto que a temperatura do topo é igual a temperatura de



alimentação), menor quantidade de potência pode ser utilizado em virtude da presença de maior quantidade de ar na câmara. A quantidade de ar é responsável pela formação ou não de perfil de temperatura, e com maior quantidade a pressão dentro da câmara é mais alta, limitando a potência fornecida quando utilizado o valor de cerca de 2 bar de pressão na câmara de vapor como a condição limite para operação segura do aparato experimental (em vidro).

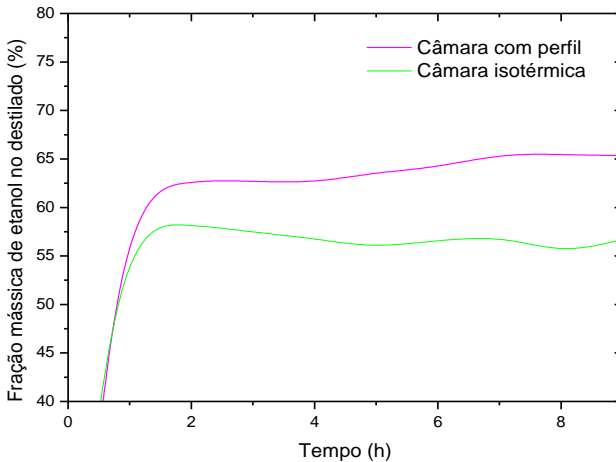
Na Figura 49 são apresentados os resultados obtidos para a fração mássica de etanol na corrente de destilado do tubo de destilação, para os experimentos realizados com a câmara operando de forma isotérmica e com perfil de temperatura.

Figura 48: Fração mássica de etanol obtida nos experimentos realizados com a câmara de vapor operando com perfil de temperatura e isotermicamente.



Nos testes operando isotermicamente, observa-se que todos os valores foram muito próximos, e em torno de 56%. Apesar de se ilustrado apenas os dados após o estado estacionário, este valor médio de composição foi obtido em todas as amostras coletadas, inclusive aquelas durante a fase considerada de início de produção de destilado (total de 10 amostras em 10 horas). A produção média (vazão) de destilado foi de  $1,75 \text{ L.h}^{-1}$ . Já para a condição de perfil na câmara, obteve-se fração mássica de etanol na corrente de destilação superior a condição anterior com uma média de 64% de etanol. Porém, neste caso, a produção de destilado foi menor, gerando uma vazão média de apenas  $0,45 \text{ L.h}^{-1}$ . Na Figura 50 são ilustrados os resultados ao longo de todo o experimento.

Figura 49: Perfil de fração mássica de etanol na corrente de destilado desde o início da produção desta corrente para os experimentos com perfil de temperatura na câmara e condição isotérmica.



Ao observar os dois perfis, percebe-se que nos experimentos com a câmara operando isotermicamente existe uma linearidade nos resultados. Isto sugere que, nesta condição, a destilação por película estaria operando apenas como um evaporador, e não uma destilação, gerando uma corrente com composição constante desde o início da produção de destilado. No caso da operação da câmara com perfil, observa-se uma leve tendência ao crescimento da composição até o momento em que se estabelece o estado estacionário. Este fato é esperado em um processo de destilação quando ocorre refluxo externo na coluna. Neste caso não há a introdução desta corrente no tubo de destilação, mas existe refluxo interno. Assim, à medida que vai ocorrendo a formação de destilado, o refluxo interno vai promovendo o enriquecimento de etanol nesta corrente até o alcance do estado estacionário. No entanto, observa-se que o refluxo interno ocorrido diminui o valor de vazão de destilado esperada e não incrementa a fração mássica de etanol. Além disso, a operação em condição atmosférica pode dificultar a ascensão do vapor formado, e com isso prejudicar a eficiência de separação.

### 4.3.1 Avaliação da Temperatura da Base (Câmara Isotérmica)

Visto que a câmara operando isotermicamente demonstrou o comportamento de um evaporador, procurou-se avaliar se a temperatura da base influenciaria a condição de separação. Para tanto, foram testadas duas condições, a de 96°C (próxima à avaliada anteriormente) e uma mais alta – 99°C objetivando a produção de maior quantidade de vapor que pudesse talvez promover a ocorrência de um refluxo interno no tubo de destilação.

No Quadro 18 são apresentados os resultados obtidos referente à separação para os experimentos variando-se a temperatura da base com a câmara operando isotermicamente. Esta variação foi obtida por meio do ajuste de potencia fornecida para a câmara de vapor. Observa-se que o incremento na temperatura não beneficia a melhora na eficiência de separação, uma vez que a fração mássica de etanol obtida é inferior (neste caso apenas 35%).

Quadro 18: Resultados obtidos referente a separação para os experimentos variando-se a temperatura da base com a câmara operando isotermicamente.

Temperatura da base (°C)	Vazão de destilado (L.h <sup>-1</sup> )	Fração mássica média de etanol (%)
96	1,75	56
99	1,60	35

Conforme já citado, em ambos os casos, o protótipo foi operado com vazão de alimentação em torno de 17 L.h<sup>-1</sup> e produziu cerca de 1,75L.h<sup>-1</sup> de destilado. Este valor é inferior ao esperado que é de aproximadamente 3,5 L.h<sup>-1</sup>, para dados de projeto. De fato, o tempo de residência de um volume de amostragem no tubo de destilação é de apenas 1,9 segundo (para percorrer a distância de 1 metro do tubo). Quanto maior a velocidade descendente de líquido, menor será a produção de vapor já que este não tem um tempo de residência suficiente para o contato com o fornecimento de calor gerado através da parede.

Além disso, observou-se que temperaturas mais altas não permitem o incremento da composição do etanol destilado. Temperaturas mais baixas não foram testadas, pois trabalhou-se com a hipótese de que o fornecimento de calor seria inferior e menor seria a queda de pressão dentro da coluna, fazendo que o vapor formado na base não entrasse em contato com todo o tubo, não ocorrendo o processo de destilação desejado.

### 4.3.2 Avaliação da Vazão de Alimentação (Câmara com perfil)

Baseado na hipótese de que o perfil de temperatura na câmara de vapor pode promover a ocorrência do refluxo interno no tubo de destilação, e com isso obter-se a separação do etanol, foram testadas diferentes condições de vazão de alimentação, uma vez que o tempo de residência do líquido no aparato é muito pequeno. Foram testados valores entre 4 e 22 L e no Quadro 19 são resumidos os resultados obtidos para a fração mássica de etanol.

Quadro 19: Resultados obtidos referente a separação para os experimentos variando-se a vazão de alimentação com a câmara operando com perfil de temperatura.

Vazão de alimentação (L.h <sup>-1</sup> )	Vazão de destilado (L.h <sup>-1</sup> )	Fração mássica média de etanol (%)
4	0,65	48
12	0,60	60
17	0,45	64
22	0,10	60

No Quadro 20 são apresentados os resultados referentes aos tempos de residência. Foi observado o decréscimo da vazão de destilado quando o tempo de residência é menor (caso onde a vazão de alimentação é maior).

Quadro 20: Observações de tempo de residência variando-se a vazão da alimentação.

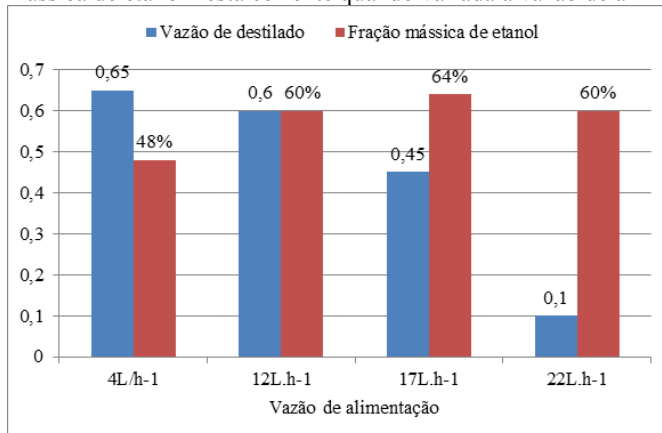
Vazão de alimentação (L.h <sup>-1</sup> )	Tempo de residência (s)
5	2,82
10	2,25
15	1,90
20	1,17

Os resultados referentes ao tempo de residência sugerem que vazões baixas de alimentação deveriam produzir a melhor separação já que o líquido teria uma velocidade descendente menor, e por consequência melhor condição de formação de vapor. De fato, com 4L.h<sup>-1</sup> foi obtido a maior vazão de destilado (0,65L.h<sup>-1</sup>). No entanto, foi também observado a pior fração mássica de etanol nesta corrente. Com vazões muito baixas, a formação vapor de mistura é pequena, e a

possibilidade de incremento na composição de destilado é prejudicada, pois a fase vapor formada não é enriquecida.

Os resultados obtidos demonstraram uma relação inversa entre a vazão de destilado e a fração mássica de etanol nesta corrente. Esta situação é melhor visualizada na Figura 50.

Figura 50: Comparação entre os resultados de vazão de destilado e fração mássica de etanol nesta corrente quando variada a vazão de alimentação.



A melhor condição de operação obtida foi quando se introduziu a vazão de alimentação com 12 L.h<sup>-1</sup>. No entanto, vazão e fração mássica ainda apresentam valores inferiores ao desejado, e isto pode ser explicado pelo elevado tempo de residência e baixa formação de refluxo interno. Uma alternativa sugerida para obter velocidades descendentes de líquido menores consiste na introdução de dispositivos para que esta corrente percorra as paredes com mais dificuldade.

Para tanto, foi analisada a introdução de uma trama de aço nas paredes internas do vidro de destilação, e observou-se que o tempo de residência aumentou. Com a introdução do dispositivo sugerido no tubo de destilação pode-se ter uma condição de processo com uma vazão próxima à definida no projeto e com um tempo de residência maior, permitindo vazões de destilado mais altas. A partir desta observação foi proposto o uso de um tubo de vidro jateado, conforme será explanado posteriormente.

### 4.3 COMPARAÇÃO COM UNIDADE CONVENCIONAL

Os resultados obtidos para os experimentos realizados com perfil de temperatura na câmara de vapor foram comparados com os da unidade experimental convencional, instalada no Laboratório de Controle de Processos do Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal de Santa Catarina.

Primeiramente, é importante observar que a área total de borbulhamento na unidade a pratos convencional é de  $0,312 \text{ m}^2$ . Ou seja, esta é a área de troca fornecida para promover a separação de uma mistura com composição volumétrica de etanol na alimentação de 10%, obtendo-se cerca de 90% (v/v) de etanol no topo da coluna. Esta mesma área seria obtida para a destilação por película (de cerca de 3 mm), com um tubo de 26 mm de diâmetro e de aproximadamente 4 metros de altura. Dessa forma, a unidade ficaria quase com a mesma altura de uma convencional.

No entanto, o sistema de calor fornecido à unidade por película é muito mais eficiente, uma vez que não apresenta as perdas comuns observadas em uma destilação convencional. Além disso, trabalhos como o de SAIFUTDINOV (1999) demonstram que é possível ter unidades compactas e com separações adequadas quando o fornecimento de energia é otimizado. Assim, o protótipo que está sendo testado foi construído com 26 mm de diâmetro e apenas 1 metro de altura e visou-se verificar em qual estágio de uma destilação convencional a separação obtida estaria situada.

Os resultados convencionais são comparados com os obtidos na destilação por película e apresentados no quadro 21. Analisando a relação entre a vazão de alimentação e a de destilado observa-se que proporcionalmente à vazão de alimentação a produção de destilado é maior para a unidade por película. Porém, deve-se ter atenção a esta análise, já que o processo em película nunca poderia operar com a vazão que o convencional processa. A questão do volume de produção pode ser abordada do ponto de vista da introdução de vários tubos de destilação no interior do aparato, permitindo o incremento da vazão total de operação com a mesma altura de equipamento. No entanto, o resultado que mais se destaca é a fração mássica de etanol no destilado obtida com o protótipo testado, que é inferior ao desejado (92%). Na verdade, em simulações da unidade convencional realizadas no ASPEN HYSYS<sup>®</sup>, o valor de fração volumétrica de etanol no destilado obtido para o processo em película (75%) corresponde ao encontrado no sétimo estágio da separação na coluna convencional (13 pratos).

Quadro 21: Comparação entre os resultados obtidos para a separação de etanol e água com a destilação convencional e com película.

Variável	Unidade convencional	Unidade por película
Vazão de alimentação	300L.h <sup>-1</sup>	17L.h <sup>-1</sup>
Temperatura na base da coluna	98°C	95°C
Fração volumétrica de etanol no topo	92%	72%
Vazão de destilado	5L.h <sup>-1</sup>	0,6 L.h <sup>-1</sup>
Relação entre vazão de destilado e de alimentação	0,016	0,050

Uma análise simplificada sobre o fornecimento de energia demonstra que na destilação convencional são fornecidos cerca de 13 kW em potência na corrente de base, enquanto que no processo por película usa-se apenas 0,74 kW distribuídos ao longo do tubo. Se estes valores forem normalizados em relação à vazão de alimentação, tem-se uma relação de 0,04 kW por litro de líquido alimentado para a unidade convencional, e de 0,06 kW por litro para a destilação por película. Este último valor é superior ao obtido para unidade convencional, porém deve-se lembrar que esta ainda possui contribuições de calor devido a corrente de alimentação e de refluxo. Mesmo com a destilação por película ter também aquecimento na corrente de alimentação, o valor definido para esta é inferior ao utilizado na convencional. Uma análise mais completa é necessária, mas é possível acreditar que a energia fornecida na destilação por película é viável e relativamente inferior à convencional.

#### 4.5 MODIFICAÇÕES NA CONFIGURAÇÃO ESTRUTURAL DA UNIDADE

A análise dos resultados anteriormente apresentados levantou as seguintes hipóteses:

1. A queda de pressão ao longo do tubo de destilação poderia ser pequena e com isso, o vapor formado na parte inferior do tubo não teria pressão suficiente para atingir a parte superior (cabe ressaltar que não se tem disponível os dados de pressão);
2. O vapor formado na parte inferior, por não se deslocar ascendentemente (o aparato não opera em vácuo) produz pouco refluxo interno resultando em um valor inferior ao

- desejado de composição do etanol;
3. A vazão de vapor formada poderia ser resultado apenas do vapor de mistura formado na parte superior do tubo.
  4. O tempo de residência da fase líquida é muito pequeno e com isso a formação de vapor é pequena.

Para a verificação das três primeiras hipóteses, foi realizada uma modificação no aparato experimental, inserindo uma corrente de vapor na parte inferior do tubo, semelhante a um *boilup* de uma coluna de destilação convencional (aqui neste documento também denominado *boilup*). Uma parte do líquido presente no tanque de mistura (com composição próxima a da alimentação) era vaporizado e então introduzido na base do tubo. Pretendeu-se fornecer vapor com pressão mais elevada do que o formado pelo calor fornecido pela câmara, de forma que este pudesse promover um refluxo interno, resultando em incrementos na composição final do etanol. Para análise da última hipótese, foi proposto o uso de um tubo de vidro com rugosidade de forma a reter a fase líquida, proporcionando um tempo de retenção maior.

#### **4.5.1 Inserção de *Boilup***

Os primeiros testes com a inserção de *boilup* foram realizados avaliando-se a condição de fornecimento de calor da câmara de vapor (isotérmica ou com perfil), seguidos então de testes de variação da vazão de vapor neste *boilup*. Todos foram realizados com composição de alimentação de 10% em volume de etanol, e com temperatura de alimentação igual a 78°C. A inserção de vapor pela corrente auxiliar foi iniciada após a formação do primeiro destilado. As condições de operação para os experimentos realizados são apresentados no Quadro 22 e no Quadro 23.

Cabe ressaltar que tais testes foram apenas qualitativos, sem haver preocupação com a vazão de vapor inserida pelo *boilup*. Para tanto, foram testadas três condições diferentes de fornecimento de vapor: com a potência do refervedor acima de 100 W (elevada geração de vapor), entre 100 e 500 W (média geração) e abaixo de 500 W (pouca formação de vapor).



Quadro 22: Condições de operação com a câmara de vapor operando isotérmica.

Variável	Valor/Condição
Temperatura da câmara	125 °C
Potência média fornecida à câmara de vapor	1.350W
Temperatura de alimentação da destilação	78 °C
Vazão de alimentação	17L.h <sup>-1</sup>
Temperatura da base do tubo de destilação	95,5 °C

Quadro 23: Condições de operação com a câmara de vapor operando com perfil de temperatura.

Variável	Valor/Condição
Temperatura da base da câmara	126 °C
Temperatura do topo da câmara	108 °C
Potência média fornecida à câmara de vapor	850W
Temperatura de alimentação da destilação	78 °C
Vazão de alimentação	17L.h <sup>-1</sup>
Temperatura da base do tubo de destilação	94 °C

Os resultados obtidos experimentalmente são apresentados na Figura 52 analisando-se a fração mássica de etanol e na Figura 53 para a vazão da corrente de destilado.

Figura 51: Comparação da fração mássica de etanol recuperado com a câmara de vapor operando isotérmica e com perfil de temperatura.

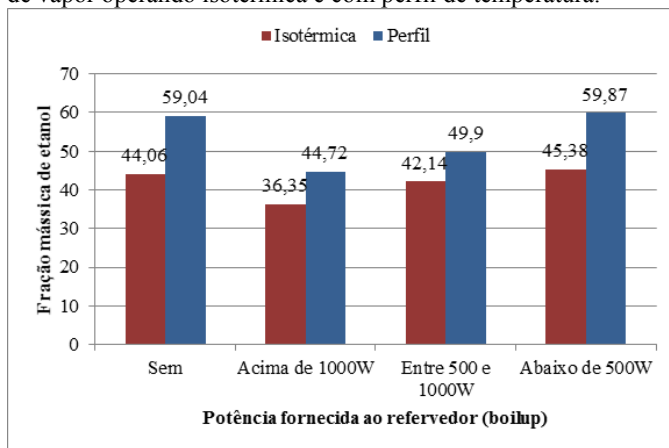
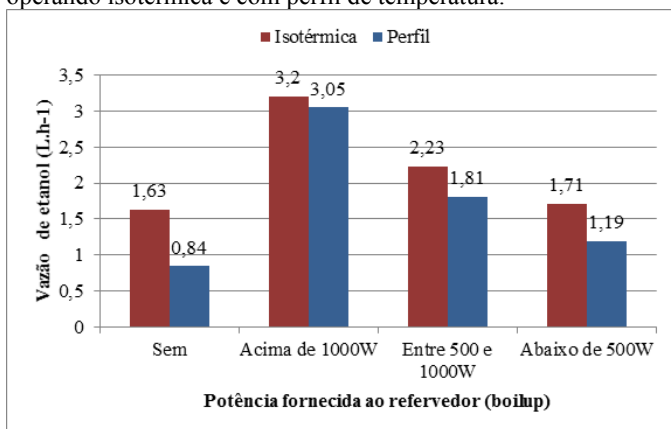


Figura 52: Comparação da vazão de etanol recuperado com a câmara de vapor operando isotérmica e com perfil de temperatura.



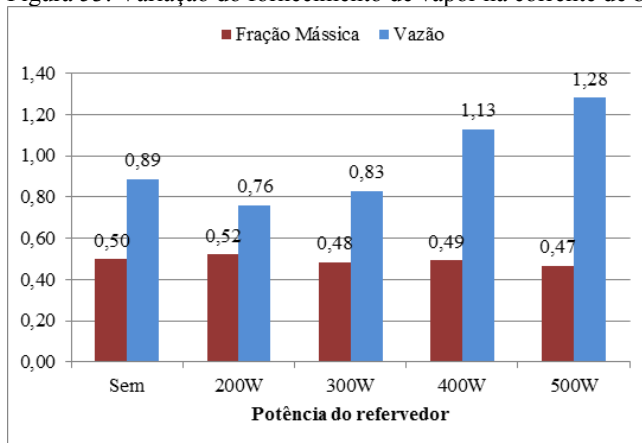
Analisando a fração mássica de etanol, observa-se que em qualquer condição de operação, a composição de etanol na corrente de destilado é superior quando a câmara opera com perfil de temperatura. Situação inversa é visualizada ao analisar a vazão de destilado, que sempre produz valores inferiores ao utilizar a câmara nesta condição. Assim, observando as duas figuras, visualiza-se que houve uma relação inversa entre a produção da corrente de destilado e a fração mássica de etanol obtida nesta corrente, independente da utilização da corrente de *boilup*.

Uma análise preliminar também mostra que quanto maior a quantidade de vapor produzida na corrente de *boilup* (proporcional a potência fornecida no refeedor), maior a vazão de destilado e de fração mássica de etanol. Porém, em nenhum caso, a fração mássica de etanol melhorou em relação à condição sem *boilup*, levando a conclusão de que a corrente introduzida aumentou a vazão de vapor por haver espaço suficiente para a ascensão desta fase, porém, não refletiu em refluxo interno, uma vez que a composição do destilado não se alterou.

Foram realizados outros testes, variando-se a condição de menor formação de vapor, utilizando potências de 200, 300, 400 e 500 W no refeedor, com a câmara operando com perfil de temperatura. Uma vez que em todos os casos foram utilizadas baixas vazões de vapor, os resultados de composição do etanol no destilado foram muito similares entre si, conforme ilustrado na Figura 54. Observa-se o mesmo comportamento de aumento da vazão de destilado a medida que aumenta-se a quantidade de *boilup*. Apesar de muito próximos, os

valores de fração mássica decrescem a medida que aumenta-se a potência do refeedor, conforme já abordado anteriormente.

Figura 53: Variação do fornecimento de vapor na corrente de boilup.



Ainda, foi testada a utilização de 400 W no refeedor, variando-se a vazão de alimentação em dois pontos: 12 e 17 L.h<sup>-1</sup> (valores apresentados como os melhores em testes anteriores). Não se observou diferenças.

Com estes resultados, avaliou-se a que a introdução da corrente de *boilup* não forneceu o incremento esperado na composição de destilado. Obteve-se melhora no valor da vazão, porém ao custo do empobrecimento da fração mássica de etanol.

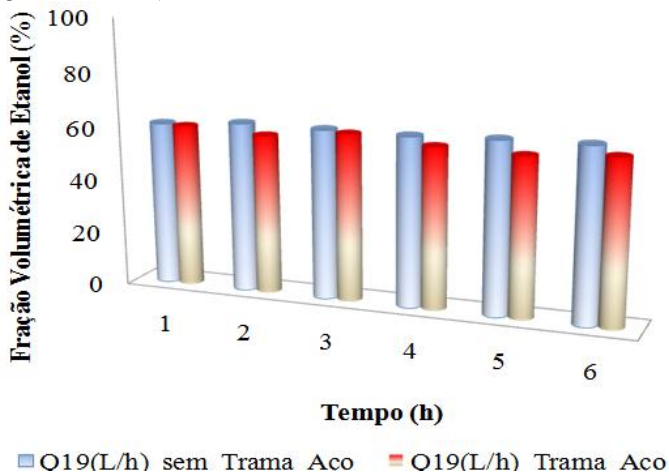
#### 4.5.2 Vidro Jateado

Buscando diminuir o tempo de residência do líquido que desce pelo tubo de destilação testes de velocidade do líquido foram realizados experimentos utilizando tubo de vidro jateado internamente. Obtiveram-se resultados bons em relação ao tempo de residência, conforme ilustrado na Figura 56, porém o aspecto construtivo de tal situação não favorecia os mesmos pontos por igual, havendo irregularidades ao longo do tubo que provavelmente prejudicariam a película. Além disso, resultados preliminares demonstraram que não houve incremento na composição de etanol no destilado, como apresentado na Figura 56.

Figura 54: Tempo de residência da fase líquida na tubulação de vidro para diferentes vazões de alimentação.



Figura 55: Fração volumétrica de etanol para experimentos realizados com o tubo de destilação operando como sem a trama de aço (Vazão de alimentação igual a 19 L.h-1).



Por esta razão, optou-se pela alternativa de criar ranhuras no vidro, promovidas pelo jateamento do mesmo. Assim, uma superfície áspera seria criada e com isso permitiria que a velocidade descendente do líquido fosse menor, melhorando a composição final do etanol.

De fato, houve redução no tempo de residência, porém, o fornecimento de calor entre câmara de vapor e tubo de destilação ficou

comprometida, devido a perdas de calor da câmara para o ambiente que não puderam ser evitadas por aspectos construtivos.



## 5 CONCLUSÃO

Os experimentos realizados com o protótipo de vidro permitiram o conhecimento do comportamento dinâmico do aparato proposto. O fornecimento de energia ao protótipo pode ser realizado de duas maneiras: com a câmara operando isotérmica e com perfil de calor. Para o primeiro caso, são obtidas frações mássicas de etanol menores do que no segundo caso.

Cabe ressaltar que com a câmara operando isotermicamente foi observado um comportamento dinâmico de fração de etanol, demonstrando seu enriquecimento ao longo do tempo. Ou seja, a fração obtida é a mesma desde o início da produção do destilado, indicando que o aparato tem se aproximado mais de um evaporador do que de uma unidade de destilação. Quando a condição de operação foi a de perfil de temperatura, o processo apresentou resultados que foram comparados com a destilação convencional correspondente ao sétimo prato (em uma coluna de 13 estágios, com recuperação de 92% de etanol em volume total).

A inserção de uma corrente de vapor que forneça maior pressão na base (*boilup*) permitiu apenas o incremento na vazão do destilado, porém com valores menores de fração mássica de etanol. Acredita-se que, neste caso, o refluxo interno formado foi maior, porém a fase vapor condensou ao longo do tubo, e não promoveu o enriquecimento do etanol. Além disso, verificou-se a necessidade de operação com materiais que proporcionem maior tempo de residência da fase líquida no tubo de destilação.

A tecnologia de destilação por película assistida por termossifões bifásico mostrou-se promissora, mas ainda apresenta desafios dependendo de cada aplicação específica. Com os experimentos realizados foi possível concluir, de forma geral, que o modo de operação da câmara de vapor com perfil apresentou melhor desempenho, comparativamente com a câmara vapor isotérmica.

O refluxo interno, gerado pelo gradiente de temperatura ao longo da altura do tubo de destilação, promove um enriquecimento maior da fase vapor, para a configuração com perfil. Obtiveram-se resultados que abrangem duas situações distintas, pureza elevada com baixa vazão, e o contrário, alta vazão com pureza baixa de produto de topo.





## 6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Para a realização de testes com maior eficiência de separação é necessário aumentar o fornecimento de calor e o protótipo de vidro está limitado por questão de segurança (o aumento do fornecimento de calor impõe o uso de maior pressão na câmara de vapor). Para tanto, a construção de um protótipo em aço permite novos dados para avaliar estratégias de enriquecimento da fase vapor.

Com relação aos estudos fluidodinâmicos dos processos de transferência de calor, massa, quantidade de movimento e equilíbrio líquido-vapor da coluna de destilação por filme líquido descendente, percebe-se um grande potencial a ser explorado e desenvolvido, para geração de modelos fluidodinâmicos representativos do processo.

Com sugestão de trabalhos futuros tem-se:

- Construir protótipo em aço;
- Estudar superfícies melhoradas;
- Avaliar o uso de superfícies melhoradas para aplicação no tubo de separação, incluindo superfícies com ranhuras ou estruturadas e emprego de aletas;
- Estudar a relação da quantidade de tubos e o tamanho da unidade, para otimizar a capacidade de processamento, através do auxílio de pacote computacional;
- Testar outras misturas além de etanol/água;
- Experimentos com misturas mais viscosas;
- Realizar simulações com esta nova concepção, avaliando relação entre aumento da produção e eficiência;
- Definir a melhor relação entre quantidade de tubos e o tamanho da unidade;
- Simulações em CFD para avaliar o desempenho das novas superfícies, explorar mais os fenômenos de transferência, considerar misturas multicomponentes.



## REFERÊNCIAS

ANGELO, W. B. **Caracterização térmica de um termossifão bifásico de naftaleno**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

ASSAD, M.E.H.; LAMPINEN, M.J. Mathematical modeling of falling liquid film evaporation process. **International Journal Refrigeration**, Paris, dez. 2002. v. 25, p. 985-991.

ATLE C. C.; SKOGESTAD S.; LIEN K. Complex Distillation Arrangements: Extending the Petlyuk Ideas. **Computers Chemical Engineering**, v. 21, p. 237-242, 1997

BARDINA, J. E.; HUANG, P. G; COAKLEY, T. Turbulence modeling validation. **American Institute of Aeronautics and Astronautics Journal**, p. 197-212, 1997.

BATISTELLA, C.B. **Modelagem e simulação de destiladores moleculares de filme descendente e centrífugo**. 1996, 176 ff. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)- Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

BATISTELLA, C.B. **Tecnologia da destilação molecular: da modelagem matemática à obtenção de dados experimentais aplicada a produtos de química fina**. 1999. 216 f.. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

BIRD, R.B.; STEWART W.E.; LIGHTFOOT E.N. **Transport Phenomena**. 2 ed. New York: John Wiley & Sons, 2001.

BURROWS G. **Molecular Distillation**. Oxford: Oxford University Press, 1960.

BOSMANS, B.H.; KUSTERS K.A.; KONIJN, G. **Gas-liquid contacting tray** B01D 003/20, EP, Patent number: 00200522-1, 16/02/2000, 27/08/2001.

COLLIER, J.G.; Thome, J.R. **Convective Boiling and Condensation**. 3 ed. Oxford: Oxford University Press, 1996.

FAGHRI, A. **Heat Pipe Science and Technology**. Washington: Taylor & Francis, 1995.

FONTES, C. E.; SILVA, L. F. L. R.; LAGE, P. L. C.; RODRIGUES, R. C. **Introdução a Fluidodinâmica Computacional**: Escola Piloto Virtual. Rio de Janeiro: Editora Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2005.

HICKMAN K.C.D., **High-Vacuum short-path distillation**: A Review. New York: Chemical Reviews, 1943.

HUANG, K.; NAKAIWA, M.; AKIYA, T.; OWA, M.; ASO, K.; TAKAMATSU, T. Dynamics of Ideal Heat Integrated Distillation Columns. **Journal of Chemical Engineering of Japan**, 1996, Tokyo, v. 29, p. 656-661.

IWAKABE K.; NAKAIWA M.; HUANG K.; NAKANISHI T.; RØSJORDE A.; OHMORI T.; ENDO A.; YAMAMOTO T. Energy saving in multicomponent separation using an internally heat-integrated distillation column (HIDiC). **Applied Thermal Engineering**, dez. 2006, v. 26, p. 1362 - 1368.

JORGE L.M.M.; RIGHETTO A.R.; POLLI P.A.; SANTOS O.A.A.; MACIEL FLHO R. Simulation and analysis of a sugarcane juice evaporation system. **Journal of food engineering**, 2010, Oakville, v. 99, p. 351-359.

KAIBEL, G. Distillation columns with vertical partitions. **Chemical Engineering Technology**, 1987, Weinheim, v. 10, p. 92-98.

LESSA, D. **Nova Tecnologia de Refino**. TN Petróleo, nº 53, p.62-67, Disponível em: [www.tbpetroleum.com.br](http://www.tbpetroleum.com.br). Acesso em: 13 jun. 2011.

LOURENÇO, R. O. **Identificação e monitoramento de regimes de escoamento em leito de jorro**. 2006. 109 ff.. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

MACHADO, J.C.V. **Reologia e Escoamento de Fluidos**: Ênfase na Indústria do Petróleo. Rio de Janeiro: Interciência, 2002.

MALISKA, C. R. **Transferência de calor e mecânica dos fluidos computacional**. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2004.

MANTELLI, M. B. H.; ÂNGELO, W. B.; MILANEZ, F. H. **Aquecedores de GN para City-Gates Assistidos por Termossifões e Câmara de Vapor**. 1º Seminário da Rede Gás & Energia, Rio de Janeiro, 2006.

MARANGONI, C. **Implementação de uma Estratégia de Controle com Ação Distribuída em uma Coluna de Destilação**. 2005, 133 ff..Tese (Doutorado em Engenharia Química). Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis.

MARTINELLO M.A.; BONINO F.; GATICA E.A.; PRAMPARO M.del C. Modelado y Análisis de la destilación molecular de película descendente. **Mecánica Computacional**, 2003, v.22, p. 1692-1701.

MICOV, M.; LUTISAN, J.; CVENGROS, J. Balance equations for molecular distillation. **Separation Science and Technology**, 1997, v.32, p. 3051-3066.

PERRY R.H.; CHILTON C.H. **Manual de Engenharia Química**. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1980.

PISKUNOV Y.N.; TROSHEN'KIN B.A.; BONDAR V.I.; DERNOVA L.A. Modeling of a falling-film evaporator. **Chemical and Petroleum Engineering**, 1978, v. 14, p. 36-42.

SAIFUTDINOV A.F.; TLUSTY A.S; BEKETOV O.E.; LADOSHKIN V. S. **Separation method of multi components mixtures** B 01 D 3/14-3/28, Moscou, PI (11) 2132214 (13)C1, 06/01/1998, 27/06/1999.

SANTOS, P.S.D. **Extensão da curva de ponto de ebulição verdadeiro para petróleo pesados nacionais através do processo de destilação molecular**. 2005, 216ff., Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas.

SMITH R. **Chemical Process Design**. New York: McGraw-Hill, 1995.

STRANDBERG J.; SKOGESTAD S. **Stabilizing operation of a 4-product integrated Kaibel Column**. Symposium Series, v. 152, 2006.

STROEFER E.; LANG N.; LICHTFERS U.T.E.; STEINBRENNER U.; HASSE H. Separation of liquid mixture in a film evaporator. US 2007/0106096 A1, PI 7414159, 10mai. 2007.

SKLAVOUNOS S.; RIGAS, F. Validation of turbulence models in heavy gas dispersion over obstacles. **Journal of Hazardous Materials**, 2004, p.09-20.

WEISSBERGER, A. Distillation under High Vacuum. **Technique of Organic Chemistry Distillation**. 1951, v. 4, p. 495-602.

WRIGHT, R.O. "Fractionation apparatus" U S. Patent 2, 471,134, May 24, 1949.

ZUÑIGA, L.; LIMA, N.M.N.; BATISTELLA, C.B.; WOLF, M.R. MACIEL, R.; MEDINA, L. C. Nova correlação para o cálculo do peso molecular de frações pesadas de petróleos: 403°C+. **4º PDPETRO**. Campinas, out. 2007.