

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

Valdemar Francisco da Silva Filho

**SEPARAÇÃO DE COMPOSTOS AROMÁTICOS EM UNIDADES  
DE DESTILAÇÃO POR FILME DESCENDENTE**

Tese apresentada à Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, como requisito para obter Grau de Doutor em Engenharia Química.

Orientador: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Cintia Marangoni.

Coorientador: Prof. Dr. Ariovaldo Bolzan

Florianópolis/SC  
2018

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

Da Silva Filho, Valdemar Francisco  
Separação de compostos aromáticos em unidades de  
destilação por filme descendente / Valdemar  
Francisco Da Silva Filho ; orientadora, Cintia  
Marangoni, coorientador, Ariovaldo Bolzan, 2018.  
110 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa  
Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós  
Graduação em Engenharia Química, Florianópolis, 2018.

Inclui referências.

1. Engenharia Química. 2. Destilação por filme  
descendente. 3. compostos aromáticos. 4. Eficiência  
energética. 5. Produtividade. I. Marangoni, Cintia.  
II. Bolzan, Ariovaldo. III. Universidade Federal de  
Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Química. IV. Título.

# **Separação de compostos aromáticos em unidades de destilação por filme descendente**

por

Valdemar Francisco Da Silva Filho

Tese julgada para obtenção do título de Doutor 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 Marangoni  
Orientadora

---

Prof. Dr. Ariovaldo Bolzan  
Coorientador

---

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Cíntia Soares  
Coordenadora

Banca Examinadora:

---

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Ana Paula Meneguelo

---

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Andréa Cristiane Krause Bierhalz

---

Prof. Dr. Leonel Teixeira Pinto

30 de maio, Florianópolis, 2018



## **AGRADECIMENTOS**

A agradeço a todos que ajudaram de alguma forma.



## RESUMO

A destilação convencional é um processo amplamente utilizado na separação de fluidos nas indústrias. Os principais motivos para implementação de inovações tecnológicas de destilação para grandes indústrias, é a minimização das despesas de capital e os custos operacionais, aumentando a capacidade de produção. Por isso as novas tecnologias de colunas de destilação (destilação não convencional) estão ganhando mais espaço no mercado. O grupo de pesquisa DESTUBCAL apresenta ao longo dos anos estudos envolvendo destilação de filme descendente com diferentes misturas. O presente trabalho estudou experimentalmente o processo de separação de compostos aromáticos em uma unidade de destilação de filme descendente unitubular (um tubo de destilação) e uma unidade de destilação de filme descendente multitubular (nove tubos de destilação), tendo cada unidade 1 m de comprimento e 26 mm de diâmetro com pressão atmosférica assistida por termossifão. A separação de tolueno no destilado na unidade unitubular apresentou teor de 68,24% com produtividade de  $2,96 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  e consumo energético de 768 W quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica. Em relação a coluna convencional, para produzir a mesma quantidade de tolueno no destilado foi preciso um consumo energético praticamente o dobro utilizado na unidade unitubular. O objetivo na multitubular foi aumentar a produtividade da unitubular, assim a separação de tolueno no destilado na unidade multitubular apresentou teor de 66,72% com produtividade de  $44,76 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  e consumo energético de 8640 W quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica. Em relação a coluna convencional, para produzir a mesma quantidade de tolueno no destilado foi preciso um consumo energético de 12286,33 W. Assim, tornando o processo não convencional de destilação mais eficiente em relação ao ponto energético para produzir a mesma quantidade de separação de tolueno no destilado.

**Palavras-chave:** destilação não convencional. coluna de destilação de filme descendente unitubular. coluna de destilação de filme descendente multitubular. compostos aromáticos.



## ABSTRACT

Conventional distillation is widely used in the separation of fluids in industries. The main reasons for implementing technological distillation innovations for large industries is to minimize capital expenditures and operating costs by increasing production capacity. So the new technologies of distillation columns (unconventional distillation) are gaining more space in the market. The research group DESTUBCAL presents over the years studies involving downslope distillation with different mixtures. The present work investigated the process of separation of aromatic compounds in a unitubular descending film distillation unit (a distillation tube) and a multitubular descending film distillation unit (nine distillation tubes), each unit being 1 m in length and 26 mm diameter with thermosyphon assisted atmospheric pressure. The separation of toluene in the distillate in the unitubular unit had a 68.24% yield with a yield of  $2.96 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  and energy consumption of 768 W when the steam chamber operated in the isothermal condition. In relation to the conventional column, to produce the same amount of toluene in the distillate it was necessary an energy consumption almost double used in the unitubular unit. The objective in the multitubular was to increase the productivity of the unitubular, so the separation of toluene in the distillate in the multitubular unit had 66.72% content with productivity of  $44.76 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  and energy consumption of 8640 W when the vapor chamber operated in the isothermal condition. In relation to the conventional column, to produce the same amount of toluene in the distillate, an energy consumption of 12286.33 W. was required. Thus, making the unconventional distillation process more efficient in relation to the energy point to produce the same amount of separation of toluene.

**Keywords:** unconventional distillation; descending film unitary and multitubular column; aromatic compounds.



## LISTA DE FIGURAS

### *Capítulo 2*

---

Figura 2.1 -	Isômeros de xileno (a) orto-xileno, (b) meta-xileno (c) para-xileno e (d) etil-benzeno.	25
Figura 2.2 -	Ilustração da produção de BTX via processo de destilação.	26
Figura 2.3 -	Ilustração da produção dos isômeros de xileno.	27
Figura 2.4 -	Configuração dos processos tecnológicos da UOP	29
Figura 2.5 -	Ilustração de um processo de destilação com colunas convencionais (a, b) e não convencionais (c, d, e, f) sequências para a separação de misturas ternárias.	30
Figura 2.6 -	Diagrama esquemático de (a) coluna de destilação totalmente acoplada termicamente e (b) DWC.	31
Figura 2.7 -	Configurações de coluna de destilação para a separação ternária: (a) retificador lateral, (b) esgotamento lateral, e (c) totalmente acoplado termicamente.	32
Figura 2.8 -	Configurações simples para separação ternária: (a) sequência direta e (b) sequência indireta, e configurações termodinamicamente acopladas relacionadas a sequência direta (c) e indireta (d).	33
Figura 2.9 -	Ilustração da separação de uma mistura ternária: em sequência direta, em configuração Petlyuk (centro) e coluna da parede dividida.	35
Figura 2.10 -	Ilustração de coluna convencional e HIDiC em (a) e (b), respectivamente.	36
Figura 2.11 -	Representação esquemática dos tubos da tecnologia Linas.	38
Figura 2.12 -	Ilustração de coluna de destilação horizontal.	39
Figura 2.13 -	Esquema de destilador molecular de filme descendente.	40
Figura 2.14 -	Representação esquemática de evaporador por filme descendente.	42

### *Capítulo 3*

---

Figura 3.1 -	Fluxograma de atividades desenvolvidas neste trabalho.	48
Figura 3.2 -	Ilustração (a) da parte interna da coluna de	49

	destilação e (b) orifícios de entrada do sistema termossifão.	
Figura 3.3 -	Ilustração do funcionamento da unidade de destilação.	50
Figura 3.4 -	Estrutura geral da unidade unitubular (a) e em detalhe o tubo de destilação + câmara de vapor (b).	51
Figura 3.5 -	Ilustração da coluna de destilação de filme descendente multitubular.	52
Figura 3.6 -	Estrutura geral da unidade multitubular (a) e em detalhe o tubo de destilação + câmara de vapor (b).	53

#### Capítulo 4

---

Figura 4.1 -	Ilustração da separação de isômeros de xileno em coluna de destilação convencional empregando o <i>Aspen Hysys</i> .	64
Figura 4.2 -	Produção de tolueno para condição mais branda e mais aquecida para condição isotérmica.	67
Figura 4.3 -	Fração mássica da mistura tolueno-xileno na corrente de base (a) e destilado (topo) (b) quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica.	68
Figura 4.4 -	Produção de tolueno para condição mais branda e mais aquecida para condição perfil.	69
Figura 4.5 -	Fração mássica da mistura tolueno-xileno na corrente de base (a) e destilado (topo) (b) quando a câmara de vapor operou na condição perfil.	70
Figura 4.6 -	Comparação da fração mássica obtida na condição isotérmica e perfil.	71
Figura 4.7 -	Ilustração da separação de tolueno em coluna de destilação convencional empregando o <i>Aspen Hysys</i> .	72
Figura 4.8 -	Comportamento da $X_{\text{tolueno } t}$ em função $Q_a$ .	74
Figura 4.9 -	Superfície de resposta referente a influência de $Q_a$ com (a) $T_a$ e (b) $T_e$ para $X_{\text{tolueno } t}$ quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica.	75
Figura 4.10 -	Superfície de resposta referente a influência de $T_a$ e $T_e$ para $X_{\text{tolueno } t}$ quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica.	76
Figura 4.11 -	Comportamento da $X_{\text{tolueno } t}$ em função de $T_a$ .	77
Figura 4.12 -	Diagrama de Pareto quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica.	78

Figura 4.13 -	Comportamento de $X_{\text{tolueno } t}$ em função de $Q_a$ , para condição perfil.	79
Figura 4.14-	Superfície de resposta referente a influência de $Q_a$ com (a) $T_a$ e (b) $T_e$ para $X_{\text{tolueno } t}$ quando a câmara de vapor operou na condição perfil.	80
Figura 4.15 -	Superfície de resposta referente a influência de $T_a$ e $T_e$ em $X_{\text{tolueno } t}$ quando a câmara de vapor operou na condição perfil.	82
Figura 4.16 -	Comportamento da $X_{\text{tolueno } t}$ em função de $T_a$ , para a condição perfil.	83
Figura 4.17 -	Diagrama de Pareto quando a câmara de vapor operou na condição perfil.	83
Figura 4.18 -	Relação de $P_{\text{mássica}}$ com $Q_a$ quando a câmara de vapor operou em condição isotérmica.	84
Figura 4.19 -	Relação de $P_{\text{mássica}}$ com $T_a$ quando a câmara operou em condição isotérmica.	85
Figura 4.20 -	Relação de $P_{\text{mássica}}$ com $T_e$ quando a câmara de vapor operou em condição isotérmica.	85
Figura 4.21 -	Relação $P_{\text{mássica}}$ com $Q_a$ quando a câmara operou em condição perfil.	86
Figura 4.22 -	Relação $P_{\text{mássica}}$ com $T_a$ quando a câmara operou em condição perfil.	87
Figura 4.23 -	Relação $P_{\text{mássico}}$ com $T_e$ quando a câmara operou em condição perfil.	87
Figura 4.24	Comparação da fração mássica e potência para as condições isotérmica e perfil.	89
Figura 4.25 -	Relação da potência e da vazão de destilado para unidade unitubular (Uni) e multitubular (Multi) para mistura etanol-água.	90
Figura 4.25 -	Relação da potência e da vazão de destilado para unidade unitubular (Uni) e multitubular (Multi) para mistura tolueno-xileno.	94
Figura 4.26 -	Ilustração da separação de tolueno em coluna de destilação convencional empregando o <i>Aspen Hysys</i> para vazão de $219,42 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ .	97



## LISTA DE TABELAS

### *Capítulo 2*

---

Tabela 2.1 -	Propriedades dos compostos aromáticos.	27
Tabela 2.2 -	Modelos de evaporadores.	41
Tabela 2.3 -	Contribuições no desenvolvimento da destilação de filme descendente assistida por termossifão do grupo de pesquisa DESTUBCAL/UFSC.	44

### *Capítulo 3*

---

Tabela 3.1 -	Condições experimentais para separação de orto-xileno.	55
Tabela 3.2 -	Condições experimentais para separação de tolueno	56
Tabela 3.3 -	Condições estabelecidas no planejamento fatorial para os testes da mistura tolueno mais isômeros de xileno com a câmara de vapor operando em condição isotérmica.	57
Tabela 3.4 -	Condições experimentais para validação da unidade multitubular.	58
Tabela 3.5 -	Condições experimentais para separação de tolueno na unidade multitubular.	59

### *Capítulo 4*

---

Tabela 4.1 -	Resultados obtidos para os testes quando a câmara de vapor operou em condição isotérmica para mistura de isômeros de xileno.	62
Tabela 4.2 -	Resultados obtidos para os testes quando a câmara de vapor operou em condição perfil para mistura de isômeros de xileno.	63
Tabela 4.3 -	Resultados obtidos para os testes quando a câmara de vapor operou em condição isotérmica para mistura tolueno-xileno.	65
Tabela 4.4 -	Resultados obtidos para os testes quando a câmara operou na condição perfil para mistura tolueno-xileno.	66
Tabela 4.5 -	Comparação dos resultados obtidos da unidade unitubular com a multitubular com a mistura etanol-água.	92
Tabela 4.6 -	Comparação dos resultados obtidos da unidade unitubular com a multitubular com a mistura tolueno-xileno.	96



## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

BTX	Benzeno, tolueno e xileno
CG	Cromatografia gasosa
DWC	<i>Diving wall column</i>
FC	Totalmente acoplado
MEG	Monoetilenoglicol
N	Números de componentes da mistura
$N_c$	Número de colunas de destilação
$Q_{int}$	Integração energética
RF	Razão de refluxo
SR	Retificador lateral
SS	Esgotamento lateral
T	Temperatura
TA	Tanque acumulador
TEG	Trietilenoglicol
TM	Tanque de mistura
TP	Tanque pulmão
UOP	<i>Universal Oil Products</i>



## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>21</b>
1.1	OBJETIVOS	23
1.1.1	Objetivo Geral	23
1.1.2	Objetivos Específicos	23
1.2	ESTRUTURA DO TRABALHO	23
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>25</b>
2.1	COMPOSTOS AROMÁTICOS	25
2.2	PROCESSOS DE DESTILAÇÃO	27
2.2.1	Separação de composto aromáticos por destilação convencional	28
2.2.2	Novas tecnologias de destilação - processos não convencionais	29
2.2.2.1	Coluna totalmente acoplada termicamente - Coluna Petlyuk	30
2.2.2.2	Coluna de múltiplo efeito	33
2.2.2.3	Coluna de parede dividida - <i>Diving wall column</i> (DWC)	34
2.2.2.4	Coluna de destilação com integração interna de calor - HIDiC	36
2.2.2.5	Destilação por filme	37
2.2.2.5.1	Tecnologia Linas	37
2.2.2.5.2	Destilação horizontal	38
2.2.2.5.3	Destilação molecular	39
2.2.3	Coluna de filme descendente a pressão atmosférica assistida por termossifão bifásico.	42
2.2.4	Separação de compostos aromáticos em destilação não convencional	45
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>47</b>
3.1	DESCRIÇÃO DA UNIDADE	48
3.1.1	Unidade piloto unitubular	48
3.1.2	Unidade piloto multitubular	51
3.1.3	Sensores de temperatura, pressão e aquisição de dados	53
3.2	TESTES EXPERIMENTAIS	54
3.2.1	Unidade unitubular	54
3.2.1.1	Experimentos com isômeros de xileno	54
3.2.1.2	Experimentos com a mistura tolueno-xileno	56
3.2.2	Unidade multitubular	57
3.3.2.1	Teste de validação	57
3.3.2.2	Experimentos com a mistura tolueno-xileno	58

<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	<b>61</b>
4.1	COLUNA DE DESTILAÇÃO DE FILME DESCENDENTE UNITUBULAR	61
4.1.1	Separação de isômeros de xilenos	61
4.1.2	Separação da mistura de tolueno-xileno	64
4.1.2.1	Estudo da separação	67
4.1.2.1.1	Estudo da separação na condição isotérmica	67
4.1.2.1.2	Estudo da separação na condição perfil	68
4.1.2.1.3	Estudo da separação na comparação da condição isotérmica e perfil	70
4.1.2.2	Estudo do comportamento do processo	72
4.1.2.2.1	Estudo do comportamento do processo na condição isotérmica	72
4.1.2.2.1.1	Influência da vazão de alimentação	73
4.1.2.2.1.2	Influência da temperatura do evaporador	76
4.1.2.2.1.3	Influência da temperatura de alimentação	77
4.1.2.2.1.4	Diagrama de Pareto	77
4.1.2.2.2	Estudo do comportamento do processo na condição perfil	78
4.1.2.2.2.1	Influência da vazão de alimentação	79
4.1.2.2.2.2	Influência da temperatura do evaporador	81
4.1.2.2.2.3	Influência da temperatura de alimentação	82
4.1.2.2.2.4	Diagrama de Pareto	83
4.1.2.3	Estudo térmico	84
4.2	COLUNA DE DESTILAÇÃO DE FILME DESCENDENTE MULTITUBULAR	89
4.2.1	Teste de validação com etanol-água	90
4.2.2	Separação da mistura de tolueno-xileno	93
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>99</b>
<b>5.1</b>	<b>SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS</b>	<b>100</b>
<b>6</b>	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>101</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Com o aumento na competitividade do mercado, consumo crescente de energia e a preocupação com o impacto ambiental, tornou-se indispensável a busca por alternativas que permitam a redução dos custos de produção, o controle e o aumento da eficiência do processo assim como o uso eficiente de energia.

A destilação é amplamente utilizada na separação de fluidos nos processos industriais. Os principais motivos para implementar inovações tecnológicas de destilação para grandes indústrias são a minimização dos consumos e custos operacionais, aumentando assim a capacidade de produção. Neste contexto, as principais propostas concentram-se em melhorar as características de desempenho do contato líquido-vapor e na redução da altura, sem afetar a eficiência do processo (OLUJIC et al., 2009).

Novas configurações geométricas de colunas de destilação têm sido propostas nas últimas duas décadas para aumentar a eficiência energética. Entre as novas tecnologias de destilação ou destilação não convencional pode-se citar a coluna Petlyuk, coluna de múltiplo efeito, coluna de destilação com integração interna de calor (HIDIc), coluna de parede dividida (DWC) e as colunas de filme. Halvorsen e Skogestad (2011) citam a DWC como exemplo de configuração alternativa e consolidada, que por utilizar baixas vazões internas, necessita menor quantidade de calor para garantir a separação, atingindo assim uma redução energética de 30%. Nestas indústrias, a necessidade de evaporadores e refeedores de elevado desempenho são de suma importância, de modo a economizar os custos energéticos com a transferência de calor e reduzir as dimensões dos equipamentos.

O grupo de pesquisa DESTUBCAL - Desenvolvimento de Tecnologia de Destilação por Tubo de Calor da Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, no qual este trabalho faz parte, apresenta estudos ao longo dos anos envolvendo destilação de filme descendente. Conforme descrito em Teleken (2013), o processo de destilação por filme descendente é uma maneira eficaz de transferir calor e massa nos processos de evaporação e condensação, que ocorre devido à grande superfície de contato da fina camada de líquido em circulação, no qual possibilita elevadas taxas de transferência de calor e massa, necessitando de um pequeno fluxo de líquido. A destilação por filme é a utilização de um evaporador de filme líquido descendente para separar uma mistura em seus componentes de maior valor agregado.

De fato, as pesquisas realizadas com essa nova proposta de unidade de destilação vêm mostrando que sua operação possui vantagens energéticas em relação a uma unidade convencional. Tavares (2010) estudou a parte teórica e experimental de um sistema de controle térmico para unidade de destilação de filme assistida por uma câmara de vapor, com intuito de obter um perfil de temperatura. Teleken (2013) estudou a fluidodinâmica e avaliação da eficiência do sistema de distribuição de alimentação sobre o processo de destilação por filme descendente. Parisotto (2013) avaliou a viabilidade energética e redução de dimensões com a utilização de coluna de destilação por filme assistida por câmara de vapor, utilizando a mistura etanol-água. Peruzzo (2013) estudou a avaliação de separação da mistura trietilenoglicol-água (TEG-água) utilizando dois sistemas de destilação distintos: convencional e por filme descendente. Pires (2016) avaliou a separação da mistura monoetilenoglicol-água (MEG-água). Parra (2017) estudou configuração energética em série de colunas de destilação por filme descendente para mistura etanol-água. Em todos os casos misturas binárias foram estudadas em uma unidade denominada unitubular, ou seja, com apenas um tubo de destilação envolvido por uma câmara de vapor (termossifão). Em nenhuma das pesquisas realizadas foi investigada a separação de misturas contendo compostos aromáticos.

Poucos são os trabalhos envolvendo a separação de compostos aromáticos empregando as novas tecnologias de destilação. Kim (2015) propôs dois tipos de coluna DWC com finalidade de comparar com os sistemas de destilação convencionais, utilizando a separação de Benzeno, Tolueno e Xileno (BTX). Lee, Kim e Hwang (2004) estudaram a substituição de duas colunas de separação por uma coluna de destilação totalmente acoplada termicamente (coluna de Petlyuk) para uma mistura com 18 componentes. Kiss et al. (2013) propuseram diversas metodologias com base na coluna DWC e Kaibel, a fim de reduzir o número de unidades de colunas de destilação e a eficiência energética para separação de compostos aromáticos (BTX).

Assim, este estudo segue a mesma linha dos trabalhos anteriormente citados, mas com o diferencial que é a inovação de estudar experimentalmente a separação de compostos aromáticos em unidades de coluna de destilação de filme descendente unitubular e multitubular, e a relevância em estudar experimentalmente a separação de etanol-água na unidade unitubular a fim de realizar a validação da unidade multitubular. As problemáticas deste trabalho são a dificuldade de separação de compostos com pontos de ebulição próximos (isômeros de xileno) e manter as mesmas condições de operação nas duas unidades

de destilação de filme descendente. Sendo assim, a motivação principal deste trabalho é apresentar o comportamento do processo de separação de compostos aromáticos em coluna de destilação de filme descendente unitubular e multitubular a pressão atmosférica assistida por termossifão, e portanto, contribuir com o meio científico e industrial apresentando novos estudos envolvendo estes processos.

## 1.1 OBJETIVOS

### 1.1.1 Objetivo Geral

Investigar experimentalmente o processo de separação de compostos aromáticos em unidades de destilação de filme descendente unitubular e multitubular a pressão atmosférica assistida por termossifão.

### 1.1.2 Objetivos Específicos

- I. Estudar experimentalmente a separação de uma mistura isômeros de xileno em uma unidade destilação unitubular de filme descendente a pressão atmosférica assistida por termossifão;
- II. Estudar experimentalmente a separação de uma mistura tolueno-xileno em uma unidade destilação unitubular de filme descendente a pressão atmosférica assistida por termossifão;
- III. Empregar uma unidade de destilação multitubular de filme descendente a pressão atmosférica assistida por termossifão como proposta para aumento de produtividade do processo;
- IV. Investigar a eficiência energética na unidade de separação multitubular comparando-a com a unitubular a partir da separação de uma mistura etanol-água e para mistura tolueno-xileno.

## 1.2 ESTRUTURA DO TRABALHO

O trabalho está dividido em cinco capítulos, contando com este, a introdução. No capítulo dois apresenta-se a revisão bibliográfica abordando a definição e classificação processos de destilação convencional e não-convencional com ênfase na separação de produtos aromáticos e em coluna de filme descendente. No capítulo três desenvolve-se a descrição da metodologia experimental das unidades

piloto. No capítulo quatro são apresentados resultados e discussão, e por fim são apresentados nos capítulos cinco e seis as conclusões e referências, respectivamente.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

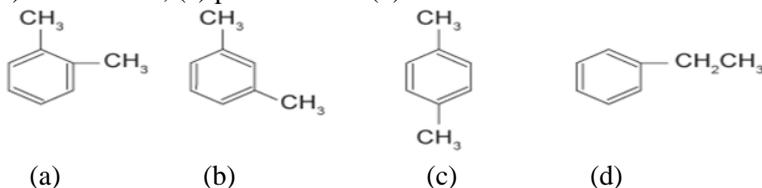
No presente capítulo apresenta-se uma revisão bibliográfica dando ênfase a origem dos compostos aromáticos (tolueno e isômeros de xileno) com suas propriedades e características; diferentes tipos de destilação e o processo destilação de filme/película descendente.

### 2.1 COMPOSTOS AROMÁTICOS

Tolueno ou metil-benzeno é um hidrocarboneto aromático, incolor e de odor característico. Sua fórmula é  $C_6H_5CH_3$  e possui massa molar de 92,15. É utilizado na formulação de tintas e vernizes, na repintura de botijões de gás e na produção de secantes, aditivos, desinfetantes e ácido benzóico.

O xileno é um hidrocarboneto aromático amplamente utilizado na indústria como um solvente. É um gás incolor, com cheiro doce, líquido ou gás que ocorre naturalmente no petróleo, carvão e alcatrão vegetal. Tem fórmula molecular de  $C_6H_4(CH_3)_2$  e é denominado como dimetil-benzeno porque consiste de um anel de seis de carbono ao qual dois grupos metil estão ligados, também chamado de xilol e dimetil-tolueno (TRIGUEROS, 2008; MACHADO, 2009). Na Figura 2.1 é apresentado o xileno em suas formas isoméricas.

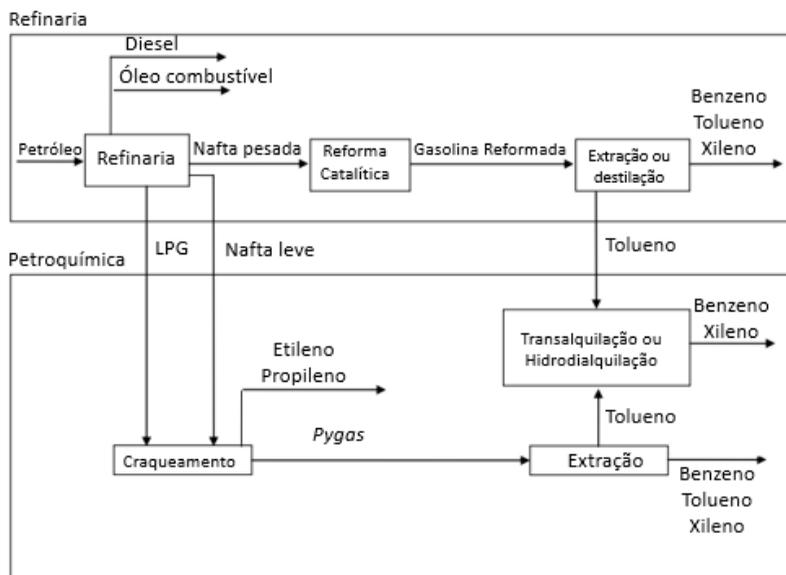
Figura 2.1 – Fórmula estrutural dos isômeros de xileno (a) orto-xileno, (b) meta-xileno, (c) para-xileno e (d) etil-benzeno.



Fonte: Kandyala, Raghavendra e Rajasekharan (2010).

O composto de xileno pode ser obtido do petróleo bruto e como outros petroquímicos de grande importância industrial, produzido principalmente por meio do processo de reforma catalítica do petróleo, conforme o fluxograma ilustrado na Figura 2.2, no qual é apresentada a produção do xileno na refinaria.

Figura 2.2 - Ilustração da produção de BTX via processo de destilação.

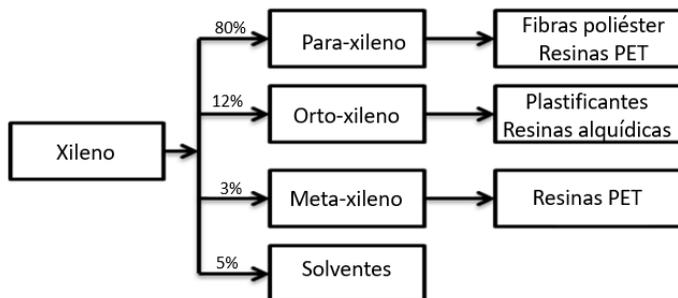


Fonte: Tissot e Welte (1984).

Na Figura 2.3 é apresentada a principal aplicação de cada isômero de xileno. Uma pequena quantidade de xilenos é aplicada diretamente em solventes, todavia a maioria dos xilenos é processada dentro da refinaria para a produção de um ou mais isômeros individuais. O isômero com maior valor agregado é o para-xileno, cuja utilização é voltada para produção de fibras poliéster, resinas e filmes. (HUANG et al., 2015).

As propriedades dos compostos aromáticos são apresentadas na Tabela 2.1. Observa-se que ponto de ebulição dos isômeros meta-xileno e para-xileno são muito próximos, havendo apenas uma diferença em torno de 2 °C. Já em relação ao orto-xileno, essa diferença fica em torno 7 °C, porém, ainda é muito pequena, uma vez que é preciso uma coluna de destilação com elevado número de pratos para realizar essa separação.

Figura 2.3 - Ilustração da produção dos isômeros de xileno.



Fonte: Adaptado de Craveiro (2009).

Tabela 2.1 - Propriedades dos compostos aromáticos.

Propriedades	Orto	Meta	Para	Etil-benzeno	Benzeno	Tolueno
Ponto de ebulição (°C)	144,4	139,3	137-138	136,20	80,10	110,60
Ponto de fusão (°C)	-25	-47,4	13-14	-95	5,50	-95
Índice de refração	1,506	1,497	1,496	1,4959	-	-
Ponto de fulgor (°C)	31	31	31	26,70	-11	4
Ponto de autoignição (°C)	465-525	465-525	465-525	460,30	592,14	536,50
Volatilidade relativa (138 °C)	1	0,981	0,855	-	-	-
Densidade (g · mL <sup>-1</sup> )	0,880	0,864	0,861	0,867	0,876	0,870
Viscosidade a 40 °C (mPa · s)	0,65	0,65	0,655	0,669	0,652	0,590
Solubilidade	Pouco solúvel em água, miscível em álcool absoluto, éter e outros solventes orgânicos					

Fonte: Adaptado de *American Conference of Governmental Industrial Hygienists* (2014).

## 2.2 PROCESSOS DE DESTILAÇÃO

Conforme citado em Górak e Sorensen (2014), a destilação é um método de separação baseado no equilíbrio líquido-vapor de misturas. O processo baseia-se na diferença de volatilidade entre os componentes, os quais relacionam-se por seus pontos de ebulição e por meio da aplicação e remoção de calor. O líquido e o vapor contêm, em geral, os mesmos componentes, mas em quantidades relativas diferentes. O líquido está em seu ponto de bolha e o vapor em equilíbrio em seu ponto de orvalho. Este princípio de funcionamento pode ser estendido a qualquer tipo de destilação, seja convencional ou com as novas tecnologias de destilação.

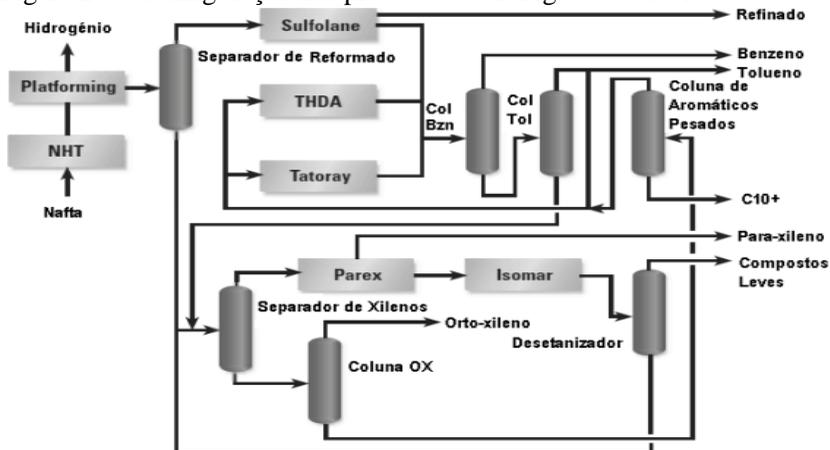
Conforme amplamente citado na literatura, e indicado por Ortega, Errico e Rong (2015), a destilação é um dos métodos de separação mais utilizados na engenharia de processo. Devido a sua característica de sucessivas evaporações e ebulições aliado ao fato que calor é fornecido na base da unidade e deve ser retirado no topo, este processo é responsável por um elevado consumo de energia. Temperaturas de ebulição e alta pureza de separação são parâmetros que influenciam o consumo energético em uma coluna de destilação (SEADER, HENLEY e ROPER, 2011).

### **2.2.1 Separação de composto aromáticos por destilação convencional**

Os isômeros de xileno produzidos por meio da desproporção do tolueno e trans-alkilação com C<sub>9</sub> aromáticos, requerem elevada quantidade de energia para a separação por destilação, devido às semelhanças estruturais e pontos de ebulição próximos. Segundo Minceva e Rodrigues (2007); Chen, Zhang e Chen, (2014); e Ebrahimzadeh et al. (2016), a separação destas misturas por meio da destilação convencional tornou-se muito cara, devido a elevadas taxas de refluxo e elevados números de pratos a separação. Para estas colunas, é típico encontrar casos que apresentam a necessidade de 200 pratos para realizar a devida separação.

Craveiro (2009) estudou os processos tecnológicos da UOP (*Universal Oil Products*) que produzem benzeno, orto-xileno e para-xileno por meio da nafta, conforme é apresentado na Figura 2.4. Aproximadamente metade dos complexos aromáticos da UOP foram configurados de modo a produzir orto-xileno e para-xileno, com uma razão de produção entre orto-xileno e para-xileno variando normalmente entre 0,2 e 0,6. A nafta foi tratada primeiramente para remover componentes de enxofre e nitrogênio, sendo então enviada para a unidade de *Platforming*, onde os parafínicos e naftênicos foram convertidos em compostos aromáticos.

Figura 2.4 - Configuração dos processos tecnológicos da UOP.



Fonte: Craveiro (2009).

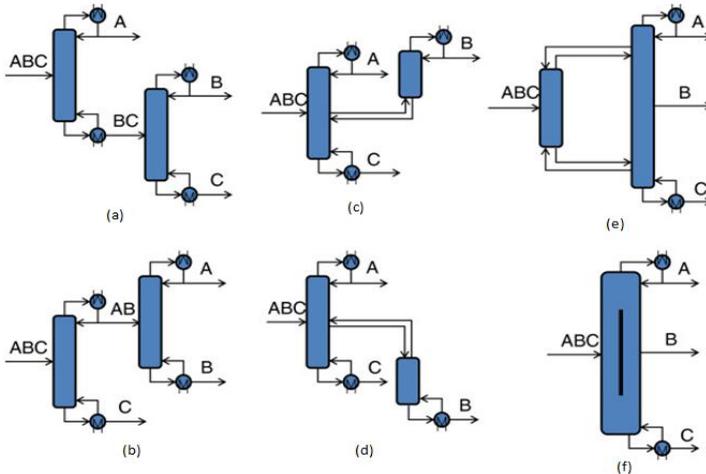
### 2.2.2 Novas tecnologias de destilação - processos não convencionais

As novas tecnologias de destilação estão sendo estudadas a fim de que o processo apresente uma maior redução do consumo de energia, melhoria na eficiência energética, elevado rendimento e maior purificação dos produtos (ASPRION e KAIBEL, 2010).

Salinas, Fernández e García (2014) relataram que a utilização de colunas de destilação não convencionais, tal como foram sugeridos por Petlyuk, Platonov e Slavinskii (1965) pode gerar uma economia em torno de 30% no consumo de energia, e assim, reduzir significativamente os custos em comparação com as colunas convencionais.

Na Figura 2.5 são apresentados exemplos de seqüências de separação por destilação convencional [(a) e (b)] e não convencional [(c), (d), (e) e (f)], para a separação de misturas ternárias. As configurações (c) e (d) são utilizadas com frequência na indústria do petróleo. A configuração (e) corresponde uma coluna totalmente acoplada termicamente (como uma coluna Petlyuk) e a configuração (f) corresponde a uma unidade de parede dividida - DWC (SALINAS, FERNÁNDEZ e GARCÍA, 2014).

Figura 2.5 - Ilustração de um processo de destilação com colunas convencionais (a, b) e não convencionais (c, d, e, f) seqüências para a separação de misturas ternárias.



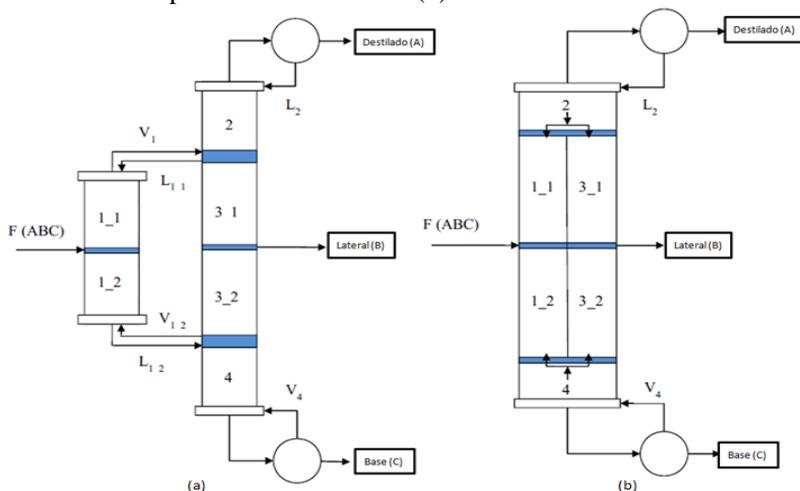
Fonte: Salinas, Fernández e García (2014).

Estas, e outras formas aqui denominadas novas tecnologias de destilação ou processos não convencionais 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.

### 2.2.2.1 Coluna totalmente acoplada termicamente - Coluna Petlyuk

Do ponto de vista econômico, as colunas de destilação totalmente acoplada termicamente têm mostrado benefícios em relação aos custos energéticos quando comparados com colunas de destilação convencionais (UWITONZE, HWANG e LEE, 2016). A coluna de Petlyuk muitas vezes é estudada como a coluna DWC, conforme é apresentada na Figura 2.6b, uma vez que se duas colunas Petlyuk forem integradas em um único equipamento obtém-se uma assim uma coluna DWC.

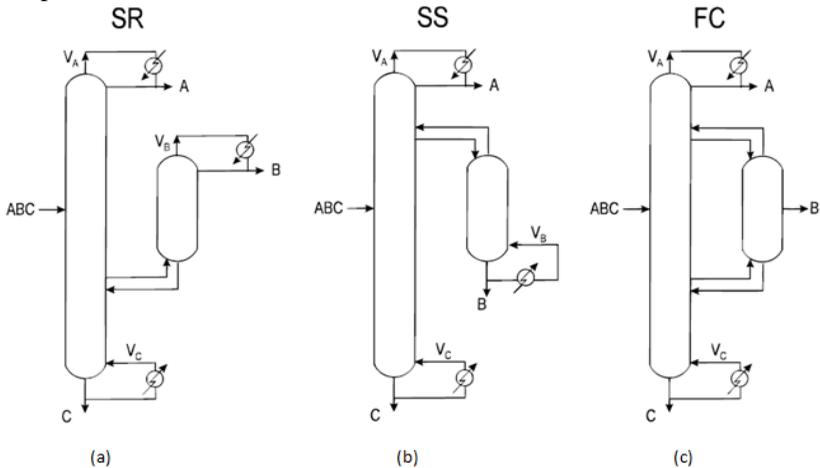
Figura 2.6 - Diagrama esquemático de (a) coluna de destilação totalmente acoplada termicamente e (b) DWC.



Fonte: Adaptado de Uwitonze, Hwang e Lee (2016).

Segundo Agrawal e Fidkowski (1998) em configurações termicamente acopladas, pelo menos uma extremidade da coluna de destilação tem troca de líquido ou de vapor com outra coluna. Isto elimina o refeedor ou o condensador. Três configurações de coluna acopladas termicamente para separação de mistura ternária são apresentadas na Figura 2.7, onde (A) é o componente mais volátil e (C) é o componente menos volátil na mistura de alimentação (ABC). Têm-se (SR) como o retificador lateral, (SS) como o esgotamento lateral e (FC) como totalmente acoplado. O objetivo deste tipo de unidade consiste em evitar perdas termodinâmicas devido à mistura de diferentes correntes no prato de alimentação. Um pré-fractionador executa a separação entre o componente mais pesado e o mais leve, enquanto que o intermediário é distribuído naturalmente entre o destilado e a corrente de base da coluna. Assim, a separação em sua elevada pureza é conduzida na corrente principal.

Figura 2.7 - Configurações de coluna de destilação para a separação ternária: (a) retificador lateral, (b) esgotamento lateral, e (c) totalmente acoplado termicamente.

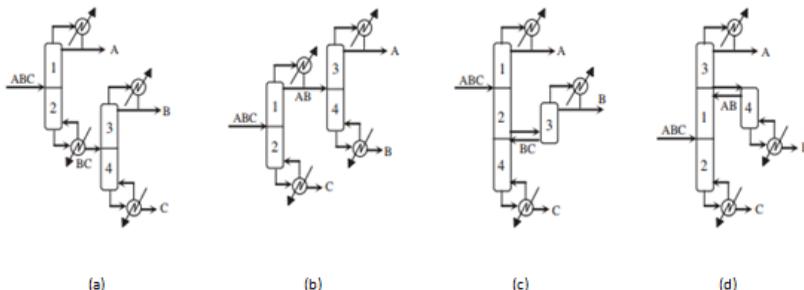


Fonte: Agrawal e Fidkowski (1998).

De acordo com Os trabalhos de Uwitonze, Hwang e Lee (2016), Halvorsen e Skogestad (2003a, b) assim como o de Navarro et al. (2012) demonstraram que a utilização de coluna acoplada termicamente reduziu os custos em torno de 10 a 50% em comparação as colunas convencionais em série, com intuito de atingir produtos de purzas desejadas. Características de custos e consumo energético motivaram muitos pesquisadores ao desenvolvimento de métodos de otimização, design e controle de configurações específicas normalmente restritas a mistura com três compostos.

Na Figura 2.8 são apresentadas apresentado as configurações simples (a,b) e estruturas termicamente acopladas (c,d) para separação ternária. Segundo Rong e Errico (2012) foi utilizada uma sequência de unidades de destilação para a separação de misturas multicomponentes, onde ao menos duas colunas são necessárias para obter três componentes. Assim, a partir da configuração simples, para a separação de  $n$  componentes, são necessárias  $n-1$  colunas com estas mesmas quantidades de refeedores e condensadores. Um arranjo energeticamente mais favorável pode ser obtido a partir da conexão das correntes térmicas, gerando as estruturas acopladas termodinamicamente.

Figura 2.8 - Configurações simples para separação ternária: (a) sequência direta e (b) sequência indireta, e configurações termodinamicamente acopladas relacionadas a sequência direta (c) e indireta (d).



Fonte: Rong e Errico (2012).

A configuração ilustrada em (c) é conhecida como retificação lateral, enquanto que a ilustrada (d) é de esgotamento lateral. Este tipo de estrutura vem sendo extensivamente empregada no refino de petróleo, pois consiste em uma solução prática para incrementar a eficiência energética de unidades de separação ternárias (RONG E ERRICO, 2012).

#### 2.2.2.2 Coluna de múltiplo efeito

Os sistemas de múltiplos efeitos são considerados quando duas ou mais colunas de destilação operam por elevação da pressão e integração dos condensadores e refeedores.

O primeiro estudo de um sistema de múltiplos efeitos foi publicado por O'Brien (1976), que propôs uma destilação binária com este sistema. Pinto (1987) realizou um estudo detalhado da técnica de destilação com múltiplo-efeito, voltado à economia de energia, verificando a influência de parâmetros, tais como razão de refluxo, composição, temperatura de alimentação e pressão da coluna utilizando uma mistura de etanol-água. Os resultados apontaram reduções superiores a 40% e 54% para o duplo-efeito e triplo-efeito, respectivamente. Engeliem (2004) demonstrou que as configurações unidades de múltiplos efeito apresentam uma economia de até 30% utilizando as configurações que usam métodos *pinch*, que tem como objetivo envolver o aquecimento e resfriamento do processo usando um pré-fracionador. Caballero e Grossmann (2004) apresentaram um

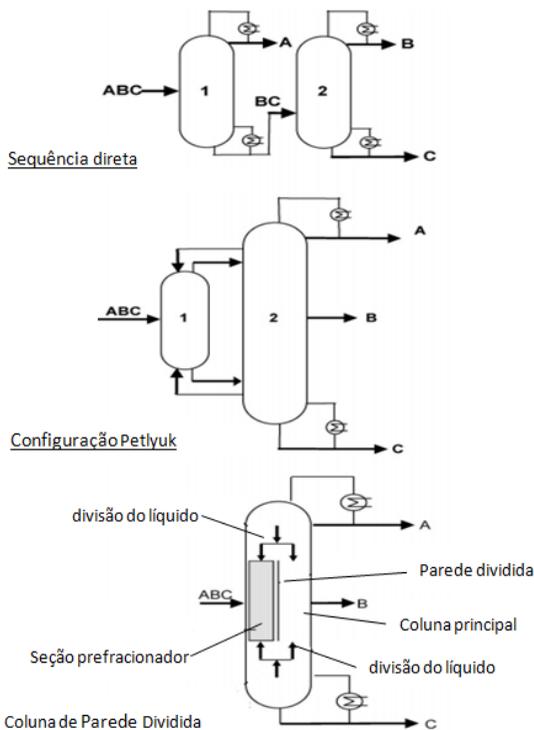
método estrutural para formular matematicamente o espaço alternativo de configurações de destilação de múltiplo efeito. Rong, Kraslawski e Turunen (2003) apresentaram um método que podem sintetizar todas as configurações possíveis de destilação com (n-1) ou mais do que (n-1) colunas para uma mistura de n-componente, este método é baseado na formulação de todas as possíveis sequências de separação distintas para uma mistura de n-componente.

### 2.2.2.3 Coluna de parede dividida - *Diving wall column* (DWC)

O sistema DWC não está limitado apenas separações ternárias, mas também pode ser utilizado na destilação extrativa, azeotrópicas e reativa (KISS, PRAGT e VAN STRIEN, 2009). Dai et al. (2016) estudaram a separação do benzeno e ciclo-hexano, utilizando a destilação extrativa por parede dividida, e o orto-xileno como agente de arrastamento, otimizando a eficiência energética quando comparado com o agente de afastamento SULF (Sulfolano, comumente usados na indústria química como um solvente extrativo em destilação ou solvente de reação).

O processo DWC é considerado um grande avanço na destilação, pois traz redução significativa em torno de 30-40% nos custos operacionais (KISS, LANDAETA e FERREIRA, 2012). De acordo com Kiss e Rewagad (2011) uma mistura ternária pode ser separada por meio de uma sequência direta (componente mais leve é separado primeiro), sequência indireta (componente mais pesado é separado primeiro) ou sequência distribuída, que consiste em 2-3 colunas de destilação. Esta sequência de separação evoluiu para a configuração da coluna Petlyuk (PETLYUK, PLATONOV e SLAVINSKII, 1965) que consiste em duas colunas de destilação totalmente acopladas termicamente. Segundo Kolbe e Wenzel (2004) a integração de duas colunas Petlyuk denomina-se a DWC. Na Figura 2.9 é apresentado as mais importantes alternativas de separação ternários (onde A - componente mais leve, B - componente intermediário e C - componente mais pesado).

Figura 2.9 - Ilustração da separação de uma mistura ternária: em seqüência direta, em configuração Petlyuk (centro) e coluna da parede dividida.



Fonte: Adaptação de Kiss e Rewagad (2011).

A alimentação é introduzida em um lado da coluna de frente para a parede e desviada pela parede. O componente mais leve (A) flui para parte superior (destilado), enquanto o componente mais pesado (C) vai para parte inferior (base). O componente (B) é inicialmente arrastado para cima e para baixo com as duas correntes, mas o líquido que vai para cima é separado na parte superior e, subsequentemente, cai sobre o lado oposto da parede. Da mesma forma, a quantidade (B) que vai para baixo é separada na parte inferior, em seguida, flui para cima para o lado de trás da parede, no qual todo o produto (B) é recuperado por um fluxo de drenagem lateral. (KISS e REWAGAD, 2011).

Segundo Schultz et al. (2002); Kaibel et al. (2006); Isopescu, Woinaroschy e Draghiciu (2008); Draghiciu, Isopescu e Woinaroschy

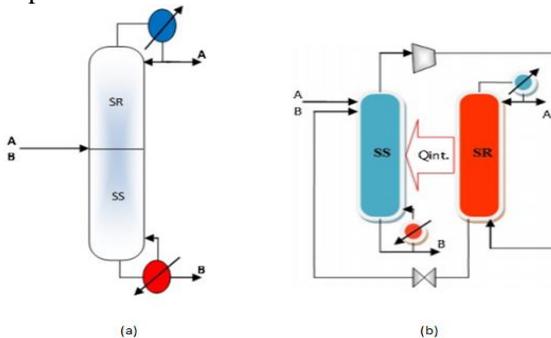
(2009) e Errico et al. (2009), a comparação do DWC com os sistemas de destilação convencionais oferecem vários benefícios:

- I. investimento de capital é menor e mais reduzido, devido ao design integrado;
- II. elevada pureza para todos os produtos;
- III. elevada eficiência termodinâmica devido aos efeitos reduzidas;
- IV. menores custos energéticos;
- V. menores custos de manutenção.

#### 2.2.2.4 Coluna de destilação com integração interna de calor - HIDiC

Olujic et al. (2009) e Guerra et al. (2016) relataram que coluna com integração interna de calor (HIDiC) é uma das tecnologias que pretende reduzir o consumo energético na separação de misturas com pontos de ebulição próximos. A seção de retificação (SR) é separada da seção de esgotamento (SS) da coluna convencional, conforme é ilustrado na Figura 2.10. Na configuração HIDiC tem-se ambas seções (SR e SS) conectadas entre si usando um compressor e uma válvula de estrangulamento. O compressor aumenta a pressão e temperatura do SR, que torna possível a integração energética ( $Q_{int}$ ) de SR para SS (GUERRA et al., 2016).

Figura 2.10 - Ilustração de coluna convencional e HIDiC em (a) e (b), respectivamente.



Fonte: Guerra et al. (2016).

De acordo com Guerra et al. (2016), a separação de uma mistura de benzeno, tolueno, p-xileno, n-pentano, ciclopentano e 2-metil-heptano resultou em uma economia de energia de 30% a 50%.

Conforme citado por Kiss et al. (2013), as vantagens de uma estrutura HIDiC são:

- I. elevada eficiência energética, pois o arranjo da área interna de transferência de calor entre estágios permite graus de liberdade extras no projeto, possibilitando reduzir a quantidade de energia necessária;
- II. operação com zero refluxo e *boil-up*, uma vez que a integração energética desempenha este papel gerando estas duas correntes internamente;
- III. elevado potencial de aplicação comparado a outras estruturas, pois diversos processos como separação multicomponente, batelada e até mesmo destilação reativa pode ser utilizada.

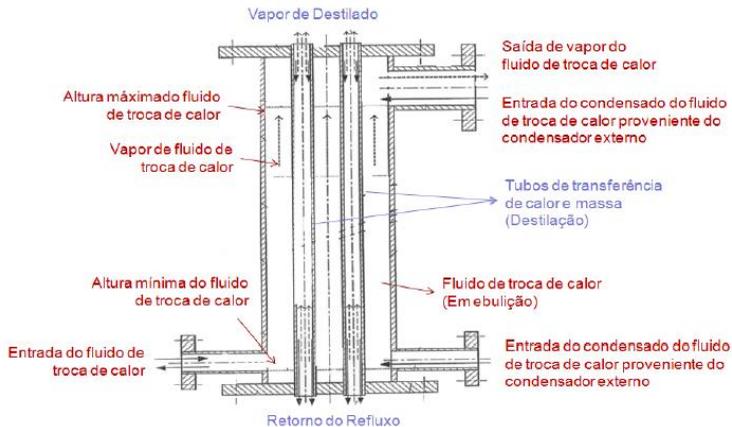
#### 2.2.2.5 Destilação por filme

Segundo Shahzad et al. (2013) a destilação de filme vem sendo utilizada nas indústrias de alimentos, plantas de refinarias e de dessalinização. A destilação de filme apresenta elevada taxa de transferência de massa e de calor e destaca-se pela redução nas dimensões, menor consumo de energia, construção simples e com boa capacidade de separação. Algumas tecnologias de destilação por filme descendente serão descritas a seguir como: tecnologia Linas, destilação horizontal, destilação molecular e a destilação coluna de filme descendente a pressão atmosférica.

##### 2.2.2.5.1 Tecnologia Linas

O processo da Tecnologia Linas (patenteado 2003 por Saifutdinov e colaboradores) relata a destilação ocorrendo em um filme formado no interior de tubos verticais, isolados termicamente por fluidos transportadores de calor. A transferência de calor e massa ocorre nas paredes dos tubos, os tubos verticais com dimensão de 0,5 a 3 m de comprimento e diâmetro variando de 6 a 25 mm com a destilação operando com vácuo. Seu foco concentra-se principalmente na energia de condensação dos compostos separados (SAIFUTDINOV, PARKHOMENKO, 1998; SAIFUTDINOV et al., 1999; SAIFUTDINOV et al., 2003). Na Figura 2.11 é apresentada a representação esquemática dos tubos da tecnologia Linas.

Figura 2.11 - Representação esquemática dos tubos da tecnologia Linas.



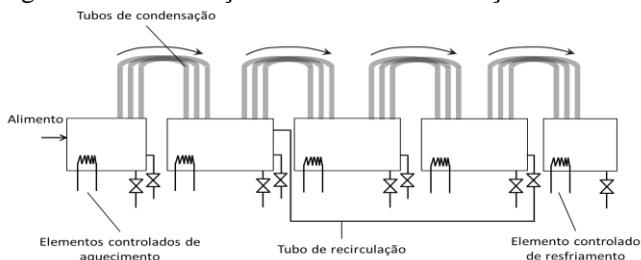
Fonte: Adaptado de ZAO-Linas Techno, 1999.

Esta tecnologia está baseada na destilação por filme, e tem velocidade do vapor na ordem de  $1 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$ . Os processos de troca de calor e massa são interrompidos quando há velocidades elevadas de vapor ascendente no comprimento das superfícies verticais. Atualmente, a tecnologia Linas possui aproximadamente 33 projetos industriais em refino do petróleo (ZAO-LINAS TECHNO, 1999).

#### 2.2.2.5.2 Destilação horizontal

O processo de destilação horizontal ocorre por uma série de tanques interconectados por tubos de condensação. Nesses tubos ocorre o princípio da destilação com transferência de calor controlada em cada estágio. Os condensadores são formados por tubos ascendentes e descendentes, o líquido condensado desce pela ação da gravidade, e é armazenado em um tanque na parte inferior do tubo. Em cada tanque em série pode conter aquecimento (enriquecer o produto final) ou resfriamento. Para condensar o vapor remanescente da série existe um condensador no último tanque (ARRISON, 2002). Na Figura 2.12 é apresentado detalhe dos tubos e a disposição dos tanques em série consistindo na unidade.

Figura 2.12 - Ilustração de coluna de destilação horizontal.



Fonte: Adaptado de Arrison (2002).

Katayama, Kobayashi e Mizutani (2000) e Katayama, Kobayashi e Ishikawa (2001) implementaram uma coluna de destilação horizontal visando a separação hexano-heptano com sistema rotatório, apresentando valores de queda de pressão equivalentes a um quinto das apresentadas em colunas convencionais. Kim, Chun e Kim (2013) separaram mistura metanol-n-propanol obtendo uma economia energética de mais do 20% e pureza do 89% molar de metanol.

#### 2.2.2.5.3 Destilação molecular

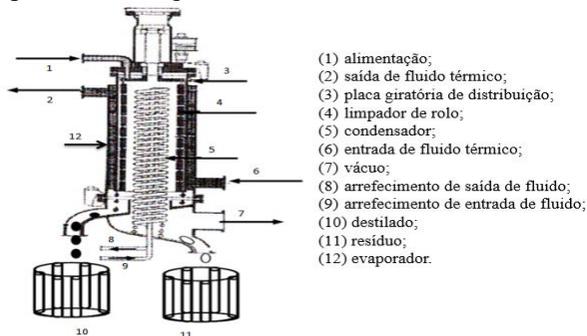
A destilação molecular pode ser denominada como destilação de passo curto (*short path distillation*), apresentando-se como o método mais seguro para separar e purificar compostos instáveis termicamente e substâncias com baixa volatilidade relativa. Em comparação com a destilação convencional, o processo apresenta vantagens como baixa temperatura de funcionamento devido ao alto vácuo ( $10^{-1}$ -10 Pa), curto tempo de residência (1-10 s), curta distância entre o evaporador e o condensador (10-50 mm). A transferência de massa é livre pela ausência de colisão das moléculas e assim a unidade tem uma maior capacidade de separação. O atual interesse no processo é devido às suas vantagens e sua aplicabilidade em diversas indústrias (cosméticos, alimentos, farmacêutica e petroquímica) para a recuperação, purificação e concentração de substâncias de elevado valor agregado (HU et al., 2013; BLAHUSIAK, SCHLOSSER e CVENGROS, 2012; TELEKEN et al. 2012).

Oterhals, Kvamm e Berntssen (2010) descreveram que o tempo de permanência foi obtido por meio da formação de um filme líquido sobre um cilindro vertical (evaporador de filme descendente). Segundo Batistella (1999); Batistella, Maciel, Maciel Filho (2000) e Fregolente et

al. (2007) basicamente, existem dois tipos de destiladores moleculares: destiladores de filme descendente e centrífugos. Em ambos os modelos, o princípio de separação é o vácuo, permitindo que as moléculas evaporem a partir do evaporador para o condensador, e a formação de um filme de líquido, que promove uma eficiente transferência de calor e massa. A força gravitacional é utilizada como força motriz para o deslocamento do filme, que promove um filme fino sobre a evaporação do cilindro (evaporador), geralmente com um elemento de limpeza que mistura e distribui o líquido sobre a superfície do evaporador. Já destiladores centrífugos usam a força centrífuga para causar esse filme fino. O destilador ilustrado na Figura 2.13 foi desenvolvido por Liñan (2012) para promover a separação de resíduo da coluna de destilação atmosférica com temperatura de 400 °C de petróleo bruto Gamma + Sigma.

Destilação de filme descendente pode ser considerada um caso particular de evaporação, quando ocorre em pressões extremamente baixas, de modo que o efeito do vapor gerado sobre o líquido praticamente não influencia a taxa e o fator de separação da evaporação. Para tanto, as superfícies de evaporação e de condensação devem estar separadas entre si a uma distância da ordem de grandeza do percurso livre médio das moléculas evaporadas, ou seja, as moléculas evaporadas atingem o condensador facilmente, uma vez que encontrarão um percurso relativamente desobstruído (HICKMAN, 1943).

Figura 2.13 - Esquema de destilador molecular de filme descendente.



Fonte: Liñan (2012).

De acordo com Batistella (1996) e conforme citado por Teleken (2013), existem diversos tipos de evaporadores: descontínuo, de conversão natural, película ascendente, película descendente, película

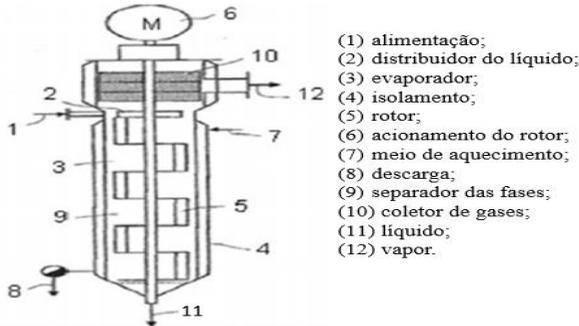
agitada, circulação forçada, serpentina rotativa e múltiplos efeitos, conforme é apresentado na Tabela 2.2.

Tabela 2.2 - Modelos de evaporadores.

Tipos de evaporadores	Características
Descontínuos	O produto se aquece em um recipiente esférico, envolto por uma camisa de vapor; Área de transferência de calor é muito baixa; Tempo de residência do produto é de algumas horas.
Conversão natural	O produto é aquecido e sobe por meio dos tubos por convecção natural e o vapor condensa pelo exterior dos tubos.
Película ascendente	Alcança elevados coeficientes de transferência de calor; O tempo de residência é de 3-4 segundos.
Película descendente	Desenvolvem uma fina película de líquido, dentro de tubos verticais, que desce por gravidade; O tempo de residência é da ordem de 20-30 segundos.
Película agitada	A configuração cilíndrica do sistema produz pequenas áreas de transferência de calor por unidade de volume de produto;
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.
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.
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.

Stroefler et al. (2007) propôs um evaporador por filme líquido descendente para separação de misturas líquidas, e realizou a separação de polioximetileno glicol em um evaporador com 3 m de altura e 50 mm de diâmetro interno (Figura 2.14). As 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.

Figura 2.14 - Representação esquemática de evaporador por filme descendente.



Fonte: Stroofer et al. (2007).

### 2.2.3 Coluna de filme descendente a pressão atmosférica assistida por termosifão bifásico

Agregando diversas tecnologias já apresentadas, o grupo de pesquisa DESTUBCAL - Desenvolvimento de tecnologia de destilação por tubo de calor - vem avaliando a potencialidade de uma unidade de filme descendente operando a pressão atmosférica e com fornecimento de energia a partir de uma câmara de vapor (termossifão). A proposta de aquecimento integral ao longo do comprimento de uma unidade de destilação conta com parceria entre pesquisadores do LCP (Laboratório de Controle e Processos de Polimerização) com os do Labtucal (Laboratório de Tubos de Calor), ambos desta universidade e contou com o apoio da Petrobras.

O projeto envolve a separação de diferentes misturas (etanol-água; TEG-água; MEG-água e derivados de petróleo) por meio de uma coluna de destilação unitubular de filme descendente (um tubo de destilação, aquecido por meio de uma câmara de vapor) e uma coluna de destilação multitubular de filme descendente (nove tubos de destilação, aquecido por meio de uma câmara de vapor). A separação da mistura ocorre por meio da formação de filme líquido ao longo desse tubo de destilação (com espessura de 3 mm, diâmetro interno de 26 mm e altura de 1 m) ocorrendo assim a separação da fase líquida e vapor. A câmara de vapor pode operar na condição isotérmica (temperaturas ao longo do tubo de destilação são mantidas constantes) ou na condição perfil (apresenta um delta de temperatura, da parte inferior para superior do tubo de destilação, de 10 °C). Adiante é dado ênfase aos trabalhos dos

pesquisadores do projeto, trabalhos estes que foram desenvolvidos utilizando apenas a unidade unitubular. A utilização da unidade multitubular é uma inovação do presente trabalho.

Tavares (2010) estudou a parte teórica e experimental de um sistema de controle térmico para unidade de destilação de filme descendente unitubular assistida por uma câmara de vapor, com intuito de obter um perfil de temperatura. O mesmo apresentou um modelo matemático simplificado, baseado na equação da difusão mássica entre espécies químicas envolvidas. Em seus resultados experimentais bem como os resultados analíticos, indicaram que foi possível obter um perfil de temperatura ao longo da câmara de vapor, com a inserção de ar como gás não condensáveis.

Teleken (2013) estudou a parte fluidodinâmica e avaliação da eficiência do sistema de distribuição de alimentação sobre o processo de destilação por filme descendente unitubular, bem como avaliação da eficiência deste sobre o processo de destilação com dois perfis de temperatura distintos, isotérmico e não isotérmico (perfil), na superfície de evaporação utilizando-se fluidodinâmica computacional (CFD) e dados experimentais. Os resultados obtidos demonstraram a eficiência e viabilidade de utilização do SDA (Sistema de Distribuição de Alimentação) desenvolvido sobre a capacidade de separação da unidade de destilação por filme líquido descendente, e que o modelo tridimensional proposto foi capaz de prever os resultados de separação da unidade com erro relativo máximo de 10%.

No estudo de Parisotto (2013), avaliou-se a viabilidade energética e redução de dimensões com a utilização de coluna de destilação por filme descendente unitubular a pressão atmosférica assistida por câmara de vapor em substituição às colunas de destilação convencionais. Os experimentos foram conduzidos de duas formas distintas de operação, uma isotérmica onde a temperatura da câmara externa permanece constante durante o processo e outra com perfil de temperatura ao longo da câmara, utilizando a mistura etanol-água. Os resultados permitiram concluir que a câmara operando com perfil leva a resultados melhores, obtendo concentração de etanol no destilado em torno de 14% maior, e também concluiu que processo de destilação de filme viabiliza a redução das dimensões, visto que 1 m de tubo de destilação realizou a mesma separação que sete estágios de uma coluna convencional (aproximadamente 1,70 m), em concentração de etanol.

Peruzzo (2013) estudou a avaliação de separação da mistura Trietilenoglicol-água (TEG-água) utilizando dois sistemas de destilação distintos: convencional e por filme descendente unitubular. Demonstrou

que a destilação de filme apresentou maior eficiência de separação da mistura com uma pureza do destilado 97,63%, e que houve uma redução 38,40% do consumo de energia para a coluna de filme descendente assistida por tubos de calor.

Pires (2016) avaliou a separação da mistura Monoetilenoglicol-água (MEG-água) com 66% de MEG em coluna de destilação de filme descendente unitubular. O seu melhor resultado obtido apresentou uma fração mássica de 88,6% de MEG na corrente de base, e também um menor requerimento energético (redução em torno de 22,56%).

Na Tabela 2.3 é apresentado resumo das contribuições dos pesquisadores ao longo deste projeto.

Tabela 2.3 - Contribuições no desenvolvimento da destilação de filme descendente assistida por termossifão do grupo de pesquisa DESTUBCAL/UFSC.

Referência	Contribuições
Tavares (2010)	Análise térmica de uma câmara de vapor com vistas a aplicação em unidades de destilação;
Teleken (2013)	Modelagem matemática e análise fluidodinâmica do processo de destilação por filme líquido descendente;
Parisotto (2013)	Destilação por película para misturas binárias;
Peruzzo (2013)	Avaliação da desidratação de Trietilenoglicol por meio do Processo de destilação por filme descendente;
Pires (2016)	Recuperação de Monoetilenoglicol em coluna de destilação de película descendente;
Tavares (2017)	Condensação em cavidades considerando convecção natural difusiva e dupla na presença de gases não condensáveis;
Parra (2017)	Estudo energético da configuração em série de Colunas de destilação por filme descendente.

Todos os estudos realizados até o presente momento focaram-se na avaliação de misturas binárias utilizando-se apenas um tubo de destilação. Nenhuma mistura contendo componentes aromáticos ou com pontos de ebulição próximos foi testada de forma a verificar se o fornecimento de energia integral ao longo do comprimento da unidade poderia facilitar a separação de tais misturas. Conforme apresentado por Marangoni (2005), a dinâmica de uma unidade é mais rápida quando

existe a distribuição de calor ao longo da unidade permitindo a alteração das vazões de líquido e vapor ao longo de uma unidade convencional. Dessa forma, uma unidade intensificada energeticamente como a proposta poderia ser um diferencial para a separação de misturas contendo componentes aromáticos.

Ainda, conforme discutido por Pires (2016), a unidade proposta possui capacidade de separação, porém é limitada do ponto de vista de produção devido ao processamento de baixas vazões. Uma alternativa para minimizar esta desvantagem consiste na proposição de uma unidade com vários tubos de destilação cujo fornecimento de calor é provido por uma câmara de vapor envolvendo tais tubos.

#### **2.2.4 Separação de compostos aromáticos em destilação não convencional**

Avila et al. (2017) estudaram uma DWC em comparação a uma coluna de destilação convencional para mistura de BTX. Os resultados mostraram que a coluna de DWC foi mais eficiente em termos energéticos apresentando economia de 24,5% em relação ao processo de destilação convencional. Empregando o *Aspen Hysys* como ferramenta computacional, Kim (2015) propôs dois tipos de coluna de DWC com finalidade de comparar com os sistemas de destilação convencionais. Os resultados de simulação do DWC proposto indicaram uma economia energética de 8,5% e 9,1% em aquecimento e resfriamento, respectivamente, para separação de uma mistura de BTX. Lee, Kim e Hwang (2004) estudaram a substituição de duas colunas convencionais por uma coluna Petlyuk para uma mistura com 18 componentes (incluindo BTX). O desempenho foi comparado com um processo convencional, que se obteve uma redução energética de 13% e os custos de investimento de 4%.

Kiss et al. (2013) propuseram vários estudos de energia em relação a coluna DWC, a fim de reduzir o número de unidades de destilação convencional e os custos energéticos, na separação de compostos aromáticos (BTX). Os resultados mostraram, em comparação com uma sequência direta convencional, que a configuração de duas colunas DWC reduziram os consumos energéticos em 14% e o número total de estágios em 20%.

Premkumar e Rangaiah (2009) investigaram o potencial de adaptação de sistemas convencionais de duas colunas em operação para separar misturas ternárias (BTX) para coluna DWC. Os resultados mostraram que a adaptação dos sistemas de duas colunas existentes para

DWC foi muito mais atraente tanto economicamente bem como energeticamente, com a utilização da ferramenta computacional o *Aspen Hysys*.

Os estudos citados mostram que existe uma melhora, seja a redução energética, diminuição do número de pratos ou diminuição nos custos utilizando os processos não convencionais em relação aos processos convencionais. Tais pesquisas demonstram que é interessante a separação de compostos aromáticos em colunas de destilação por meio de processos não convencionais.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são descritos materiais e métodos experimentais deste trabalho. São apresentadas duas unidades de destilação de filme descendente: unitubular (um tubo de destilação) e multitubular (nove tubos de destilação), ambas assistidas com termossifão.

As unidades utilizadas nesta pesquisa se encontram instaladas no Laboratório de Controle e Processos de Polimerização - LCP, do Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos da UFSC. Foram projetadas em parceria com o Laboratório de Tubos de Calor - LABTUCAL do Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC, resultado de um projeto executado com financiamento do CENPES/PETROBRAS.

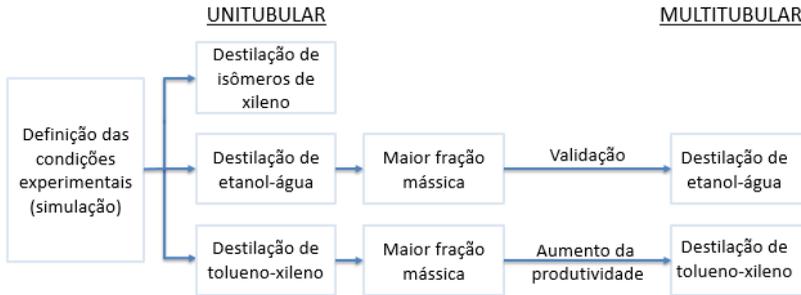
Nas unidades experimentais unitubular e multitubular, o processo de destilação ocorre em regime contínuo por meio de um filme descendente que flui sobre a superfície interna do tubo vertical denominado tubo de destilação. O filme de líquido escoar em contracorrente com o vapor gerado a uma determinada pressão e temperatura, enquanto a parede do tubo é mantida radialmente a uma temperatura definida por meio da câmara de vapor (termossifão).

Na Figura 3.1 é apresentado um fluxograma de atividades desenvolvidas ao longo deste trabalho. Com o intuito de estudar a separação de aromáticos, duas alimentações foram avaliadas: isômeros de xileno e a mistura de tolueno e xileno. A unidade unitubular foi utilizada para avaliação do comportamento do processo e estudo dos fenômenos envolvidos na separação deste tipo de mistura. Em seguida a unidade multitubular proposta foi avaliada. Para tanto, uma mistura de etanol e água foi utilizada para investigar as diferenças existentes entre as unidades unitubular e multitubular, uma vez que esta mistura tem o comportamento já bem estabelecido por estudos anteriores na unidade unitubular. Por esta razão, esta etapa é denominada aqui neste trabalho de validação. Por fim, dentro do escopo de estudar a separação de aromáticos, a mistura de tolueno e xileno foi utilizada para avaliar a produtividade da unidade multitubular.

A definição das condições experimentais para a realização dos experimentos foi realizada por simulação, com auxílio da ferramenta computacional *Aspen Hysys*. A partir desta atividade determinou-se temperatura de alimentação e de evaporação, uma vez que a vazão de alimentação e a composição foram especificadas. As pesquisas anteriores nesta unidade demonstraram que as duas variáveis definidas

para avaliar o comportamento são as que mais influenciam, justificando assim esta definição.

Figura 3.1 - Fluxograma de atividades desenvolvidas neste trabalho.



### 3.1 DESCRIÇÃO DA UNIDADE

A definição do projeto da unidade de destilação de filme descendente baseou-se na área de transferência de calor e massa para separação da mistura a ser destilada e do compromisso entre altura e diâmetro do tubo de destilação. Para isso foi utilizado como base de cálculo o projeto de uma planta piloto de destilação convencional com aquecimento distribuído (MARANGONI, 2005). A partir dos dados desta unidade, a área efetiva de troca de calor e massa para o processo de destilação da coluna foi calculada para a separação da mistura etanol-água. Em Teleken (2013) é apresentada a descrição detalhada do projeto da unidade piloto de filme descendente unitubular, uma vez a unidade multitubular foi utilizada de forma inédita neste trabalho.

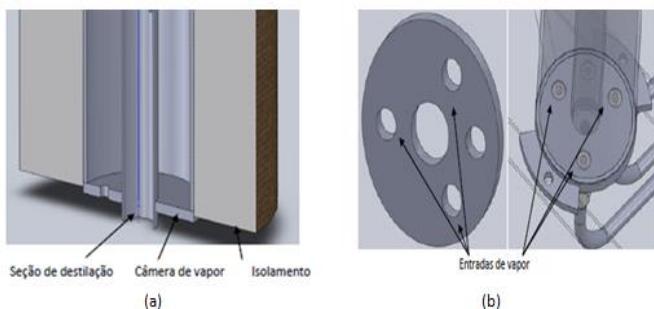
#### 3.1.1 Unidade piloto unitubular

A unidade de filme descendente é constituída pelo tubo ou coluna de destilação, tanque pulmão, tanque de mistura, tanque acumulador, condensador e termossifão. É composta por dois cilindros concêntricos, a câmara de vapor (parte externa) e tubo de destilação (parte interna), conforme pode ser visualizado na Figura 3.2. A câmara de vapor pode ser mantida a temperatura constante ao longo de toda a altura da unidade (denominada condição isotérmica) ou impondo uma diferença de temperatura axialmente (denominado perfil). Para a condição isotérmica, vácuo é realizado na câmara de vapor. Para a condição de perfil, o valor de 33 kPa de pressão é imposto na câmara,

obtendo-se assim uma diferença de temperatura entre a parte inferior e superior desta devido a presença de gás não condensável. Este valor foi definido pelo grupo de pesquisa em experimentos anteriores para destilação da mistura etanol-água, permitindo assim a formação de um gradiente de temperatura de aproximadamente 10 °C ao longo da câmara de vapor.

Os tanques pulmão, mistura e acumulador possuem capacidade de 60 L, 60 L e 10 L, respectivamente. O tanque acumulador recebe o destilado, no qual é misturado com a corrente de base no tanque de mistura, que alimenta o tanque pulmão. Dessa forma, flutuações devido a separação dos componentes e sua mistura são amenizadas para promover a alimentação da unidade de modo contínuo. Assim, a unidade permite operar em regime contínuo e para tanto existe um tanque pulmão, onde é produzida a alimentação do processo.

Figura 3.2 - Ilustração da parte interna da coluna de destilação (a) e dos orifícios de entrada do sistema termossifão (b).



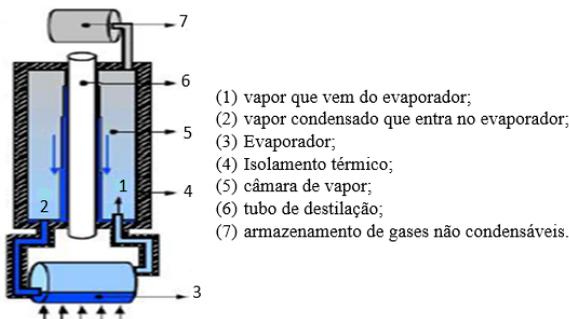
O tubo de destilação é construído em aço inox 304, com espessura de 3 mm, diâmetro interno de 26 mm e altura de 1 m. A corrente de alimentação foi aquecida por um trocador de calor e alimentada na parte superior do tubo de destilação por meio de um aparato no formato de um cone, que tem a função de distribuir a alimentação, além de 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 ascendia internamente. Assim, no tubo ocorre o filme sobre a superfície vertical com a finalidade de separação da mistura.

A câmara de vapor é aquecida por meio do sistema de evaporação por termossifão, no qual fornece calor para o tubo. Conforme descrito por Mantelli, Barbosa e Borges (2010), o termossifão

consiste de um tubo metálico oco, podendo haver três regiões distintas: evaporador, região adiabática e condensador. Na região do evaporador o calor é fornecido ao tubo, vaporizando o fluido contido nesta região. O vapor gerado se desloca devido a diferenças de pressão para regiões mais frias do tubo. No condensador, onde o calor transportado é rejeitado, o vapor se condensa e o condensado é transportado de volta ao evaporador, fechando o ciclo. A região adiabática, que pode apresentar dimensão variável (sendo inexistente em alguns casos) está localizada entre o evaporador e o condensador, sendo isolada do meio externo. No caso de termossifões, o fluido condensado retorna para o evaporador por efeito da gravidade, e no caso de tubos de calor, o retorno é realizado por meio do efeito de bombeamento capilar, resultante do escoamento do fluido por um meio poroso, o qual, na maioria dos casos, reveste a parede interna dos tubos. Assim, para que não ocorra secagem do fluido de trabalho no evaporador, este deve estar sempre localizado abaixo do condensador. Na Figura 3.3 pode-se visualizar este ciclo.

O fornecimento de calor foi realizado por meio do termossifão empregando-se um evaporador que utiliza água como fluido térmico. O evaporador é constituído por resistências de 9600 W (unidade unitubular) e produz o vapor d'água que ascende para a câmara de vapor. Na Figura 3.2(b) pode-se visualizar as entradas da câmara de vapor, por meio de orifícios onde transporta-se o vapor de água do evaporador em direção a câmara de vapor. O calor de condensação deste vapor d'água na câmara de vapor é transferido para o tubo de destilação, aquecendo o mesmo.

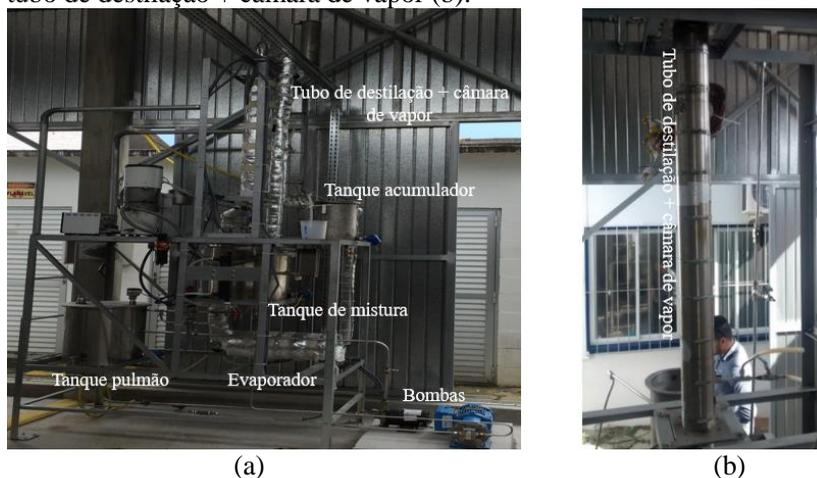
Figura 3.3 - Ilustração do funcionamento da unidade de destilação.



Por fim, a temperatura da alimentação foi controlada fazendo-se uso de um banho termostático. Dez termopares foram fixados a cada 10 cm ao longo da câmara (denominados  $T_1$  até  $T_{10}$  da parte inferior para a superior).

Na Figura 3.4 é apresentada uma visão geral da estrutura da unidade de filme descendente unitubular.

Figura 3.4 - Estrutura geral da unidade unitubular (a) e em detalhe o tubo de destilação + câmara de vapor (b).



### 3.1.2 Unidade piloto multitubular

A unidade multitubular foi construída seguindo os mesmos moldes da unidade unitubular. As duas apresentam um filme descendente a pressão atmosférica assistida pelo temossifão bifásico. As diferenças foram: i) a energia necessária total para funcionamento das unidades: unitubular com 9600 W e multitubular com 36000 W; ii) a vazão de destilado, a unidade multitubular apresenta uma vazão de destilado de nove vezes a vazão de destilado da unidade unitubular, iii) a câmara de vapor forneceu calor para os nove tubos de destilação, enquanto que para unidade unitubular a câmara de vapor forneceu calor para um único tubo de destilação e iv) o sistema de alimentação da multitubular precisou ser ajustado para que todos os tubos de destilação fossem alimentados igualmente, mas seguindo o mesmo molde da alimentação unitubular. As descrição apresentadas no item 3.1.1 em relação a unidade piloto unitubular também foram ajustadas para

unidade piloto multitubular. Os tanques, trocador de calor e o sistema de aquisição de dados foram utilizados para as duas unidades, ou seja, quando uma das unidades forem ligadas a outra permanece desligada.

A alimentação da multitubular foi realizada por meio de duas entradas (Figura 3.5e) na parte superior da unidade, testes preliminares foram realizados antes do fechamento da parte superior da unidade, a fim de evitar a formação de pontos preferências. Como já foi citado anteriormente, a separação da mistura ocorre por meio da formação do filme, da mesma maneira com a unidade unitubular.

Nas Figuras 3.5 e 3.6 é apresentada a unidade multitubular, no qual a alimentação ocorreu na parte superior do tubo de destilação passando na parte externa dos cones (cada tudo de destilação tem um cone na parte superior do tubo), enquanto que o vapor formado da mistura utilizada passa por meio da parte interna do cone.

Figura 3.5 - Ilustração da coluna de destilação de filme descendente multitubular.

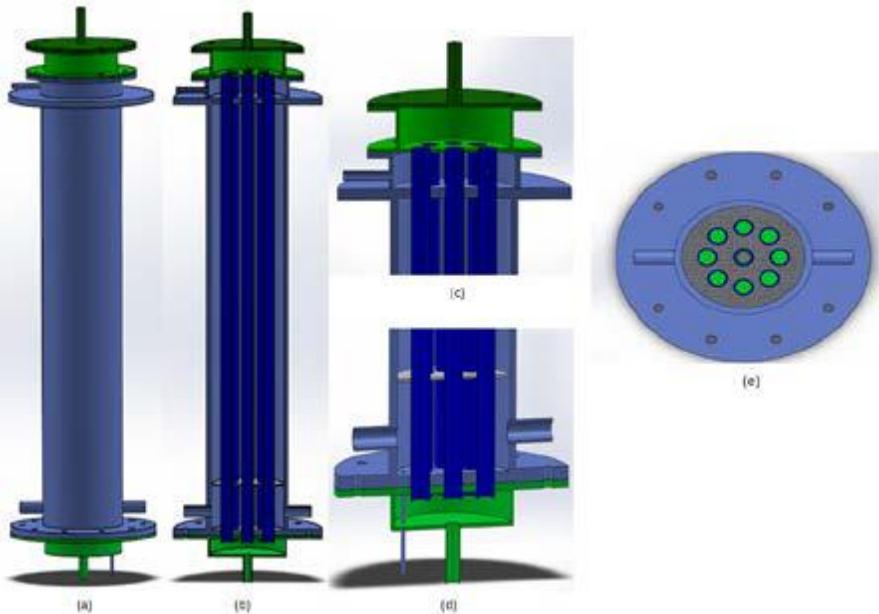


Figura 3.6 - Estrutura geral da unidade multitubular (a) e em detalhe o tubo de destilação + câmara de vapor (b).



### 3.1.3 Sensores de temperatura, pressão e aquisição de dados

As unidades apresentam-se instrumentadas com termopares do tipo K (ligas metálicas de Níquel-Cromo e Níquel-Alumínio) da marca Omega®, modelo TT-K-36. Foram utilizados sensores de pressão no destilado e corrente de base do tubo de destilação. Possuem um sistema para aquisição, cujos dados de temperatura do processo de destilação são enviados a um programa para aquisição - LoggerNet, os sinais são captados por um sistema de aquisição de dados da *Campbell Scientific* (modelo CR1000, combinado com multiplexador AM25T), que envia para um computador para posterior tratamento dos dados.

## 3.2 TESTES EXPERIMENTAIS

As amostras obtidas nos ensaios experimentais da separação de compostos aromáticos e isômeros de xileno foram caracterizadas por cromatografia gasosa (CG). As amostras da separação de etanol-água foram analisadas por meio da massa específica.

Os solventes utilizados para caracterização das amostras foram: álcool metílico com pureza de 99,80% fornecido por NEON (São Paulo, Brasil), xileno com pureza de 98,50% fornecido por SYNTH (São Paulo, Brasil), padrão de isômeros (meta-xileno, para-xileno, orto-xileno e etil-benzeno) com pureza  $\geq 99,50\%$  fornecido por SIGMA - ALDRICH (Darmstadt, Germany) e tolueno com pureza de 99,90% fornecido por DINÂMICA (São Paulo, Brasil).

Para a injeção das amostras foi utilizado um injetor automático (AOC-20i, Shimadzu, Japão). O volume de amostra injetada foi de 0,5 mL, mantido a 250 °C, com divisão de fluxo (split) na razão de 1:20. No cromatógrafo foi utilizada uma coluna capilar de sílica fundida DB-5 composta por (5%-Phenyl)-methylpolysiloxane da Agilent medindo 30 m comprimento, 0,25 mm d.i e 0,25  $\mu\text{m}$  espessura de filme, (Restek, Estados Unidos), e o hélio 5.0 analítico (White Martins, Brasil) como gás de arraste. A temperatura da coluna foi mantida em 40 °C (5 min); rampa com taxa de 10 °C $\cdot\text{min}^{-1}$  até a temperatura de 230 °C, seguido de taxa de aquecimento de 20 °C $\cdot\text{min}^{-1}$  até 280 °C onde permaneceu em isoterma por 1 min. O tempo total de análise foi de 27,50 min. A curva de calibração foi construída com a diluição das amostras em álcool metílico, com concentrações de 0 a 100% em triplicatas. A concentração dos compostos foi calculada utilizando as áreas dos picos de cada composto obtidos no cromatograma e a equação da curva de calibração dos padrões de referência.

### 3.2.1 Unidade unitubular

#### 3.2.1.1 Experimentos com isômeros de xileno

Os testes experimentais realizados na unidade unitubular com a mistura de isômeros de xilenos tiveram suas condições operacionais definidas por meio de simulações preliminares. Nesta, a separação de uma mistura de mesma composição foi realizada em uma unidade convencional considerando a vazão proposta para unidade de filme descendente. Para tanto, projetou-se uma coluna de destilação capaz de separar tal mistura, utilizando-se o método *shortcut* da ferramenta

computacional *Aspen Hysys* (8.6). Em seguida, uma simulação rigorosa foi conduzida para obter maior detalhamento do processo como qualidade de separação, energia empregada, vazão de destilado e vazão de base. Tanto para o método *shortcut* quanto para o rigoroso empregou-se o *Peng - Robinson* como pacote termodinâmico.

Na simulação com a mistura de isômeros de xileno foram utilizados na alimentação os seguintes compostos: para-xileno, meta-xileno, orto-xileno e etil-benzeno com 6%; 52%; 25% e 17% em massa, respectivamente. Também a partir destas simulações foram definidas três variáveis de operação: temperatura de alimentação ( $T_a$ ), temperatura do evaporador ( $T_e$ ) e vazão de alimentação ( $Q_a$ ). Um resumo das condições experimentais empregadas é apresentado na Tabela 3.1.

As vazões de alimentação foram definidas a partir da limitação imposta pela unidade, ou seja, testes foram realizados para verificar o mínimo possível de operação sem rompimento da película para a separação da mistura em questão. Os valores de ( $15$  e  $24 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ ) foram utilizados.

Os resultados obtidos das simulações indicaram o valor de temperatura do refeedor para uma coluna convencional como sendo de  $143 \text{ }^\circ\text{C}$ . Assim, para os testes experimentais na coluna de filme, foram definidos os valores da temperatura do evaporador como sendo  $146 \text{ }^\circ\text{C}$ , condição próxima a definida pela simulação correspondente à separação de orto-xileno dos demais isômeros, e  $156 \text{ }^\circ\text{C}$ , uma condição mais aquecida. Testes preliminares indicaram que temperaturas menores que  $146 \text{ }^\circ\text{C}$  não permitiram a formação de destilado na unidade.

Por fim, para a temperatura de alimentação, utilizaram-se os valores de  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ , temperaturas estas abaixo da temperatura de bolha da mistura de isômeros de xileno ( $139,5 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Menores temperaturas de alimentação que a temperatura de bolha apresentaram elevados teores de fração mássica, conforme já foram testadas em experimentos anteriores na unidade unitubular.

Tabela 3.1 - Condições experimentais para separação de orto-xileno.

Câmara	$T_a$ ( $^\circ\text{C}$ )	$T_e$ ( $^\circ\text{C}$ )	$Q_a$ ( $\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$ )
Isotérmico	80 e 100	146 e 156	15 e 24
Perfil	80 e 100	146 e 156	15 e 24

$T_a$  - temperatura de alimentação;  $T_e$  - temperatura do evaporador e  $Q_a$  - vazão de alimentação.

A composição empregada na etapa experimental foi semelhante a utilizada na simulação. Para cada condição apresentada na Tabela 3.1 foram coletadas triplicatas de amostras de destilado e de base.

## 3.2.1.2 Experimentos com a mistura tolueno-xileno

O mesmo procedimento para definição das condições experimentais que o descrito anteriormente foi aplicado para a mistura tolueno-xileno. Foram utilizados os compostos tolueno, para-xileno, meta-xileno, orto-xileno e etil-benzeno com 43%; 4%; 29%; 13% e 11% em massa, respectivamente na pressão atmosférica. Também foram definidas três variáveis de operação para estudar experimentalmente: temperatura de alimentação, temperatura do evaporador e vazão de alimentação.

Na Tabela 3.2 é apresentada as condições experimentais empregadas nos testes da unidade unitubular. As definições de valores destas variáveis seguiram o mesmo procedimento que já descrito para a mistura de isômeros de xilenos. A composição empregada na etapa experimental foi semelhante a utilizada na simulação. Para cada condição da Tabela 3.2 foram coletadas triplicatas de amostras de destilado e de base.

Tabela 3.2 - Condições experimentais para separação de tolueno.

<b>Câmara</b>	<b>T<sub>a</sub> (°C)</b>	<b>T<sub>e</sub> (°C)</b>	<b>Q<sub>a</sub> (kg · h<sup>-1</sup>)</b>
Isotérmico	100 e 120	130 e 140	15 e 24
Perfil	100 e 120	130 e 140	15 e 24

T<sub>a</sub> - temperatura de alimentação; T<sub>e</sub> - temperatura do evaporador e Q<sub>a</sub> - vazão de alimentação.

Os resultados obtidos das simulações indicaram o valor de temperatura do refeedor para uma coluna convencional como sendo de 123 °C. Assim, para os testes experimentais na coluna de filme, foram definidos os valores da temperatura do evaporador como sendo 130 °C, condição próxima da simulação correspondente à separação de tolueno, e 140 °C, uma condição mais aquecida. Testes preliminares indicaram que temperaturas menores que 130 °C não favoreceram a formação de destilado na unidade.

Por fim, para a temperatura de alimentação, utilizaram-se os valores de 100 °C e 120 °C, temperaturas estas abaixo da temperatura de bolha da mistura tolueno-xileno (123,5 °C). Menores temperaturas de alimentação que a temperatura de bolha apresentaram elevados teores de fração mássica, conforme já foram testadas em experimentos anteriores na unidade unitubular.

Como ferramenta auxiliar para avaliação dos resultados, os experimentos foram organizados em função de uma matriz de planejamento experimental foram codificados de acordo com as

condições estudadas, e portanto a relação entre estas e o número dos experimentos são apresentados na Tabela 3.3 quando a câmara operou isotermicamente. Os mesmos experimentos foram realizados quando câmara operou em condição perfil. Os ensaios obedeceram a um planejamento fatorial  $2^3$ , sendo as variáveis dependentes: temperatura de alimentação, temperatura do evaporador e vazão de alimentação e em dois níveis. Assim, um planejamento fatorial completo gerou oito condições de operação. A variável de resposta analisada foi a fração mássica tolueno no destilado.

Tabela 3.3 - Condições estabelecidas no planejamento fatorial para os testes da mistura tolueno-xileno.

Experimentos	$T_e$ (°C)	$Q_a$ (kg · h <sup>-1</sup> )	$T_a$ (°C)
1	130 (-1)	15 (-1)	100 (-1)
2	140 (1)	15 (-1)	100 (-1)
3	130 (-1)	24 (1)	100 (-1)
4	140 (1)	24 (1)	100 (-1)
5	130 (-1)	15 (-1)	120 (1)
6	140 (1)	15 (-1)	120 (1)
7	130 (-1)	24 (1)	120 (1)
8	140 (1)	24 (1)	120 (1)

$T_a$  - temperatura de alimentação;  $T_e$  - temperatura do evaporador e  $Q_a$  - vazão de alimentação.

Os dados experimentais foram avaliados com auxílio do *statistics software*, e em cada resposta estudada foi considerado o nível de confiança de 95%. Para visualização dos efeitos de cada resposta, diagramas de Pareto foram construídos e analisados e também foi realizada uma análise da superfície de resposta.

### 3.2.2 Unidade multitubular

#### 3.2.2.1 Teste de validação

Os testes de validação da unidade multitubular foram realizados com o intuito de averiguar o comportamento da unidade multitubular em relação a unitubular. Também foram avaliados aspectos como o aumento de produtividade, a eficiência energética e a pureza do destilado. A mistura utilizada foi etanol-água (10% etanol e 90% de água), mistura esta que vem sendo utilizada como referencial para a unidade unitubular. Na Tabela 3.4 é apresentado as condições operacionais que foram utilizadas para os experimentos tanto na unidade

unitubular quanto para unidade multitubular. Estas condições correspondem àquelas já testadas no grupo de pesquisa e que apresentaram maiores resultados de fração mássica de etanol no destilado.

Para cada condição da Tabela 3.4 foram coletadas triplicatas de amostras de destilado e de base.

Tabela 3.4 - Condições experimentais para validação da unidade multitubular.

<b>Câmara</b>	<b>T<sub>a</sub> (°C)</b>	<b>T<sub>e</sub> (°C)</b>	<b>Q<sub>a</sub> (kg · h<sup>-1</sup>)</b>
Isotérmico	81 e 91	100	24 e 216
Perfil	81	110 e 117	24 e 216

T<sub>a</sub> - temperatura de alimentação; T<sub>e</sub> - temperatura do evaporador e Q<sub>a</sub> - vazão de alimentação.

### 3.2.2.2 Experimentos com a mistura tolueno-xileno

Os testes na unidade multitubular empregando mistura contendo aromáticos foram realizados com as condições experimentais que resultaram nos maiores valores de fração mássica de tolueno obtidos por meio do processo realizado na unidade unitubular, tanto para câmara operando na condição isotérmico bem como para condição perfil.

A composição de alimentação foi a mesma, ou seja tolueno, para-xileno, meta-xileno, orto-xileno e etil-benzeno com 43%; 4%; 29%; 13% e 11% em massa, respectivamente com pressão atmosférica.

Como a unidade possui nove tubos de destilação, a vazão de alimentação individual aplicada foi de 24 kg · h<sup>-1</sup> para cada tubo de destilação, obtendo assim uma vazão total de alimentação em toda a unidade de 216 kg · h<sup>-1</sup>. Este valor de vazão foi definido a partir do mínimo individual que a unidade multitubular pode permitir. Neste caso, limitações acerca da formação da película foram observadas para vazões menores em virtude do sistema de alimentação que deve atender nove tubos.

Os valores da temperatura do evaporador utilizados foram de 130 °C e 140 °C e temperatura de alimentação de 100 °C. Na Tabela 3.5 é apresentado as condições experimentais empregadas nos testes da unidade multitubular. Para cada condição da Tabela 3.5 foram coletadas triplicatas de amostras de destilado e de base.

Tabela 3.5 - Condições experimentais para separação de tolueno na unidade multitubular.

<b>Câmara</b>	<b>T<sub>a</sub> (°C)</b>	<b>T<sub>e</sub> (°C)</b>	<b>Q<sub>a</sub> (kg · h<sup>-1</sup>)</b>
Isotérmico	100	130 e 140	216
Perfil	100	130 e 140	216

T<sub>a</sub> - temperatura de alimentação; T<sub>e</sub> - temperatura do evaporador e Q<sub>a</sub> - vazão de alimentação.



## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Inicialmente é apresentado neste capítulo os resultados experimentais da separação da mistura isômeros de xileno na unidade unitubular. Posteriormente, são apresentados os resultados experimentais da separação da mistura tolueno-xileno na unidade unitubular e multitubular, bem como da validação com a mistura etanol-água na unidade multitubular em relação a unidade unitubular.

### 4.1 COLUNA DE DESTILAÇÃO DE FILME DESCENDENTE UNITUBULAR

#### 4.1.1 Separação de isômeros de xilenos

Nas Tabelas 4.1 e 4.2 são apresentados os resultados obtidos para a separação de isômeros de xileno quando a câmara de vapor operou em condição isotérmica e perfil, respectivamente. Como o orto-xileno é o componente que apresenta o maior ponto de ebulição dos demais isômeros, então em um contexto ideal esperava-se que o orto-xileno fosse recuperado totalmente como corrente de base da unidade de destilação.

Para os testes em isotérmico, o maior valor obtido de fração mássica de orto-xileno ( $X_{\text{orto-xileno b}}$ ) na corrente de base foi de 26,67%, para a condição VIII, ou seja, com vazão de alimentação ( $Q_a$ ), temperatura da alimentação ( $T_a$ ) e temperatura do evaporador ( $T_e$ ) de 24,50 kg · h<sup>-1</sup>, 100,40 °C e 157,50 °C, respectivamente. Este teste experimental representa a condição mais aquecida testada, resultando durante o experimento em uma pressão de 850 kPa, valor este que ficou acima da pressão de segurança estabelecida para operação (800 kPa).

Quando a câmara operou em condição perfil (Tabela 4.2) o maior valor obtido de fração mássica de orto-xileno ( $X_{\text{orto-xileno b}}$ ) na corrente de base foi de 26,40%, para a condição VIII com  $Q_a$ ,  $T_a$  e  $T_e$  de 24,04 kg · h<sup>-1</sup>, 99,70 °C e 156,30 °C, respectivamente.

Os resultados de fração mássica de orto-xileno para as condições isotérmico e perfil não apresentaram diferenças relevantes, tornando o comportamento da câmara de vapor isotérmico e perfil similares. Observa-se que não houve separação de orto-xileno. No entanto, pode-se estabelecer uma tendência, pois para as condições com maior potência e maior pressão, obteve-se maiores valores de fração mássica. Assim, para avaliar se ocorreria a separação de orto-xileno em uma unidade de destilação de filme descendente unitubular, a mesma

precisaria comportar uma pressão de segurança maior que 800 kPa, para que fosse fornecido mais energia (maior temperatura do evaporador), e assim novos testes pudessem ser realizados de forma a avaliar a separação.

Tabela 4.1 - Resultados obtidos para os testes quando a câmara de vapor operou em condição isotérmica para mistura de isômeros de xileno.

Condição	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
Condições de entrada								
Fração mássica de orto-xileno na alimentação = 25%								
T <sub>a</sub> (°C)	80,50 ± 0,26	80,32 ± 0,22	80,00 ± 0,12	80,10 ± 0,06	100,56 ± 0,32	100,60 ± 0,44	100,10 ± 0,33	100,40 ± 0,29
T <sub>c</sub> (°C)	147,00 ± 0,15	156,00 ± 0,18	147,30 ± 0,11	156,10 ± 0,21	146,10 ± 0,11	156,80 ± 0,19	146,80 ± 0,13	157,50 ± 0,17
Q <sub>a</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	15,24 ± 0,46	15,15 ± 0,80	24,23 ± 0,33	24,17 ± 0,53	15,07 ± 0,39	15,42 ± 0,80	24,06 ± 0,29	24,50 ± 0,52
Resultados								
Q <sub>b</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	11,62 ± 0,25	9,21 ± 0,75	20,54 ± 0,29	14,47 ± 0,62	10,25 ± 0,51	9,48 ± 0,63	18,72 ± 0,21	12,11 ± 0,52
Q <sub>t</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	3,62 ± 0,32	5,94 ± 0,65	3,69 ± 0,40	9,70 ± 0,65	4,82 ± 0,49	5,94 ± 0,69	5,34 ± 0,35	12,39 ± 0,52
T <sub>b</sub> (°C)	140,20 ± 0,11	143,00 ± 0,09	140,40 ± 0,11	143,30 ± 0,10	139,90 ± 0,15	144,80 ± 0,11	140,40 ± 0,11	145,40 ± 0,12
T <sub>t</sub> (°C)	136,50 ± 0,19	140,00 ± 0,16	137,00 ± 0,11	140,10 ± 0,13	136,60 ± 0,13	139,80 ± 0,10	137,10 ± 0,11	140,10 ± 0,16
T <sub>1</sub> (°C)	147,20 ± 0,15	140,00 ± 0,22	147,50 ± 0,12	156,50 ± 0,20	146,80 ± 0,15	157,00 ± 0,11	147,20 ± 0,20	158,00 ± 0,13
p (kPa)	700,00 ± 2,01	790,00 ± 2,30	710,00 ± 1,98	780,00 ± 1,98	680,00 ± 1,89	820,00 ± 2,56	700,00 ± 2,45	850,00 ± 2,00
P (W)	1104,00 ± 8,98	2592,00 ± 11,52	1584,00 ± 10,25	2592,00 ± 10,36	1152,00 ± 9,56	2592,00 ± 11,96	1315,20 ± 8,96	2688,00 ± 8,96
P <sub>mássica</sub> (W · kg <sup>-1</sup> )	72,44 ± 1,00	171,00 ± 1,89	65,38 ± 0,89	107,25 ± 1,00	76,46 ± 0,87	168,18 ± 1,23	54,65 ± 0,89	109,70 ± 1,11
X <sub>orto-xileno b</sub> (%)	25,37 ± 2,35	26,13 ± 1,65	25,46 ± 1,89	26,26 ± 1,25	25,13 ± 2,30	26,46 ± 1,56	25,57 ± 0,98	26,67 ± 0,56
X <sub>orto-xileno t</sub> (%)	22,93 ± 1,59	23,84 ± 1,56	23,78 ± 0,98	22,61 ± 0,68	22,56 ± 0,78	23,52 ± 0,77	23,40 ± 0,55	22,46 ± 0,85

T<sub>a</sub> - temperatura da alimentação; T<sub>b</sub> - temperatura da base; T<sub>t</sub> - temperatura do destilado; T<sub>1</sub> - temperatura inferior da câmara de vapor; p - pressão máxima da câmara de vapor; P - potência fornecida pelas resistências do evaporador da câmara de vapor; P<sub>mássica</sub> - potência em relação a vazão mássica da alimentação; Q<sub>b</sub> - vazão da base; Q<sub>t</sub> - vazão do destilado; Q<sub>a</sub> - vazão de alimentação; X<sub>orto-xileno b</sub> - fração mássica de orto-xileno na corrente de base; X<sub>orto-xileno t</sub> - fração mássica de orto-xileno no destilado.

Tabela 4.2 - Resultados obtidos para os testes quando a câmara de vapor operou em condição perfil para mistura de isômeros de xileno.

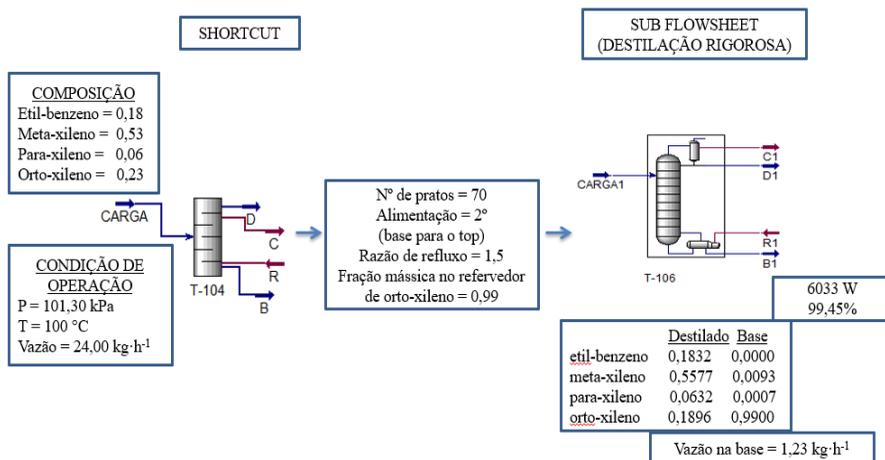
Condição	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
Condições de entrada								
Fração mássica de orto-xileno na alimentação = 25%								
T <sub>a</sub> (°C)	80,50 ± 0,16	80,60 ± 0,22	80,50 ± 0,18	79,90 ± 0,10	100,90 ± 0,11	101,00 ± 0,12	99,90 ± 0,15	99,70 ± 0,17
T <sub>e</sub> (°C)	146,10 ± 0,11	157,00 ± 0,10	146,50 ± 0,05	157,00 ± 0,11	146,50 ± 0,13	156,00 ± 0,10	146,90 ± 0,08	156,30 ± 0,11
Q <sub>a</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	15,15 ± 0,33	15,15 ± 0,30	24,36 ± 0,40	24,30 ± 0,42	15,24 ± 0,31	15,41 ± 0,52	24,80 ± 0,23	24,04 ± 0,29
Resultados								
Q <sub>b</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	12,31 ± 0,44	8,61 ± 0,53	22,38 ± 0,65	14,89 ± 0,66	11,71 ± 0,23	9,47 ± 0,33	22,91 ± 0,35	14,83 ± 0,72
Q <sub>t</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	2,84 ± 0,23	6,54 ± 0,11	1,98 ± 0,19	9,41 ± 0,56	3,53 ± 0,86	5,94 ± 0,45	1,89 ± 0,39	9,21 ± 0,52
T <sub>b</sub> (°C)	121,00 ± 0,08	143,00 ± 0,11	139,70 ± 0,32	143,00 ± 0,10	140,00 ± 0,26	143,60 ± 0,28	140,00 ± 0,12	143,40 ± 0,29
T <sub>t</sub> (°C)	135,00 ± 0,10	139,00 ± 0,07	135,20 ± 0,16	139,80 ± 0,23	134,80 ± 0,26	140,10 ± 0,15	135,70 ± 0,19	140,40 ± 0,09
T <sub>1</sub> (°C)	146,50 ± 0,23	159,00 ± 0,11	147,00 ± 0,10	159,70 ± 0,32	146,20 ± 0,26	156,50 ± 0,11	146,40 ± 0,17	156,80 ± 0,20
T <sub>10</sub> (°C)	136,90 ± 0,23	149,00 ± 0,11	137,10 ± 0,14	149,00 ± 0,33	137,00 ± 0,33	146,60 ± 0,11	136,90 ± 0,25	147,10 ± 0,22
p (kPa)	690,00 ± 1,98	880,00 ± 1,96	700,00 ± 2,10	890,00 ± 2,00	710,00 ± 2,00	850,00 ± 2,11	730,00 ± 2,00	860,00 ± 1,85
P (W)	1152,00 ± 11,12	2496,00 ± 11,15	1344,00 ± 9,89	2592,00 ± 13,45	1344,00 ± 10,89	2496,00 ± 11,01	1094,00 ± 7,89	2390,00 ± 10,36
P <sub>mássica</sub> (W · kg <sup>-1</sup> )	76,02 ± 0,56	164,71 ± 0,89	55,18 ± 0,78	106,68 ± 0,65	88,19 ± 0,76	161,95 ± 0,76	44,13 ± 1,00	99,43 ± 1,12
X <sub>orto-xileno b</sub> (%)	25,40 ± 0,81	26,22 ± 0,62	25,44 ± 0,46	25,96 ± 0,25	25,64 ± 0,46	25,99 ± 0,57	25,50 ± 0,88	26,40 ± 0,92
X <sub>orto-xileno t</sub> (%)	22,89 ± 0,69	23,26 ± 0,55	23,10 ± 0,98	22,49 ± 0,99	22,89 ± 0,72	23,46 ± 0,60	23,10 ± 0,55	22,22 ± 0,89

T<sub>a</sub> - temperatura da alimentação; T<sub>e</sub> - temperatura do evaporador; T<sub>b</sub> - temperatura da base; T<sub>t</sub> - temperatura do destilado; T<sub>1</sub> - temperatura inferior da câmara de vapor; T<sub>10</sub> - temperatura superior da câmara de vapor p - pressão máxima da câmara de vapor; P - potência fornecida pelas resistências do evaporador da câmara de vapor; P<sub>mássica</sub> - potência em relação a vazão mássica da alimentação; Q<sub>b</sub> - vazão da base; Q<sub>t</sub> - vazão do destilado; Q<sub>a</sub> - vazão de alimentação; X<sub>orto-xileno b</sub> - fração mássica de orto-xileno na corrente de base; X<sub>orto-xileno t</sub> - fração mássica de orto-xileno no destilado.

Na Figura 4.1 é ilustrada a simulação de um processo de destilação convencional com a mistura isômeros de xileno, apresentando como condições iniciais a composição,  $Q_a$  e  $T_a$ , que foram similares as condições utilizadas na unidade unitubular. A razão de refluxo (RF) utilizada foi de 1,50 a fim de comparar com a unidade unitubular, uma vez a mesma apresenta refluxo externo igual à zero.

Por meio da Figura 4.1 observou-se que foi preciso uma coluna com 70 pratos (alimentação no segundo prato) para obter  $X_{orto-xileno}$  de 98,45% com vazão de base ( $Q_b$ ) de  $1,23 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ , e com consumo energético de 6033 W. Em relação a unidade de filme não houve separação de orto-xileno na unidade, visto que as frações mássica obtidas de orto-xileno no produto de base foram as mesmas da composição inicial, mas houve uma tendência de separação de orto-xileno para elevadas temperaturas do evaporador.

Figura 4.1 - Ilustração da separação de isômeros de xileno em coluna de destilação convencional empregando o *Aspen Hysys*



#### 4.1.2 Separação da mistura de tolueno-xileno

Nas Tabelas 4.3 e 4.4 são apresentados os resultados obtidos da separação de tolueno-xileno na unidade unitubular. Os resultados obtidos nas Tabelas serão discutidos ao longo do trabalho.

Tabela 4.3 - Resultados obtidos para os testes quando a câmara de vapor operou em condição isotérmica para mistura tolueno-xileno.

Condição	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
Condições de entrada								
Fração mássica de tolueno na alimentação = 43%								
T <sub>a</sub> (°C)	101,00 ± 0,06	99,53 ± 0,05	102,10 ± 0,08	100,87 ± 0,03	120,03 ± 0,01	120,47 ± 0,05	120,87 ± 0,03	120,00 ± 0,06
T <sub>e</sub> (°C)	131,00 ± 0,26	142,03 ± 0,15	132,90 ± 0,18	139,90 ± 0,15	131,03 ± 0,11	143,47 ± 0,10	131,33 ± 0,23	142,17 ± 0,14
Q <sub>a</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	14,95 ± 0,11	14,73 ± 0,08	25,13 ± 0,10	24,73 ± 0,13	15,17 ± 0,10	14,92 ± 0,15	24,83 ± 0,12	24,32 ± 0,11
Resultados								
Q <sub>b</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	13,50 ± 0,04	8,85 ± 0,11	22,17 ± 0,13	19,45 ± 0,16	12,60 ± 0,09	7,66 ± 0,14	21,25 ± 0,03	16,11 ± 0,09
Q <sub>t</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	1,45 ± 0,19	5,88 ± 0,13	2,96 ± 0,18	5,28 ± 0,13	2,57 ± 0,17	7,25 ± 0,20	3,58 ± 0,13	8,21 ± 0,08
T <sub>b</sub> (°C)	125,67 ± 0,33	131,17 ± 0,35	125,77 ± 0,26	128,73 ± 0,23	126,70 ± 0,19	133,70 ± 0,29	126,40 ± 0,33	132 ± 0,36
T <sub>t</sub> (°C)	121,40 ± 0,16	126,87 ± 0,25	121,43 ± 0,18	124,63 ± 0,12	122,47 ± 0,31	127,33 ± 0,21	122,53 ± 0,13	127 ± 0,36
T <sub>1</sub> (°C)	132,10 ± 0,07	142,47 ± 0,05	133,03 ± 0,11	140,33 ± 0,12	131,03 ± 0,11	144,07 ± 0,14	131,70 ± 0,03	142,60 ± 0,16
p (kPa)	450,00 ± 0,58	550,00 ± 1,00	450,00 ± 1,00	480,00 ± 1,15	460,00 ± 1,00	522,00 ± 0,58	490,00 ± 1,00	580,00 ± 1,00
P (W)	518,40 ± 5,54	1296,00 ± 5,54	768,00 ± 5,54	1536,00 ± 9,60	595,20 ± 5,54	1276,80 ± 5,54	720,00 ± 9,60	1536,00 ± 9,60
P <sub>mássica</sub> (W · kg <sup>-1</sup> )	34,68 ± 0,16	88,00 ± 0,14	30,50 ± 0,14	62,11 ± 0,09	39,24 ± 0,15	85,59 ± 0,69	29,00 ± 0,35	63,14 ± 0,15
X <sub>tolueno b</sub> (%)	43,83 ± 1,57	39,09 ± 0,63	43,16 ± 2,27	40,92 ± 0,29	41,94 ± 0,37	36,13 ± 1,71	42,57 ± 0,78	39,02 ± 0,77
X <sub>tolueno t</sub> (%)	66,77 ± 1,53	54,38 ± 1,56	68,24 ± 0,23	60,00 ± 0,07	62,08 ± 0,73	52,83 ± 0,96	62,96 ± 0,47	57,28 ± 0,48

T<sub>a</sub> - temperatura da alimentação; T<sub>e</sub> - temperatura do evaporador; T<sub>b</sub> - temperatura da base; T<sub>t</sub> - temperatura do destilado; T<sub>1</sub> - temperatura inferior da câmara de vapor; p - pressão máxima da câmara de vapor; P - potência fornecida pelas resistências do evaporador da câmara de vapor; P<sub>mássica</sub> - potência em relação a vazão mássica da alimentação; Q<sub>b</sub> - vazão da base; Q<sub>t</sub> - vazão do destilado; Q<sub>a</sub> - vazão de alimentação; X<sub>tolueno b</sub> - fração mássica de tolueno na corrente de base; X<sub>tolueno t</sub> - fração mássica de tolueno no destilado.

Tabela 4.4 - Resultados obtidos para os testes quando a câmara operou na condição perfil para mistura tolueno-xileno.

Condição	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
Condições de entrada								
Fração mássica de tolueno na alimentação = 43%								
T <sub>a</sub> (°C)	100,97 ± 0,01	99,30 ± 0,02	101,03 ± 0,07	101,47 ± 0,01	121,53 ± 0,05	120,97 ± 0,09	120,60 ± 0,03	120,97 ± 0,03
T <sub>e</sub> (°C)	130,70 ± 0,11	139,80 ± 0,12	130,03 ± 0,11	141,60 ± 0,09	131,63 ± 0,06	139,60 ± 0,13	130,73 ± 0,13	140,93 ± 0,11
Q <sub>a</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	14,64 ± 0,09	15,42 ± 0,11	24,40 ± 0,21	25,03 ± 0,23	15,44 ± 0,19	14,97 ± 0,15	24,58 ± 0,13	24,59 ± 0,08
Resultados								
Q <sub>b</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	13,33 ± 0,14	12,22 ± 0,02	23,06 ± 0,11	20,63 ± 0,10	13,42 ± 0,11	9,33 ± 0,08	22,13 ± 0,11	20,20 ± 0,14
Q <sub>t</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	1,31 ± 0,06	3,20 ± 0,10	1,34 ± 0,10	4,40 ± 0,09	2,02 ± 0,11	5,64 ± 0,14	2,45 ± 0,03	4,39 ± 0,05
T <sub>b</sub> (°C)	125,90 ± 0,20	129,07 ± 0,15	125,27 ± 0,16	129,37 ± 0,20	127,67 ± 0,21	133,03 ± 0,20	126,57 ± 0,11	133,60 ± 0,16
T <sub>t</sub> (°C)	120,13 ± 0,11	119,67 ± 0,15	116,43 ± 0,10	120,70 ± 0,12	121,20 ± 0,20	125,20 ± 0,12	122,10 ± 0,14	122,57 ± 0,19
T <sub>1</sub> (°C)	131,07 ± 0,01	139,83 ± 0,06	131,83 ± 0,09	141,90 ± 0,10	132,23 ± 0,02	140,17 ± 0,06	131,40 ± 0,10	141,50 ± 0,06
T <sub>10</sub> (°C)	121,60 ± 0,02	129,00 ± 0,05	121,00 ± 0,15	130,00 ± 0,12	122,00 ± 0,09	130,97 ± 0,05	122,00 ± 0,13	131,00 ± 0,08
p (kPa)	456,00 ± 0,58	600,00 ± 1,53	510,00 ± 1,00	483,00 ± 1,00	470,00 ± 0,58	599,00 ± 0,58	520,00 ± 1,00	610,00 ± 1,00
P (W)	595,20 ± 5,54	921,60 ± 9,60	720,00 ± 9,60	1075,20 ± 9,60	573,60 ± 4,30	902,40 ± 5,54	729,60 ± 5,54	921,60 ± 9,60
P <sub>mássica</sub> (W · kg <sup>-1</sup> )	40,65 ± 0,18	59,80 ± 0,28	29,51 ± 0,20	42,95 ± 0,02	37,15 ± 0,25	60,30 ± 0,33	29,68 ± 0,10	37,48 ± 0,38
X <sub>tolueno b</sub> (%)	39,69 ± 0,15	44,74 ± 0,29	32,16 ± 0,06	39,47 ± 0,29	38,15 ± 0,62	41,93 ± 0,75	37,86 ± 0,91	43,50 ± 0,10
X <sub>tolueno t</sub> (%)	66,31 ± 0,09	55,26 ± 0,08	67,84 ± 0,01	60,53 ± 0,23	61,85 ± 0,76	53,42 ± 0,12	62,14 ± 0,08	56,50 ± 0,19

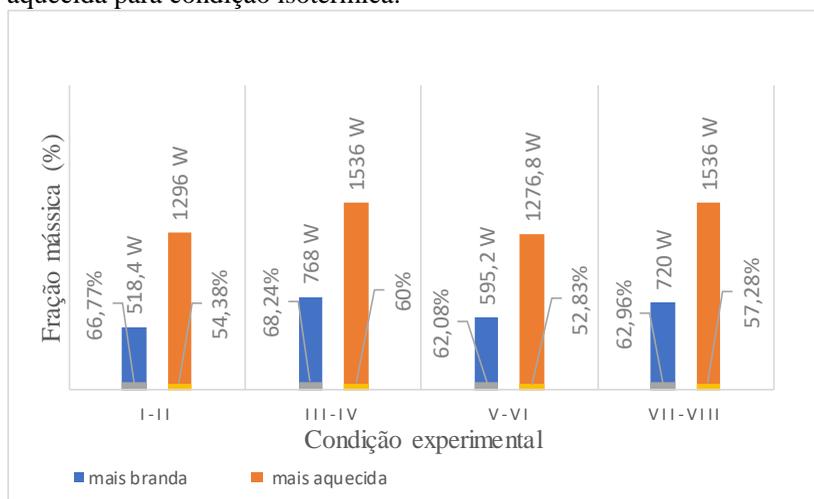
T<sub>a</sub> - temperatura da alimentação; T<sub>e</sub> - temperatura do evaporador; T<sub>b</sub> - temperatura da base; T<sub>t</sub> - temperatura do destilado; T<sub>1</sub> - temperatura inferior da câmara de vapor; p - pressão máxima da câmara de vapor; P - potência fornecida pelas resistências do evaporador da câmara de vapor; P<sub>mássica</sub> - potência em relação a vazão mássica da alimentação; Q<sub>b</sub> - vazão da base; Q<sub>t</sub> - vazão do destilado; Q<sub>a</sub> - vazão de alimentação; X<sub>tolueno b</sub> - fração mássica de tolueno na corrente de base; X<sub>tolueno t</sub> - fração mássica de tolueno no destilado.

#### 4.1.2.1 Estudo da separação

##### 4.1.2.1.1 Estudo da separação na condição isotérmica

Com os resultados apresentados na Tabela 4.3 foi constatado que o maior valor obtido de  $X_{\text{tolueno } t}$  foi de 68,24%, para a condição III com  $Q_a$  de 25,13 kg · h<sup>-1</sup>,  $T_a$  de 102,10 °C e  $T_e$  de 132,90 °C. Este valor de  $X_{\text{tolueno } t}$  obtido para a condição III foi similar ao da condição I, onde verifica-se que os dois testes apresentaram as mesmas variáveis de entrada, exceto que a primeira condição tem menor  $Q_a$ .

Figura 4.2 - Produção de tolueno para condição mais branda e mais aquecida para condição isotérmica.

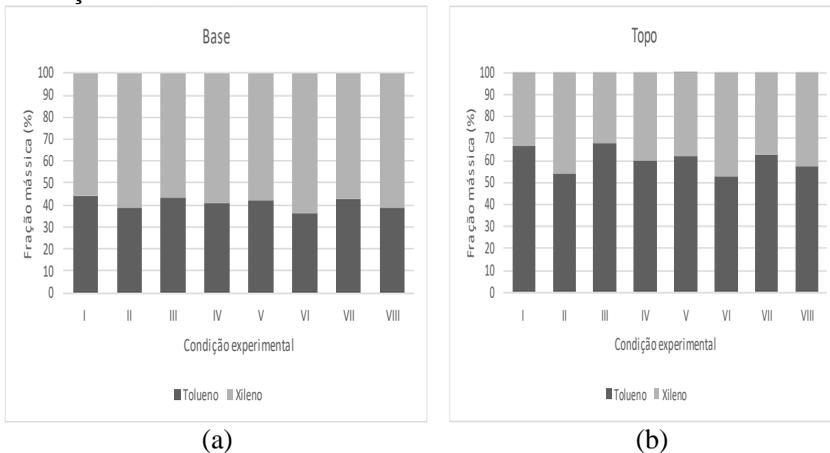


Os maiores valores de frações mássicas foram obtidos nas condições ímpares, ou seja, com a câmara de vapor operando em condição térmica mais branda ( $T_e = 130$  °C). Estes resultados podem indicar que o incremento da fração mássica em condições térmicas mais brandas está associado a um menor consumo energético. Conforme condição III, que apresentou  $X_{\text{tolueno } t}$  de 68,24% com consumo energético de 768 W, em comparação a  $X_{\text{tolueno } t}$  de 60,00% que foi consumido 1536 W (condição IV), onde verifica-se que os dois testes apresentaram as mesmas variáveis de entrada, exceto que a primeira condição tem menor  $T_e$ , conforme Figura 4.2. Comparando as outras

condições também foram observados um menor  $X_{\text{tolueno } t}$  para um elevado consumo energético.

Na Figura 4.3 é apresentado os resultados de variação obtida na fração mássica no destilado e da corrente de base para separação da mistura tolueno-xileno. A fração mássica do tolueno foi maior para o destilado, no qual ratifica que o componente é o mais leve da mistura. Por meio da Figura 4.3b foi observado que o teor de fração mássica de tolueno com a câmara operando a 130 °C apresentou resultados maiores de 60,00%, diferente do que houve com a câmara mais aquecida, uma vez que os teores de fração mássica tiveram seu valor máximo de 60,00%.

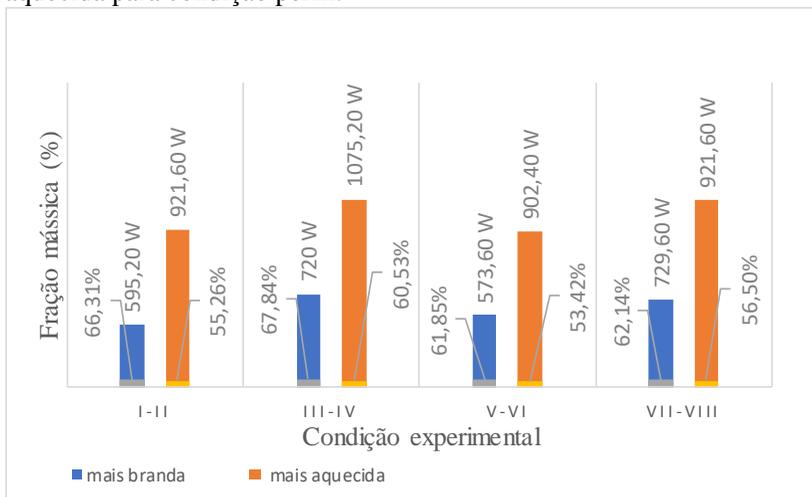
Figura 4.3 - Fração mássica da mistura tolueno-xileno na corrente de base (a) e destilado (topo) (b) quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica.



#### 4.1.2.1.2 Estudo da separação na condição perfil

Em relação a condição perfil, Tabela 4.4, foi constatado que o maior valor obtido de  $X_{\text{tolueno } t}$  foi de 67,84%, para a condição III com  $Q_a$  de 24,40 kg · h<sup>-1</sup>,  $T_a$  de 101,03 °C e  $T_c$  de 130,03 °C. Este valor de  $X_{\text{tolueno } t}$  obtido para a condição III foi similar ao da condição I, onde verifica-se que os dois testes apresentaram as mesmas variáveis de entrada, exceto que a primeira condição tem menor  $Q_a$ .

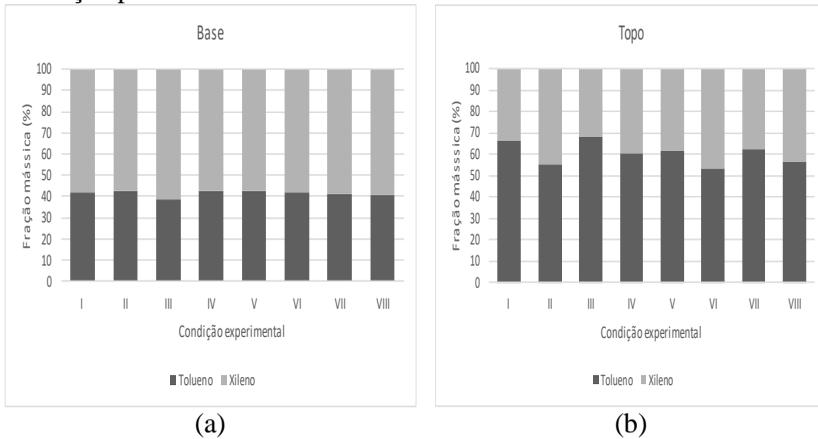
Figura 4.4 - Produção de tolueno para condição mais branda e mais aquecida para condição perfil.



Os maiores valores de frações mássicas para condição perfil foram obtidos nas condições ímpares, ou seja, com a câmara de vapor operando em condição térmica mais branda ( $T_e = 130\text{ }^\circ\text{C}$ ), conforme ocorreu para condição isotérmica, estas condições mais brandas favorece um menor consumo energético para um maior teor de fração mássica, conforme condição III, que apresentou  $X_{\text{tolueno } t}$  de 67,84% com consumo energético de 720 W, em comparação a  $X_{\text{tolueno } t}$  de 60,53% que foi consumido 1075,20 W (condição IV), onde verifica-se que os dois testes apresentaram as mesmas variáveis de entrada, exceto que a primeira condição tem menor  $T_e$ , conforme Figura 4.4. Comparando as outras condições também foram observados um menor  $X_{\text{tolueno } t}$  para um elevado consumo energético.

Por meio da Figura 4.5, observa-se que os maiores valores na separação de tolueno foram obtidos para as condições com menores temperatura de alimentação e temperatura do evaporador.

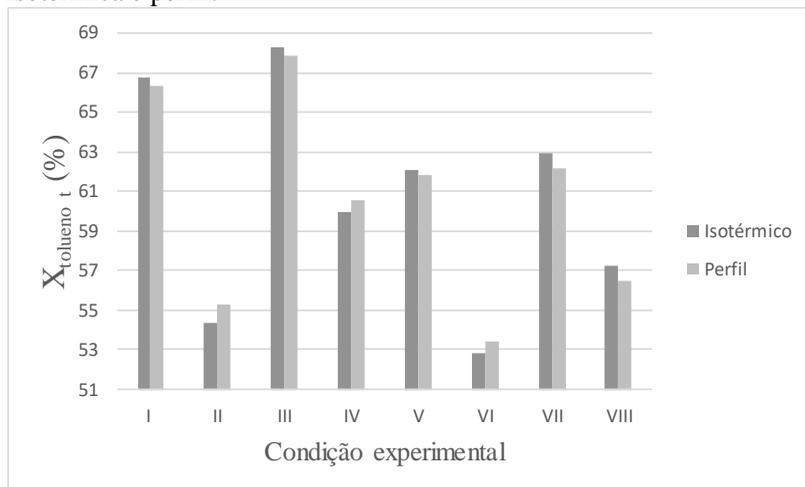
Figura 4.5 - Fração mássica da mistura tolueno-xileno na corrente de base (a) e destilado (topo) (b) quando a câmara de vapor operou na condição perfil.



#### 4.1.2.1.3 Estudo da separação na comparação da condição isotérmica e perfil

Por meio da Figura 4.6, observa-se que o comportamento da câmara quando operou em condição isotérmica e em perfil apresentaram  $X_{\text{tolueno } t}$  semelhantes. Como observa-se no maior teor de fração mássica, condição III, que apresentou fração mássica de 68,24% (isotérmico) e 67,84% (perfil); A diferença máxima entre a fração mássica de tolueno no destilado na condição isotérmica e perfil não excedeu o valor de 0,90%, mostrando assim como as duas condições foram similares.

Figura 4.6 - Comparação da fração mássica obtida na condição isotérmica e perfil.



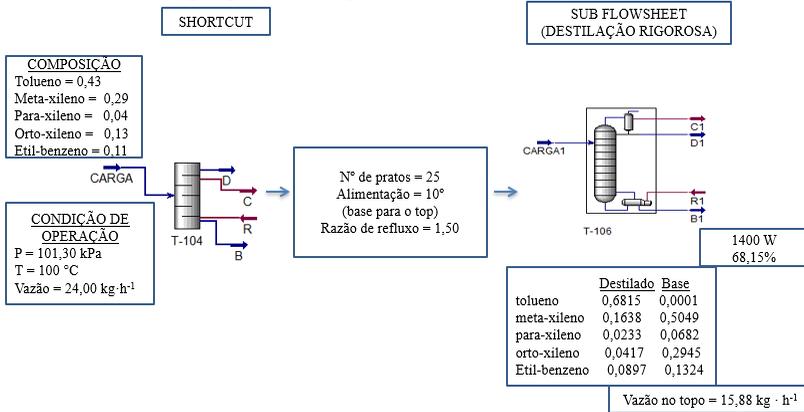
No estudo de Pires (2016), observou-se que os resultados de fração mássica de MEG no produto de base foram semelhantes para condição isotérmica e perfil, sendo que a diferença máxima entre a fração mássica não excedeu o valor médio de 0,80% para condição mais aquecida e de 4,60% para condição mais amena. Observando assim, que a condição perfil e isotérmica não apresentaram diferença para fração mássica na mistura tolueno-xileno, MEG-água e também para a mistura de isômeros de xileno.

Na Figura 4.7 é ilustrado a simulação do processo de destilação convencional da mistura de tolueno-xileno, apresentando como condições iniciais a composição, temperatura e vazão de alimentação similares a da unidade unitubular. A razão de refluxo foi de 1,50, a fim de comparar com a unidade unitubular, uma vez a mesma apresenta refluxo externo igual a zero. Os resultados obtidos demonstram que foi necessário uma coluna com 25 pratos (alimentação no décimo prato) para obter uma fração mássica de 68,15% de tolueno no destilado com vazão de destilado de  $15,88 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  e consumo energético de 1400 W.

Para a coluna de destilação de filme descendente, o maior valor obtido na separação foi de 68,24% de tolueno no destilado com vazão de destilado de  $2,96 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  com consumo energético de 768 W. Comparando a destilação convencional com a unidade de filme descendente, observou-se um baixo teor de vazão de destilado na unidade de filme. Em relação a eficiência energética, a unidade

unitubular consumiu praticamente a metade de energia para produzir a mesma quantidade de tolueno no destilado em comparação ao processo convencional.

Figura 4.7 - Ilustração da separação de tolueno em coluna de destilação convencional empregando o *Aspen Hysys*.



#### 4.1.2.2 Estudo do comportamento do processo

Conforme descrito no capítulo de material e métodos, o estudo do comportamento do processo foi avaliado para misturas contendo aromáticos a partir da unidade unitubular variando-se vazão e temperatura de alimentação bem como a temperatura do evaporador. Os resultados obtidos com a unidade operando isotermicamente e com perfil na unidade unitubular foram apresentados nas Tabelas 4.3 e 4.4, respectivamente.

Tolueno é o componente que apresenta o menor ponto de ebulição em relação aos demais compostos (orto-xileno, meta-xileno, para-xileno e etil-benzeno). Logo em um contexto ideal o tolueno é o componente que se deseja recuperar totalmente como destilado da unidade de destilação.

##### 4.1.2.2.1 Estudo do comportamento do processo na condição isotérmica

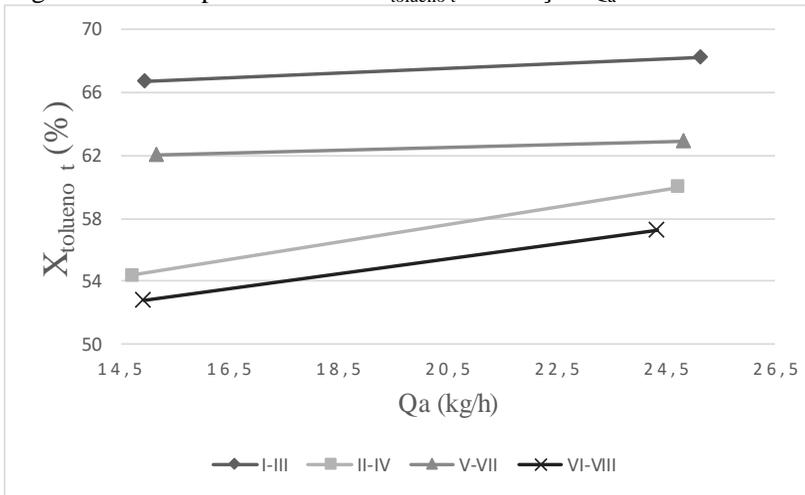
A seguir são discutidas separadamente a influência das variáveis  $Q_a$ ,  $T_a$  e  $T_e$  sobre o processo a fim de observar o

comportamento da unidade quando a separação é realizada com misturas contendo componentes aromáticos.

#### 4.1.2.2.1.1 Influência da vazão de alimentação

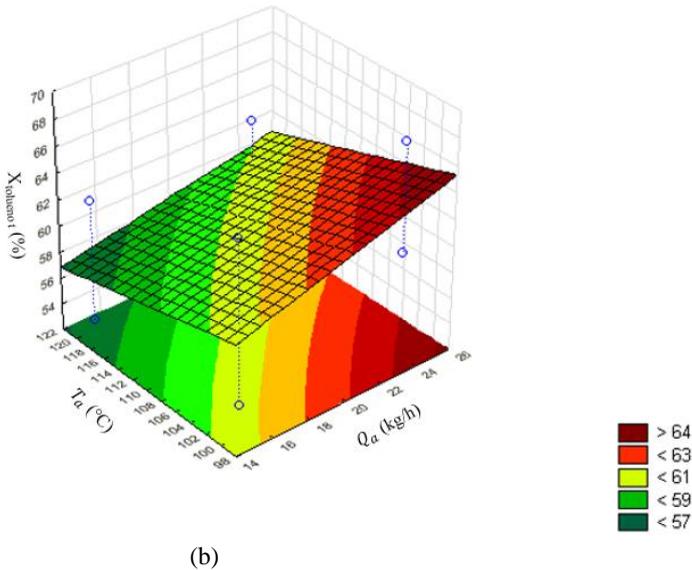
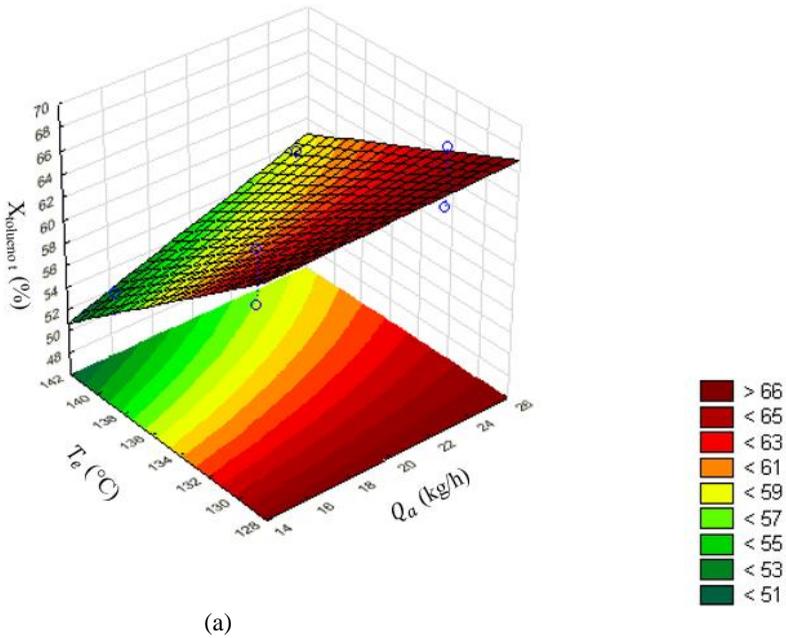
Por meio da Tabela 4.3 foram observados que quando se aumentou o valor de  $Q_a$  ocorreu um decréscimo de 2,44 °C para  $T_b$  e 2,24 °C para  $T_t$  (condição II-IV) e de 1,70 °C para  $T_b$  (condição VI-VIII), condições quando o evaporador estava mais aquecido ( $T_e = 140$  °C). Já para a condições quando o evaporador estava em condição mais amena ( $T_e = 130$  °C), o aumento de  $Q_a$  não interferiu em  $T_b$  e  $T_t$ . Observou-se também que menores valores de  $T_b$  e  $T_t$  favoreceram o aumento da fração mássica de destilado, com a variação da vazão de alimentação, conforme Figura 4.8. Considerando uma diferença entre  $T_b$  e  $T_t$  (em torno de 10 °C) seria esperado que houvesse um favorecimento da separação de tolueno, devido a possibilidade da geração de refluxo interno à unidade e com isso obter uma melhora na qualidade de separação. Desta forma, aumentar a vazão de alimentação, em condições térmicas mais amenas, não interferiu na separação de tolueno, mas aumentou a fração mássica para as condições mais aquecida.

No estudo de Parisotto (2013) o aumento de  $Q_a$  elevou a fração mássica de etanol no destilado. No entanto em Pires (2016) e Peruzzo (2013) o aumento de  $Q_a$  diminuiu a fração mássica de MEG e TEG, respectivamente. Tal fato pode ser justificado devido a baixa viscosidade da mistura tolueno-xileno (0,60 mPa · s a 20 °C) e etanol-água (1,20 mPa · s a 20 °C) em relação ao MEG-água (MEG com viscosidade de 30 mPa · s a 20 °C) e TEG-água (TEG com viscosidade de 38 mPa · s a 20 °C).

Figura 4.8 - Comportamento da  $X_{\text{tolueno } t}$  em função  $Q_a$ .

Comportamento semelhante observa-se nos gráficos estatísticos, no qual os maiores valores de  $X_{\text{tolueno } t}$ , quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica foram observados com elevadas vazões de alimentação e baixas temperatura do evaporador (Figura 4.9a). A relação entre a temperatura de alimentação e a vazão de alimentação (Figura 4.9b) observou-se que em valores menores de temperatura de alimentação e elevados valores de vazão de alimentação favoreceram o aumento da fração mássica de tolueno no destilado. Em Pires (2016) a fração mássica de MEG aumentou quando ocorreu a diminuição  $Q_a$ ,  $T_a$  e  $T_e$ .

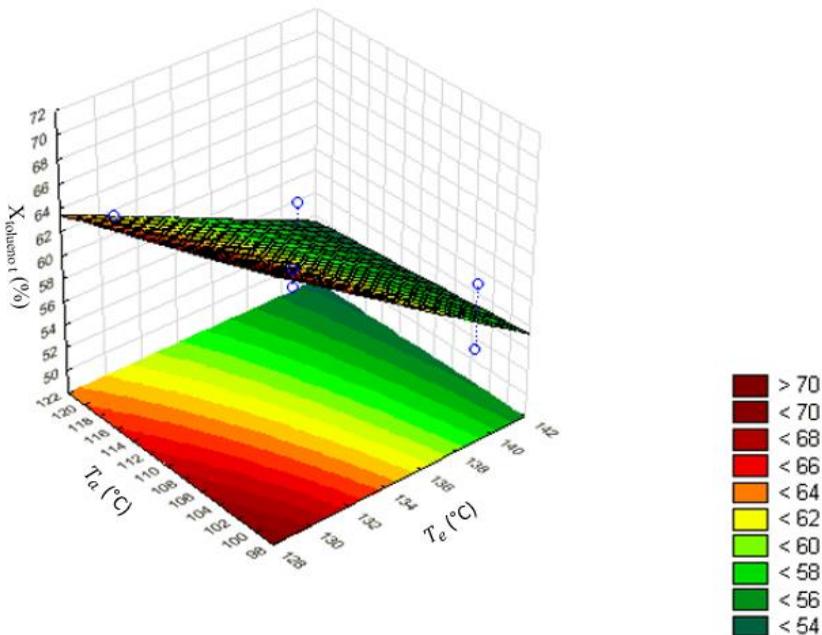
Figura 4.9 - Superfície de resposta referente a influência de  $Q_a$  com (a)  $T_a$  e (b)  $T_e$  para  $X_{\text{tolueno } t}$  quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica.



## 4.1.2.2.1.2 Influência da temperatura do evaporador

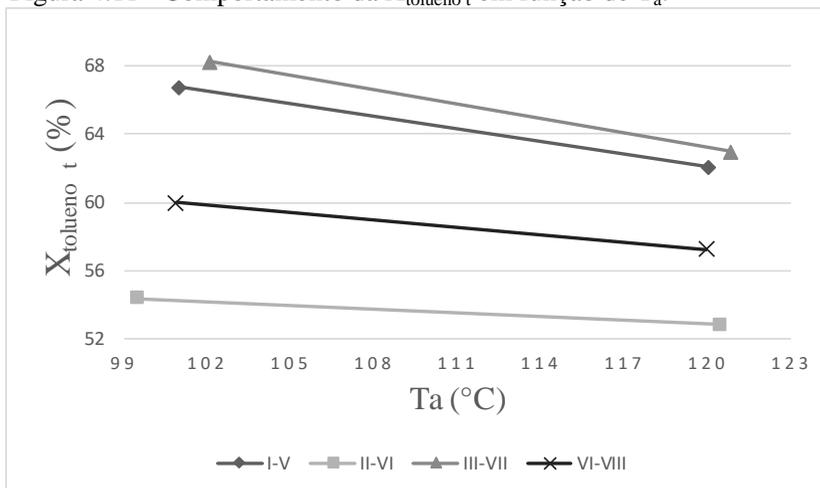
Em relação a Tabela 4.3, observa-se que houve um aumento em torno de  $5,00\text{ }^{\circ}\text{C}$  na temperatura de base e topo quando ocorreu elevação de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  para  $T_e$ , comportamento já esperado, uma vez que quando ocorre a elevação da temperatura do evaporador favorece a elevação de todas as temperaturas ao longo do tubo de destilação ( $T_1$  a  $T_{10}$ ). A elevação de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  para  $T_e$  aumentou a vazão de destilado em torno de  $4\text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ , mas diminuiu a fração mássica de tolueno no destilado em torno de  $9,00\%$ , conforme é apresentado por meio do gráfico, superfície de resposta (Figura 4.10), no qual mostrou que a fração mássica diminuiu com o aumento de  $T_e$  e  $T_a$ . Em Pires (2016) também ocorreu o mesmo comportamento, ou seja, a fração mássica de MEG diminuiu quando ocorreu o aumento de  $T_e$  e  $T_a$ .

Figura 4.10 - Superfície de resposta referente a influência de  $T_a$  e  $T_e$  para  $X_{\text{tolueno t}}$  quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica.



## 4.1.2.2.1.3 Influência da temperatura de alimentação

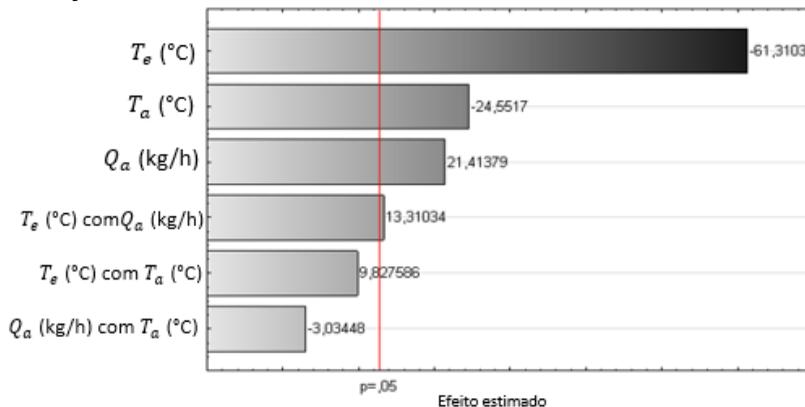
Por meio da Tabela 4.3 observa-se que houve um aumento em torno de 2,00 °C na temperatura de base e 1,00 °C de temperatura de topo quando ocorreu elevação de 20°C para  $T_a$ . A elevação de 20 °C para  $T_a$  aumentou a vazão de destilado em torno de 1,50 kg · h<sup>-1</sup>, mas diminuiu a fração mássica de tolueno no destilado em torno de 2,00 % e 5,00% para as condições mais aquecida (II-VI e IV-VIII) e condição mais branda (I-V e III-VII), respectivamente. Assim, a condição com temperatura de alimentação de 100 °C foi mais viável para a separação de tolueno na unidade unitubular. Por meio da Figura 4.11, confirma-se que o comportamento da fração mássica diminuiu com o aumento da temperatura de alimentação.

Figura 4.11 - Comportamento da  $X_{\text{tolueno } t}$  em função de  $T_a$ .

## 4.1.2.1.1.4 Diagrama de Pareto

Na Figura 4.12 é apresentado o Diagrama de Pareto, mostrando a significância de  $T_e$ ,  $T_a$  e  $Q_a$ .

Figura 4.12 - Diagrama de Pareto quando a câmara de vapor operou na condição isotérmica.



Foi observado que para os níveis estudados todas as três variáveis ( $T_e$ ,  $T_a$  e  $Q_a$ ) foram estatisticamente significativas, incluindo a interação de  $T_e$  com  $Q_a$ . Notou que o parâmetro que apresentou uma maior influência significativa foi  $T_e$ . O efeito negativo nos resultados indicou que quanto menor for a temperatura do evaporador mais significativo será o resultado apresentado de fração mássica. Diferente do que ocorreu com a separação de orto-xileno, no qual os resultados mostraram uma tendência para separação de orto-xileno para elevadas temperaturas do evaporador, assim como a elevação da temperatura e vazão de alimentação favoreceram uma tendência a aumentar a fração mássica do orto-xileno no produto de base. Em Pires (2016), a elevação de  $T_e$  favoreceu a redução da fração mássica do MEG, e no estudo de Peruzzo (2013), a fração mássica de TEG aumentou quando ocorreu a elevação da temperatura do evaporador. Com isso, observa-se que a destilação de cada mistura apresenta comportamento diferente em sua relação variáveis discutidas

#### 4.1.2.2.2 Estudo do comportamento do processo na condição perfil

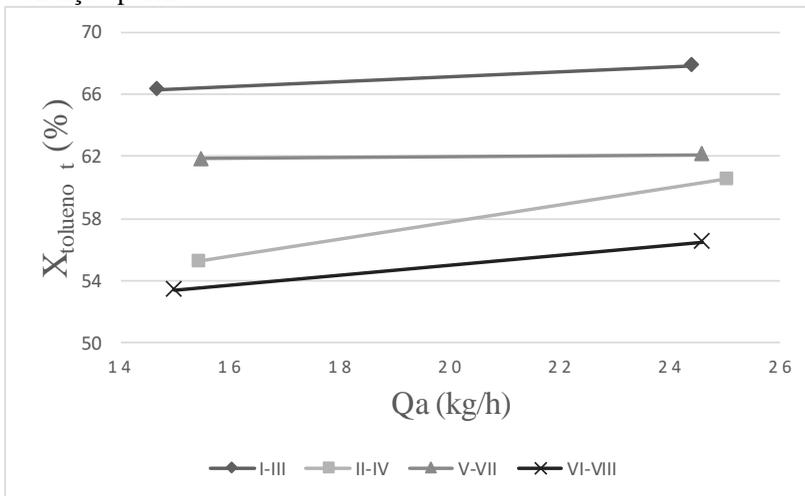
Conforme ocorreu na condição isotérmica, nessa seção são discutidos separadamente as variáveis  $T_a$ ,  $Q_a$  e  $T_e$ .

## 4.1.2.2.2.1 Influência da vazão de alimentação

Por meio da Tabela 4.4 observa-se que quando aumentou o valor de  $Q_a$  ocorreu um decréscimo de  $3,70\text{ }^\circ\text{C}$  para  $T_t$  (condição I-III) e  $2,63\text{ }^\circ\text{C}$  para  $T_t$  (condição VI-VIII). O aumento de  $Q_a$  não interferiu significativamente em  $T_b$ . Observou-se também que menores valores de  $T_b$  e  $T_t$  favoreceram o aumento da fração mássica de destilado.

Por meio da Figura 4.13, pode-se observar que  $X_{\text{tolueno } t}$  aumentou com aumento de  $Q_a$ . Este comportamento também foi constatado no estudo de Parisotto (2013), o aumento de  $Q_a$  elevou a fração mássica de etanol no destilado. No entanto em Pires (2016) o aumento de  $Q_a$  diminuiu a fração mássica de MEG para condição perfil. Tal fato pode ser justificado devido a baixa viscosidade da mistura tolueno-xileno ( $0,60\text{ mPa}\cdot\text{s}$  a  $20\text{ }^\circ\text{C}$ ) e etanol-água ( $1,20\text{ mPa}\cdot\text{s}$  a  $20\text{ }^\circ\text{C}$ ) em relação ao MEG-água (MEG com viscosidade de  $30\text{ mPa}\cdot\text{s}$  a  $20\text{ }^\circ\text{C}$ ), resultados similares apresentados para condição isotérmico.

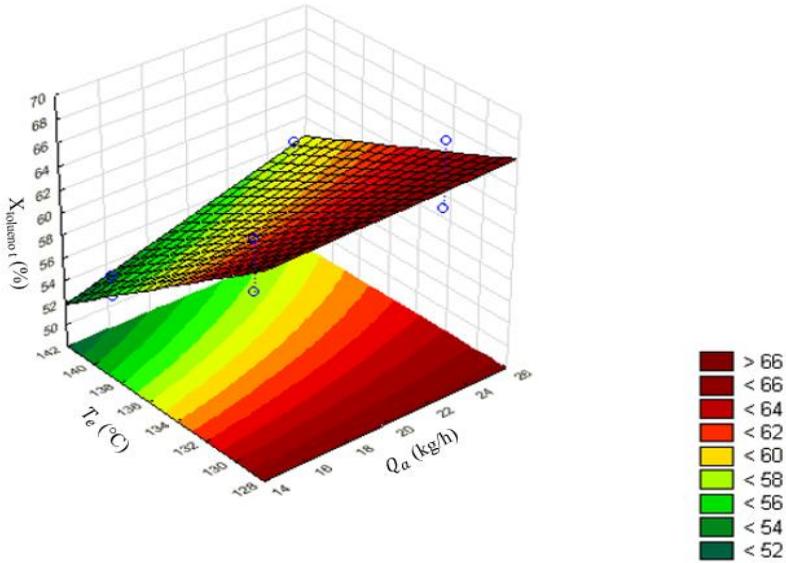
Figura 4.13 - Comportamento de  $X_{\text{tolueno } t}$  em função de  $Q_a$ , para condição perfil.



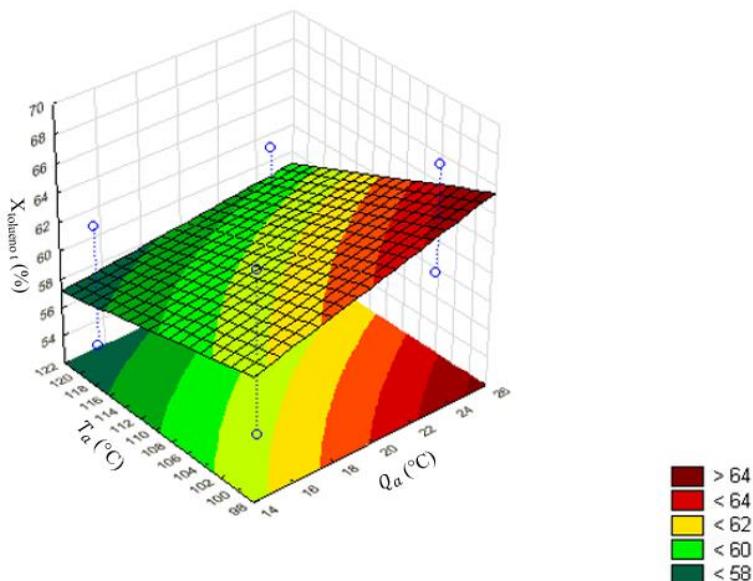
Comportamento semelhante observa-se nos gráficos estatísticos, no qual os maiores valores de  $X_{\text{tolueno } t}$ , quando a câmara de vapor operou na condição perfil foram observados com elevadas vazões de alimentação e baixas temperatura do evaporador (Figura 4.14a). A relação entre a temperatura de alimentação e a vazão de alimentação

(Figura 4.14b) observou-se que em valores menores de temperatura de alimentação e elevados valores de vazão de alimentação favoreceram o aumento da fração mássica de tolueno no destilado.

Figura 4.14 - Superfície de resposta referente a influência de  $Q_a$  com (a)  $T_a$  e (b)  $T_e$  para  $X_{\text{tolueno } t}$  quando a câmara de vapor operou na condição perfil.



(a)

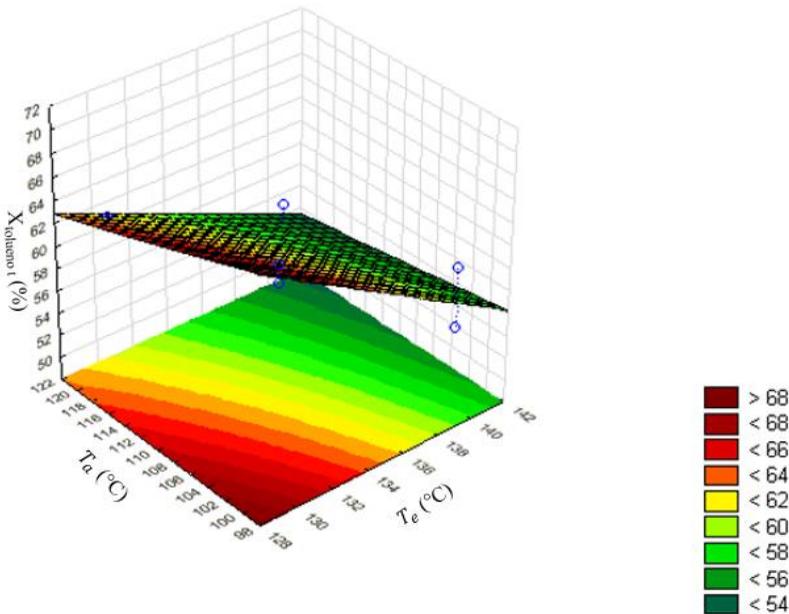


(b)

#### 4.1.2.1.2.2 Influência da temperatura do evaporador

Por meio da Tabela 4.4, observa-se que houve um aumento em torno de  $5,00\text{ }^\circ\text{C}$  na temperatura de base e aumento em torno de  $4,00\text{ }^\circ\text{C}$  para temperatura de topo (condições III-IV e V-VI) quando ocorreu elevação de  $10\text{ }^\circ\text{C}$  para  $T_e$ , comportamento já esperado, uma vez que quando ocorre a elevação da temperatura do evaporador favorece a elevação de todas as temperaturas ao longo do tubo de destilação ( $T_1$  a  $T_{10}$ ). A elevação de  $10\text{ }^\circ\text{C}$  para  $T_e$  aumentou a vazão de destilado em torno de  $2,00\text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ , mas diminuiu a fração mássica de tolueno no destilado em torno de  $8,00\%$ , conforme é apresentado por meio do gráfico, superfície de resposta (Figura 4.15), no qual mostrou que a fração mássica diminui com o aumento de  $T_e$  e  $T_a$ , como ocorreu na condição isotérmica. Em Pires (2016) a fração mássica de MEG aumentou com o aumento de  $T_e$  e  $T_a$ .

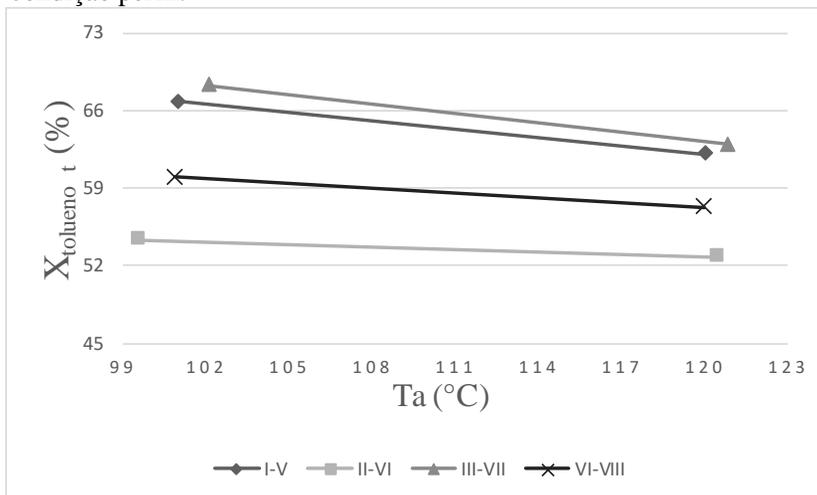
Figura 4.15 - Superfície de resposta referente a influência de  $T_a$  e  $T_e$  em  $X_{\text{tolueno } t}$  quando a câmara de vapor operou na condição perfil.



#### 4.1.2.1.2.3 Influência da temperatura de alimentação

Em relação a Tabela 4.4, observa-se que houve um aumento em torno de 2,00 °C na temperatura de base e 3,00 °C de temperatura de topo quando ocorreu elevação de 20°C para  $T_a$ . A elevação de 20 °C para  $T_a$  diminuiu a fração mássica de tolueno no destilado em torno 4,00%. Assim, a condição com temperatura de alimentação de 100 °C foi mais viável para a separação de tolueno na unidade unitubular. Por meio da Figura 4.16 que a fração mássica de tolueno no destilado diminui com o aumento da temperatura de alimentação.

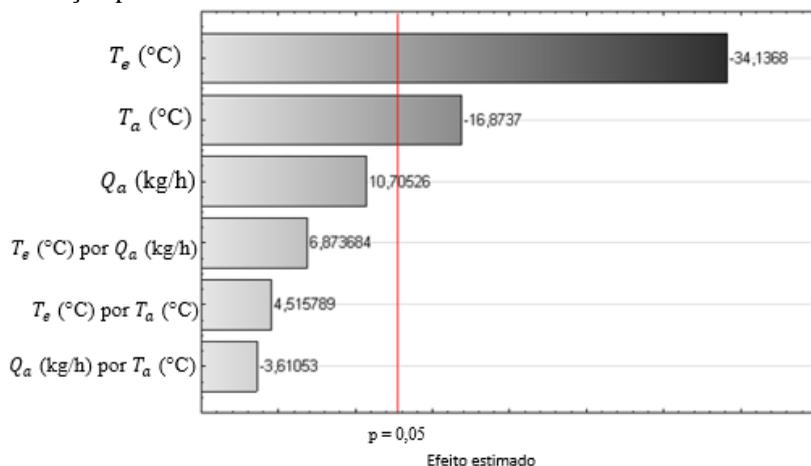
Figura 4.16 - Comportamento da  $X_{\text{tolueno } t}$  em função de  $T_a$ , para a condição perfil.



#### 4.1.2.1.2.4 Diagrama de Pareto

Na Figura 4.17 é apresentado o Diagrama de Pareto, mostrando a significância de  $T_e$ ,  $T_a$  e  $Q_a$ .

Figura 4.17 - Diagrama de Pareto quando a câmara de vapor operou na condição perfil.



Foi observado que para os níveis estudados as variáveis  $T_e$  e  $T_a$  foram estatisticamente significativas para a condição perfil. Diferentemente do que ocorreu na condição isotérmica, no qual todas as variáveis estudadas foram significantes, incluindo a interação de  $T_e$  com  $Q_a$ . Notou que o parâmetro que apresentou uma maior influência significativa foi  $T_e$ . O efeito negativo nos resultados indicou que quanto menor for a temperatura do evaporador mais significativo será o resultado apresentado de fração mássica. Diferente do que ocorreu com a separação de orto-xileno para condição perfil, no qual os resultados mostraram uma tendência para separação de orto-xileno para elevadas temperaturas do evaporador, assim como a elevação da temperatura de alimentação e vazão de alimentação favoreceram uma tendência a aumentar a fração mássica do orto-xileno no produto de base.

#### 4.1.2.3 Estudo térmico

Nas Figuras 4.18 a Figura 4.20 são ilustrados a relação da potência mássica ( $P_{mássica}$ ) com a variação de  $Q_a$ ,  $T_a$  e  $T_e$ , respectivamente. Os valores apresentados nas Figuras 4.18 a 4.20 foram obtidos por meio da Tabela 4.3.

Figura 4.18 - Relação de  $P_{mássica}$  com  $Q_a$  quando a câmara de vapor operou em condição isotérmica.

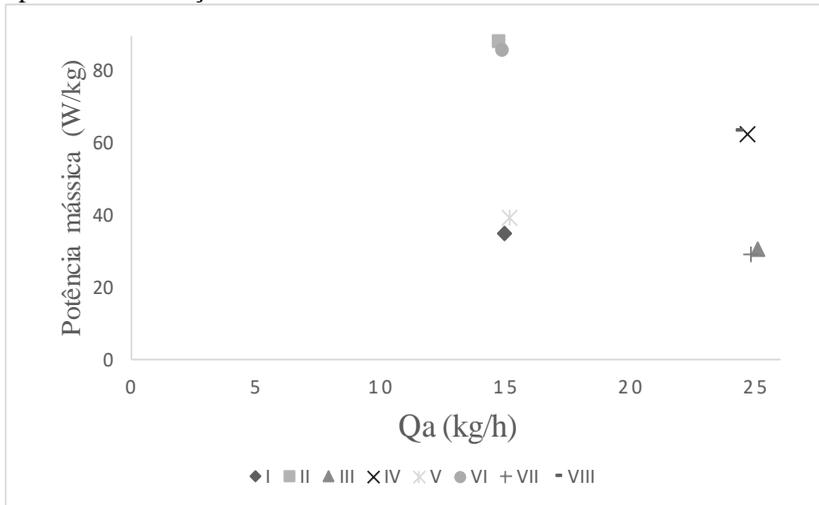


Figura 4.19 - Relação de  $P_{mássica}$  com  $T_a$  quando a câmara operou em condição isotérmica.

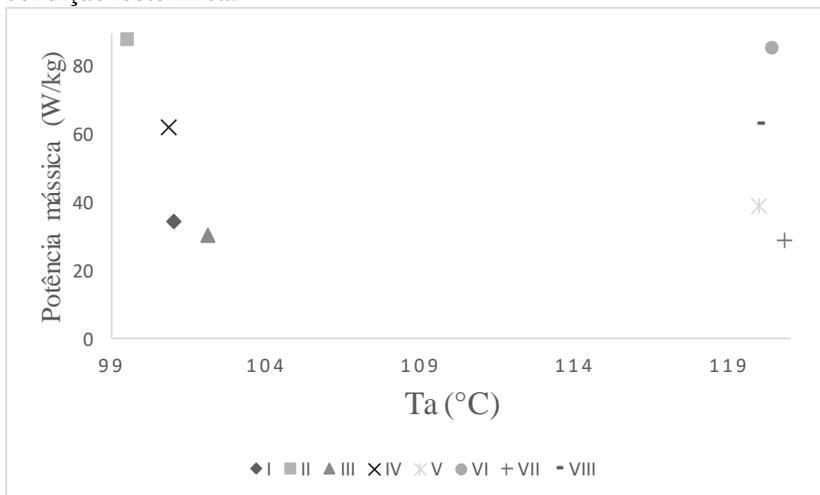
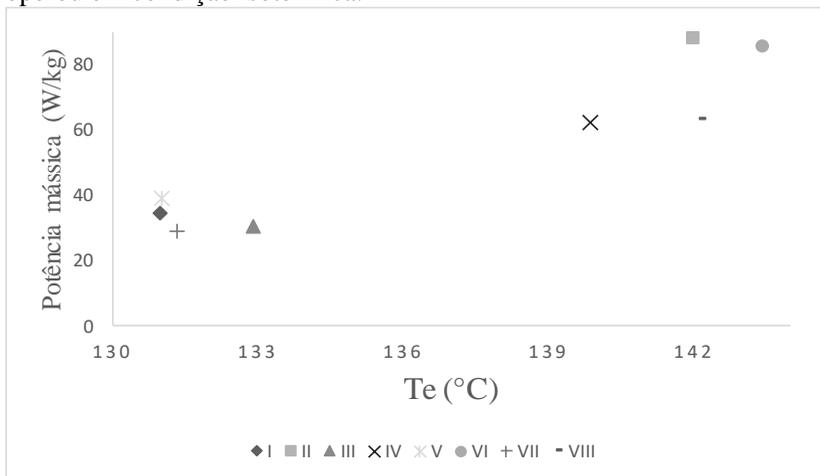


Figura 4.20 - Relação de  $P_{mássica}$  com  $T_e$  quando a câmara de vapor operou em condição isotérmica.



Quando se tem uma menor  $Q_a$  na coluna de destilação ocorre maior taxa de troca de calor e massa entre a câmara de vapor e o tubo de destilação, devido a formação de uma película de menor espessura requerendo assim uma maior potência. Assim, quando comparou as condições I e III, observa-se que para a vazão maior (condição III)

obteve-se uma menor potência mássica, como ocorreu também para as condições (II e IV), (V e VII) e (VI e VIII), conforme apresentado na Figura 4.18.

Quando analisou-se a relação da potência mássica em relação a temperatura de alimentação (Figura 4.19), observou-se que a potência mássica de  $34,68 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$  (condição I) foi similar a potência mássica da condição V, que apresentou teor de  $39,24 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$ , onde verifica-se que os dois testes apresentaram as mesmas variáveis de entrada, exceto que a primeira condição tem menor  $T_a$ . Da mesma maneira que ocorreu na condição II e VI que apresentaram potência mássica de  $88,00 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$  e  $85,59 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$ , respectivamente. Para as outras condições a diferença de potência mássica ficou em torno de  $1,50 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$  (III e VII) e  $1,00 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$  (IV e VIII). Logo, a variação da temperatura de alimentação não foi limitante para o consumo energético da unidade unitubular para a separação de tolueno, uma vez que a potência mássica ficou praticamente constante quando houve a variação da temperatura de alimentação.

Por meio da Figura 4.20, observou-se que quanto maior  $T_e$ , maior foi a potência mássica obtida, conforme comparando as condições (I e II), (III e IV), (V e VI) e (VII e VIII).

Nas Figuras 4.21 a Figura 4.23 são apresentados a relação da potência mássica ( $P_{\text{mássica}}$ ) com a variação de  $Q_a$ ,  $T_a$  e  $T_e$ , respectivamente quando a unidade operou com a câmara de vapor em perfil.

Figura 4.21 - Relação  $P_{\text{mássica}}$  com  $Q_a$  quando a câmara operou em condição perfil.

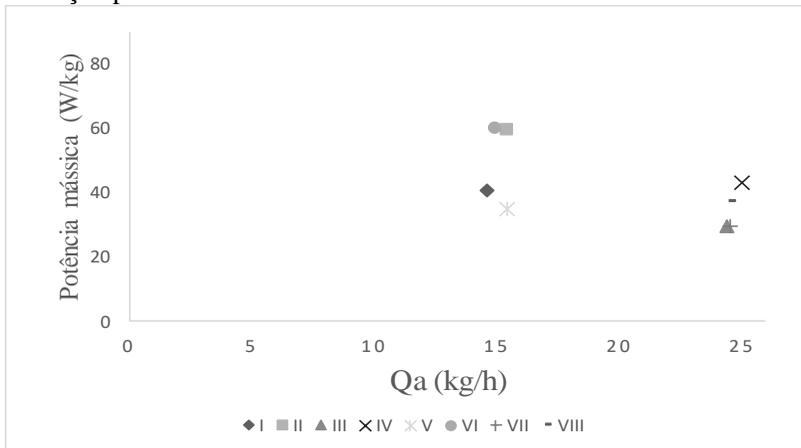


Figura 4.22 - Relação  $P_{\text{mássica}}$  com  $T_a$  quando a câmara operou em condição perfil.

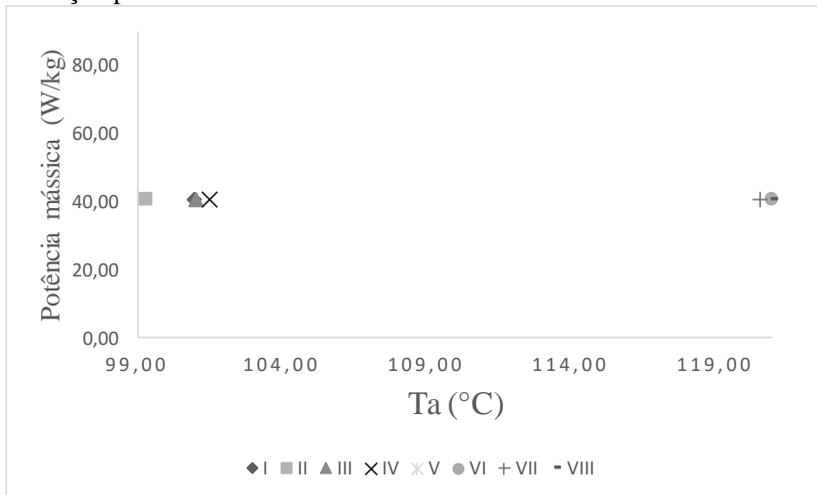
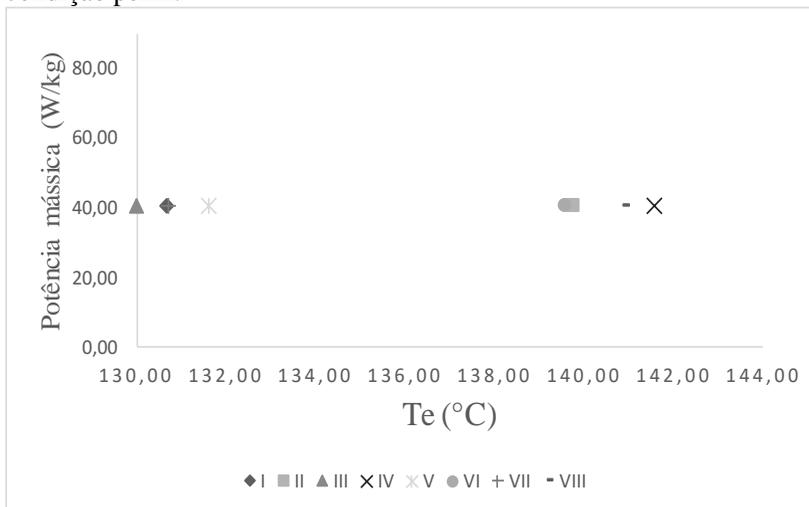


Figura 4.23 - Relação  $P_{\text{mássico}}$  com  $T_e$  quando a câmara operou em condição perfil.



Por meio da Figura 4.20, observou-se que para uma vazão maior obteve-se uma menor potência mássica, como ocorreu para as condições (I e III), (II e IV), (V e VII) e (VI e VIII), da mesma forma que ocorreu para condição isotérmica. A menor vazão de alimentação na

coluna de destilação requer uma maior potência, devido a maior taxa de troca de calor e massa entre a câmara de vapor e o tubo de destilação, que ocasiona a formação de uma película de menor espessura.

Quando analisou-se a relação da potência mássica em relação a temperatura de alimentação (Figura 4.22), observou-se que a potência mássica de  $40,66 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$  (condição I) foi similar a potência mássica da condição V, que apresentou teor de  $37,15 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$ , onde verifica-se que os dois testes apresentaram as mesmas variáveis de entrada, exceto que a primeira condição tem menor  $T_a$ . Da mesma maneira que ocorreu na condição IV e VIII que apresentaram potência mássica de  $42,96 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$  e  $37,48 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$ , respectivamente. Para as outras condições a diferença de potência mássica ficou em torno de  $0,50 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$  (II e VI) e  $0,17 \text{ W} \cdot \text{kg}^{-1}$  (III e VII). Logo, a variação da temperatura de alimentação não foi limitante para o consumo energético da unidade unitubular para a separação de tolueno, uma vez que a potência mássica ficou praticamente constante quando houve a variação da temperatura de alimentação.

Por meio da Figura 4.23, observou-se que quanto maior  $T_e$ , maior foi a potência mássica obtida, conforme comparando as condições (I e II), (III e IV), (V e VI) e (VII e VIII), da mesma maneira que ocorreu para condição isotérmica.

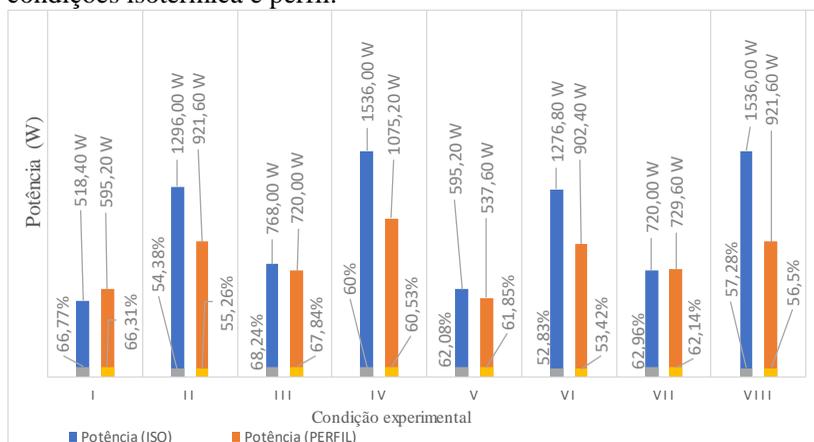
Com as variáveis de entrada ( $Q_a$ ,  $T_a$  e  $T_e$ ) foram observados que com maior a temperatura do evaporador maior foi a potência mássica para o sistema de destilação, no entanto a elevação da vazão de alimentação diminuiu a potência mássica. A temperatura de alimentação não interferiu na potência mássica do sistema.

Com o estudo da separação, comportamento do processo e estudo térmico da mistura tolueno-xileno na unidade unitubular, observa-se que houve separação de tolueno no destilado, apresentando melhor desempenho na condição III (isotérmico, Tabela 3.3) com fração mássica de 68,24% tendo temperatura mais branda do evaporador ( $130 \text{ }^\circ\text{C}$ ), menor temperatura de alimentação ( $100 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e maior vazão de alimentação ( $24 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ ). A fração mássica elevada também foi obtida por meio de um menor consumo energético, uma vez que para elevadas temperaturas do evaporador foram necessárias um maior consumo energético, mesmo apresentando um menor teor de fração mássica de tolueno no destilado, conforme Figura 4.24. Por meio da Figura 4.24 também se observa que a potência consumida para a condição isotérmica e perfil foram similares principalmente quando a temperatura do evaporador ficou menos aquecido ( $130 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Assim, para os testes na unidade multitubular foram utilizadas apenas as condições III e IV

apresentadas na Tabela 4.3, que foram as condições mais branda e mais aquecida, respectivamente, uma vez que a temperatura do evaporador foi o parâmetro que mais influenciou no processo, como foi observado por meio do diagrama de Pareto.

A seguir foram apresentados os resultados da destilação de filme descendente multitubular tolueno-xileno, mas antes destes ensaios foram realizados uma validação na unidade multitubular com a mistura etanol-água a fim de observar o comportamento da mesma em relação a unidade unitubular.

Figura 4.24 - Comparação da fração mássica e potência para as condições isotérmica e perfil.



## 4.2 COLUNA DE DESTILAÇÃO DE FILME DESCENDENTE MULTITUBULAR

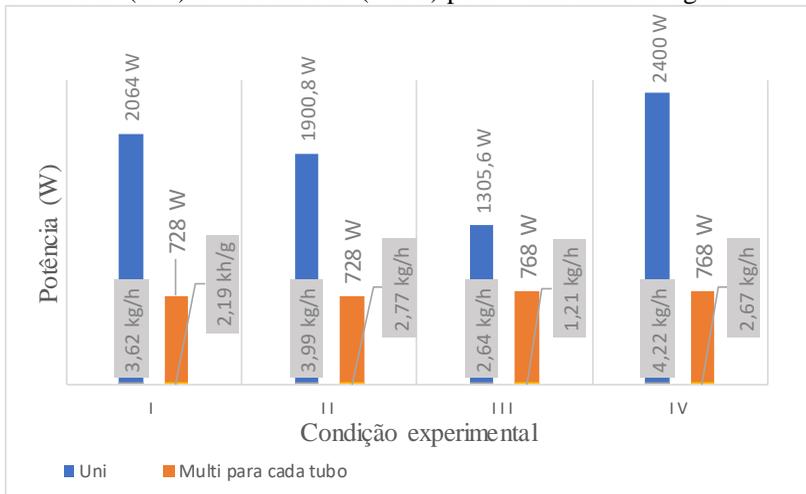
Nos itens a seguir serão discutidos a validação da unidade multitubular em relação a unidade unitubular com a separação da mistura etanol-água, e também serão apresentados os resultados da separação de tolueno-xileno na unidade multitubular, cujos testes tiveram por objetivo avaliar o aumento de produtividade do destilado, averiguando assim a fração mássica e o custo energético do processo em relação a unidade unitubular.

### 4.2.1 Teste de validação com etanol-água

Na Tabela 4.5 é apresentado os resultados dos experimentos realizados com a unidade unitubular e multitubular com a mistura etanol-água.

A fração mássica de etanol no topo da unidade multitubular apresentou menor valor que o da unidade unitubular (condição isotérmico e perfil). Esta diferença representou uma redução média de 6,80%. Considera-se que esta redução não é relevante, uma vez que as unidades apresentam capacidades de alimentação diferentes e que a câmara de vapor fornece calor para um único tubo de calor (unitubular) e a câmara de vapor da multitubular fornece calor para nove tubos de destilação. Como ocorreu também em relação a vazão de destilado, que apresentou resultado médio de  $2,21 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ , enquanto que o tubo de destilação da unidade unitubular apresentou resultado médio de vazão de destilado de  $3,62 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ .

Figura 4.25 - Relação da potência e da vazão de destilado para unidade unitubular (Uni) e multitubular (Multi) para mistura etanol-água.



Em relação a eficiência energética, observa-se por meio da Figura 4.25, que a unidade multitubular apresentou uma potência mais baixa para cada tubo de destilação para produzir uma quantidade similar de vazão de destilado em relação a vazão de destilado do tubo de destilação da unitubular. Os valores médios apresentaram que cada tubo

de destilação da multitubular forneceu 728 W para produzir uma vazão de destilado de  $2,21 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ , enquanto que o tubo de destilação da unitubular precisou de 1917,60 W para produzir uma vazão de destilado de  $3,62 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ . Com isso, observou-se que a unidade unitubular consumiu mais que o dobro de energia do que a unidade multitubular, para produzir praticamente a mesma quantidade de vazão de destilado.

A separação da mistura etanol-água na unidade multitubular apresentou elevada produtividade, elevando a vazão do destilado em torno de seis vezes a vazão do destilado da unidade unitubular. Essa vazão seria de nove vezes a vazão da unitubular, uma vez que a multitubular apresenta nove tubos de destilação. Algumas hipóteses podem ser abordadas como i) formação de pontos preferencias na alimentação, ou seja, um tubo pode ter recebido mais alimentação que outro, uma vez que não se pode garantir uma distribuição de 100% na alimentação, visto que existem duas entradas para alimentação e os oito tubos de destilação estão posicionados em círculo e o nono tubo está no centro, assim podem ocorrer pontos preferenciais; ii) formação de película nos nove tubos, pode ser que algum tubo não tenham formado película em algum momento do processo, provocando assim a não separação da mistura; e iii) se ocorreu transferência de calor em todos tubos, a transferência de calor se deu por meio da câmara de vapor, então pode ter ocorrido que algum tubo de destilação não tenha recebido calor necessário para formação de película em algum momento do processo, e conseqüentemente a não ocorreu separação de tolueno-xileno.

Assim, a unidade multitubular apresentou comportamento mais eficiente do que a unidade unitubular para a mistura etanol-água, tornando a validação da unidade multitubular eficiente.

Tabela 4.5 - Comparação dos resultados obtidos da unidade unitubular com a multitubular com a mistura etanol-água.

	Uni	Multi	Uni	Multi	Uni	Multi	Uni	Multi
	I		II		III		IV	
Condição	Isotérmico				Perfil			
Condições de entrada								
Fração mássica de etanol na alimentação = 10%								
T <sub>a</sub> (°C)	81,60 ± 0,02	81,25 ± 0,31	90,70 ± 0,01	91,10 ± 0,42	82,30 ± 0,01	81,20 ± 0,23	81,40 ± 0,12	81,60 ± 0,23
T <sub>e</sub> (°C)	100,60 ± 0,02	112,90 ± 0,15	101,20 ± 0,11	106,20 ± 0,12	112,80 ± 0,10	112,40 ± 0,18	120,20 ± 0,09	125,50 ± 0,16
Q <sub>a</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	28,30 ± 0,11	261,33 ± 0,49	28,89 ± 0,25	257,47 ± 0,89	27,22 ± 0,45	250,75 ± 0,79	28,17 ± 0,15	243,47 ± 0,72
Resultados								
Q <sub>b</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	24,68 ± 0,12	241,61 ± 0,42	24,90 ± 0,30	232,57 ± 0,70	24,58 ± 0,25	239,88 ± 0,72	23,95 ± 0,23	219,42 ± 0,69
Q <sub>t</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	3,62 ± 0,10	19,72 ± 0,56	3,99 ± 0,32	24,90 ± 0,69	2,64 ± 0,32	10,87 ± 0,72	4,22 ± 0,18	24,05 ± 0,50
T <sub>b</sub> (°C)	90,80 ± 0,20	91,50 ± 0,18	92,80 ± 0,26	94,15 ± 0,29	90,10 ± 0,15	88,30 ± 0,56	93,00 ± 0,21	89,90 ± 0,32
T <sub>i</sub> (°C)	88,10 ± 0,20	92,90 ± 0,25	90,00 ± 0,39	95,35 ± 0,42	87,00 ± 0,11	89,60 ± 0,50	89,20 ± 0,19	90,90 ± 0,45
T <sub>1</sub> (°C)	100,80 ± 0,20	100,50 ± 0,56	101,30 ± 0,10	102,50 ± 0,96	110,00 ± 0,21	109,34 ± 0,56	117,00 ± 0,11	116,00 ± 0,32
T <sub>10</sub> (°C)	100,80 ± 0,20	100,50 ± 0,56	101,30 ± 0,10	102,50 ± 0,96	92,90 ± 0,15	98,75 ± 0,78	99,20 ± 0,21	104,00 ± 0,32
P (W)	2064,00 ± 9,56	6552,00 ± 8,23	1900,80 ± 7,56	6552,00 ± 8,25	1305,60 ± 5,63	6912,00 ± 8,26	2400,00 ± 8,01	6912,00 ± 7,21
P <sub>mássica</sub> (W · kg <sup>-1</sup> )	73,00 ± 0,26	25,07 ± 0,52	65,80 ± 0,56	25,45 ± 0,40	47,96 ± 0,26	27,57 ± 0,85	85,20 ± 0,30	28,39 ± 0,71
X <sub>etanol t</sub> (%)	54,00 ± 0,21	46,59 ± 0,80	49,80 ± 0,08	43,50 ± 1,03	56,00 ± 0,11	49,12 ± 0,57	51,00 ± 0,19	44,36 ± 0,35

T<sub>a</sub> - temperatura da alimentação; T<sub>e</sub> - temperatura do evaporador; T<sub>b</sub> - temperatura da base; T<sub>i</sub> - temperatura do destilado; T<sub>1</sub> - temperatura inferior da câmara de vapor; T<sub>10</sub> - temperatura superior da câmara de vapor; P - potência fornecida pelas resistências do evaporador da câmara de vapor; P<sub>mássica</sub> - potência em relação a vazão mássica da alimentação; Q<sub>b</sub> - vazão da base; Q<sub>t</sub> - vazão do destilado; Q<sub>a</sub> - vazão de alimentação; X<sub>etanol t</sub> - fração mássica de etanol no destilado; Uni: coluna de destilação de filme descendente unitubular; Multi: coluna de destilação de filme descendente multitubular.

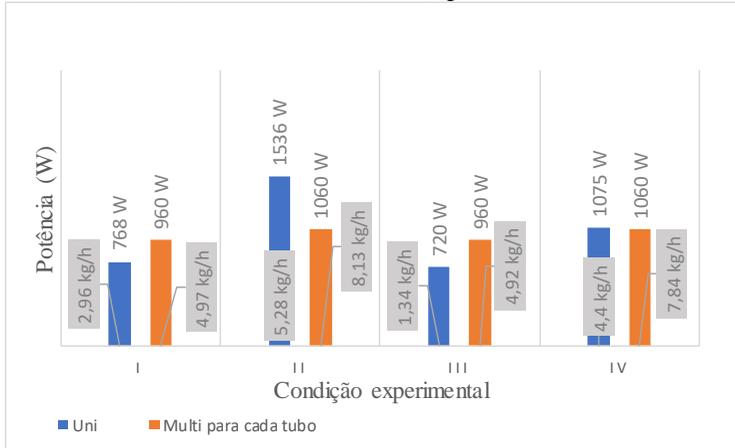
### 4.2.2 Separação da mistura de tolueno-xileno

As discussões dos resultados da Tabela 4.6 foram em relação a condição mais amena (I e III, Uni e Multi) e a condição mais aquecida (II e IV, Uni e Multi), uma vez que a câmara operando em isotérmico e perfil apresentaram resultados similares, assim foi considerado que a câmara operando em condição isotérmico e perfil como uma condição única.

A fração mássica de tolueno no destilado obtida da unidade multitubular apresentou menor valor que o obtido a unidade unitubular (condição isotérmico e perfil), conforme Tabela 4.6. Esta diferença representou uma redução média de 1,30%. Redução não relevante, uma vez que as unidades apresentam capacidades de alimentação diferentes e que a câmara de vapor fornece calor para um único tubo de calor (unitubular) e a câmara de vapor da multitubular fornece calor para nove tubos de destilação.

Observa-se que para cada tubo de destilação da unidade multitubular, a vazão de destilado apresentou valor médio de  $5,00 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  (condição mais amena) e  $8,00 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  (condição mais aquecida), enquanto que o tubo de destilação da unidade unitubular apresentou valor médio de vazão de destilado de  $2,15 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  (condição mais amena) e  $4,80 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  (condição mais aquecida). Assim, a produtividade de cada tubo de destilação da unidade multitubular para a mistura tolueno-xileno foi maior tanto para condição mais aquecida bem como para condição mais amena.

Figura 4.26 - relação da potência e da vazão de destilado para unidade unitubular (Uni) e multitubular (Multi) para mistura tolueno-xileno.



Em relação a eficiência energética, observa-se por meio da Figura 4.26, que a unidade multitubular apresentou uma potência similar a unitubular para produzir praticamente o dobro de vazão de destilado da vazão da unitubular. Os valores médios apresentaram que cada tubo de destilação da multitubular forneceu 1010 W para produzir uma vazão de destilado de  $6,47 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ , enquanto que o tubo de destilação da unitubular precisou de 1024,75 W para produzir uma vazão de destilado de  $3,50 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ . Com isso, observou-se que a unidade unitubular consumiu praticamente a mesma quantidade de energia do que a unidade multitubular, para produzir praticamente o dobro da vazão de destilado.

A separação da mistura tolueno-xileno na unidade multitubular apresentou elevada produtividade, elevando a vazão do destilado em torno de 15 vezes a vazão do destilado da unidade unitubular. Isto quer dizer que houve uma melhor transferência de calor da câmara de vapor para o tubo de destilação favorecendo assim a formação da película, e conseqüentemente a separação de tolueno como destilado. Diferente do que ocorreu para mistura etanol-água, uma vez que a vazão de destilado da multitubular ficou abaixo do que esperado em relação a unitubular (era esperado que pelo menos houvesse uma vazão de destilado na multitubular de nove vezes a vazão de destilado da unitubular).

Observa-se por meio da Figura 4.27, que quando foi simulado um processo convencional por meio das variáveis de entrada da unidade multitubular obteve-se uma coluna com 25 pratos (alimentação no décimo prato) para obter uma fração mássica de 66,24% de tolueno no

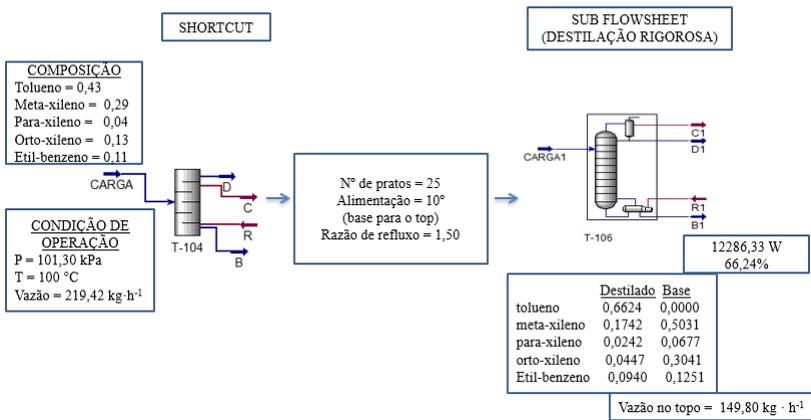
destilado com vazão de destilado de  $149,80 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  e com consumo energético de  $12286,33 \text{ W}$ . Comparando a destilação convencional com a unidade de filme multitubular, observou-se um baixo  $Q_t$  em relação ao processo convencional, mas elevado em relação a unidade unitubular, visto que a unidade multitubular apresentou nove tubos de destilação. Em relação a eficiência energética, o consumo energético foi bem menor para a unidade de filme descendente multitubular tanto para condição mais aquecida bem como para condição mais amena. Resultados estes que foram pontos positivos em relação a produtividade e eficiência energética da coluna de filme descendente.

Tabela 4.6 - Comparação dos resultados obtidos da unidade unitubular com a multitubular com a mistura tolueno-xileno.

	Uni	Multi	Uni	Multi	Uni	Multi	Uni	Multi
	I		II		III		IV	
Condição	Isotérmico				Perfil			
Condições de entrada								
Fração mássica de tolueno na alimentação = 43%								
T <sub>a</sub> (°C)	102,10 ± 0,08	101,25 ± 0,38	100,87 ± 0,03	100,20 ± 0,43	101,03 ± 0,07	100,50 ± 0,29	101,47 0,01	101,36 ± 0,42
T <sub>e</sub> (°C)	132,90 ± 0,18	133,10 ± 0,23	139,90 ± 0,15	142,00 ± 0,40	130,03 ± 0,11	132,80 ± 0,24	141,60 0,09	141,90 ± 0,33
Q <sub>a</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	25,13 ± 0,10	211,14 ± 0,68	24,73 ± 0,13	211,15 ± 0,42	24,40 ± 0,21	218,63 ± 0,32	25,03 0,23	219,24 ± 0,26
Resultados								
Q <sub>b</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	22,17 ± 0,13	166,38 ± 0,30	19,45 ± 0,16	137,95 ± 0,35	23,06 ± 0,11	174,35 ± 0,40	20,63 0,10	148,64 ± 0,26
Q <sub>t</sub> (kg · h <sup>-1</sup> )	2,96 ± 0,18	44,76 ± 0,26	5,28 ± 0,13	73,20 ± 0,29	1,34 ± 0,10	44,28 ± 0,22	4,40 0,09	70,60 ± 0,29
T <sub>b</sub> (°C)	125,77 ± 0,26	121,80 ± 0,45	128,73 ± 0,23	126,25 ± 0,36	125,27 ± 0,16	124,30 ± 0,43	129,37 0,20	130,80 ± 0,42
T <sub>t</sub> (°C)	121,43 ± 0,18	121,60 ± 0,23	124,63 ± 0,12	125,00 ± 0,50	116,43 ± 0,10	117,00 ± 0,28	120,70 0,12	125,60 ± 0,37
T <sub>1</sub> (°C)	133,03 ± 0,11	134,60 ± 0,25	140,33 ± 0,12	141,00 ± 0,31	131,83 ± 0,09	133,40 ± 0,53	141,90 0,10	141,00 ± 0,29
T <sub>10</sub> (°C)	133,03 ± 0,11	134,60 ± 0,28	140,33 ± 0,12	141,00 ± 0,32	121,00 ± 0,15	122,90 ± 0,54	130,00 0,12	130,90 ± 0,27
P (W)	768,00 ± 5,54	8640,00 ± 5,54	1536,00 ± 9,60	9540,00 ± 5,54	720,00 ± 9,60	8640,00 ± 5,54	1075,20 ± 9,60	9540,00 ± 5,54
P <sub>mássica</sub> (W · kg <sup>-1</sup> )	30,50 ± 0,14	40,92 ± 0,19	62,11 ± 0,09	45,18 ± 0,13	29,51 ± 0,20	39,52 ± 0,08	42,95 ± 0,02	43,51 ± 0,07
X <sub>etanol t</sub> (%)	68,24 ± 0,23	66,72 ± 0,24	60,00 ± 0,07	58,86 ± 0,54	67,84 ± 0,01	65,99 ± 0,35	60,53 ± 0,23	58,60 ± 0,42

T<sub>a</sub> - temperatura da alimentação; T<sub>e</sub> - temperatura do evaporador; T<sub>b</sub> - temperatura da base; T<sub>t</sub> - temperatura do destilado; T<sub>1</sub> - temperatura inferior da câmara de vapor; T<sub>10</sub> - temperatura superior da câmara de vapor; P - potência fornecida pelas resistências do evaporador da câmara de vapor; P<sub>mássica</sub> - potência em relação a vazão mássica da alimentação; Q<sub>b</sub> - vazão da base; Q<sub>t</sub> - vazão do destilado; Q<sub>a</sub> - vazão de alimentação; X<sub>tolueno t</sub> - fração mássica de tolueno no destilado; Uni: coluna de destilação de filme descendente unitubular; Multi: coluna de destilação de filme descendente multitubular.

Figura 4.27 - Ilustração da separação de tolueno em coluna de destilação convencional empregando o *Aspen Hysys* para vazão de 219,42 kg · h<sup>-1</sup>.





## 5 CONCLUSÃO

O intuito desse estudo foi apresentar conhecimento na área de destilação, apresentando as novas tecnologias de destilação, uma vez que há uma necessidade na melhoria na eficiência energética dos processos. As novas tecnologias foram apresentadas neste trabalho por meio das colunas de destilação de filme descendentes unitubular e multitubular.

Com a unidade unitubular foi realizado a separação de orto-xileno dos demais isômeros, os resultados mostraram que houve uma tendência para separação de orto-xileno no produto de base quando o processo de destilação ocorria a elevadas temperaturas do evaporador, aqui chamada de condição mais aquecida.

Na unidade unitubular também foi realizada a separação de tolueno no xileno, os resultados mostraram que houve separação de tolueno no destilado para todas as condições, variando a temperatura de alimentação, vazão de alimentação e temperatura do evaporador. Mas o melhor resultado obtido foi para condição mais amena, maior vazão de alimentação e menor temperatura de alimentação, tanto para a câmara operando na condição isotérmica ou perfil.

Mesmo apresentando elevados valores de fração mássica de tolueno no destilado, a vazão de destilado foi baixa para todas as condições, com isso foi utilizada a unidade multitubular para separação de tolueno para duas condições (uma condição mais aquecida e outra mais amena), a fim de aumentar a produtividade com uma elevada eficiência energética. Com isso, a multitubular apresentou resultados elevados de produtividade. A produtividade foi aumentada em 15 vezes em relação a vazão do destilado produzida na unidade unitubular. O consumo energético da separação de tolueno na multitubular ficou similar aos resultados apresentados para separação de tolueno na unitubular. A fração mássica de tolueno no destilado na multitubular ficou próxima da obtida na unitubular, tendo uma redução média menor que 1,50%.

Mas antes da separação de tolueno na unidade multitubular, foi realizado uma validação da unidade com a mistura etanol-água, a fim de observar o comportamento da unidade. Os resultados mostraram que houve aumento da produtividade com baixo consumo energético para todas as condições.

Por fim, os resultados apresentados foram satisfatórios tendo elevada fração mássica de tolueno no destilado para a unidade unitubular e multitubular, validação da unidade multitubular com a separação da mistura etanol-água, aumento da produtividade com eficiência energética na unidade multitubular para separação de tolueno quando comparada a unitubular e uma tendência de separação de orto-xileno para condições mais aquecidas.

### 5.1 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

- I. Realização da destilação de filme multitubular com a mistura isômeros de xileno para averiguar a tendência de separação de orto-xileno;
- II. Realização da dinâmica e eficiência de transferência de massa e calor da unidade de filme.

## 6 REFERÊNCIAS

AGRAWAL, R.; FIDKOWSKI, Z. T. Are Thermally Coupled Distillation Columns Always Thermodynamically More Efficient for Ternary Distillations? **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 37 (8), p. 3444-3454, 1998.

AGUILAR, E. W. Z; MOREIRA, J. R. S. Horizontal tube bundle falling film distiller for ammonia - water mixtures. Distillateur à faisceau de tubes horizontaux à film tombant pour des mélanges ammoniac-eau. **International Journal of Refrigeration**, v. 59, p. 304-316, 2015.

AMERICAN CONFERENCE OF GOVERNMENTAL INDUSTRIALS HYGIENISTS. TLVs® and BEIs®: Based on the Documentation of the Threshold Limit Values (TLVs®). **Chemical Substances and Physical Agents & Biological Exposure Indices (BEIs®)**. Cincinnati - USA, 2014.

ARRISON, N. L. Patente nº US2002/0053505 A1. Edmonton, CA. Estados Unidos, 2002.

ASPRION, N.; KAIBEL, G. Dividing wall columns: Fundamentals and recent advances. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, p. 139-146, 2010.

AVILA, S. T.; DÍAZ, L. A. D.; HERRERA, N. M.; GUTIÉRREZ, A. J.; HAHN, J. Dividing-wall columns: Design and control of a kaibel and a satellite distillation column for BTX separation **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, P. 1-15, 2017.

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

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

BATISTELLA, C. B.; MACIEL, M. R. W.; MACIEL FILHO, R. Rigorous modeling and simulation of molecular distillators: development of a simulator under conditions of non ideality of the vapour phase. **Computers & Chemical Engineering**, v. 24, p. 1309-1315, 2000.

BLAHUSIAK, M.; SCHLOSSER, S.; CVENGROS, J. Simulation of a new regeneration process of solvents with ionic liquid by short-path distillation. **Separation and Purification Technology**, v. 97, p. 186-194, 2012.

CABALLERO, J. A.; GROSSMANN, I. E. Design of distillation sequences: from conventional to fully thermally coupled distillation systems. **Computers Chemical Engineering**, v. 28, p. 2307-2329, 2004.

CHEN, T.; ZHANG, B.; CHEN, Q. Heat integration of fractionating systems in para-xylene plants based on column optimization. **Energy**, v. 72, p. 311-321, 2014.

CRAVEIRO, V. S. **Reconfiguração das Colunas de Separação de Xilenos.** 110 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Instituto Superior de Engenharia do Porto - ISEP, 2009.

DAI, X.; YE, Q.; QIN, J.; YU, H.; SUO, X.; LI, R. Energy-saving dividing-wall column design and control for benzene extraction distillation via mixed entrainer. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 100, pp. 49-64, 2016.

DRAGHICIU, L.; ISOPESCU, R.; WOINAROSCHY, A. Capital cost reduction by the use of divided wall distillation column. **Revista de Chimie**, v. 60, p. 1056-1060, 2009.

EBRAHIMZADEH, E.; MATAGI, J.; FAZLOLLAHI, F.; BAXTER, L. L. Alternative extractive distillation system for CO<sub>2</sub> - ethane azeotrope separation in enhanced oil recovery processes. **Applied Thermal Engineering**, v. 96, p. 39-47, 2016.

ENGELIEN, H. K. **Process Integration Applied to the Design and Operation of Distillation Columns**. 134 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade de Ciência e Tecnologia da Noruega – NTNU - Trondheim, 2004.

ERRICO, M.; TOLA, G.; RONG, B.; DEMURTAS, D.; TURUNEN, I. Energy saving and capital cost evaluation in distillation column sequences with a divided wall column. **Chemical Engineering Research & Design**, v. 87, p. 1649-1657, 2009.

FREGOLENTE, L. V.; FREGOLENTE, P. B. L.; CHICUTA, A. M.; BATISTELLA, C. B.; MACIEL FILHO, R.; MACIEL, M. R. W. Effect of Operating Conditions on the Concentration of Monoglycerides Using Molecular Distillation. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 85, p. 1524-1528, 2007.

GÓRAK, A.; SORENSEN, E. *Distillation Fundamentals and Principles*. Academic Press, p. 145-185, 2014.

GUERRA, R. G.; DUEÑAS, R. M.; GONZÁLEZ, J. C.; HERNÁNDEZ, J. G. S.; HERNÁNDEZ, S.; AGUIRRED, A. H. Design and optimization of HIDiC columns using a constrained Boltzmann-based estimation of distribution algorithm-evaluating the effect of relative volatility. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 104, p. 29-42, 2016.

GROSSMANN, I. E.; LIMA, R. M. Optimal synthesis of p-xylene separation processes based on crystallization technology. **AIChE Journal**, v. 55, p. 354-373 2009.

HALVORSEN, I. J.; SKOGESTAD, S. Energy Efficient Distillation. **Journal of Natural Gas Science & Engineering**, v. 3, p. 571-580, 2011.

HALVORSEN, I. J. SKOGESTAD, S. Minimum energy consumption in multicomponent distillation. 2. Three-product Petlyuk arrangements. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 42, p. 605-615, 2003a.

HALVORSEN, I. J. SKOGESTAD, S. Minimum energy consumption in multicomponent distillation. 3. More than three products and generalized Petlyuk arrangements. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 42, p. 616-629, 2003b.

HICKMAN, K. C. D. High Vacuum short - path distillation - A Review. **Chemical Reviews**, p. 56, 1943.

HU, H.; HUANG, J.; WU, S.; YU, P. Simulation of vapor flows in short path distillation. **Computers & Chemical Engineering**, v. 49, p. 127-135, 2013.

HUANG, D.; YANG, C.; XUE, X.; WANG, Q.; QIU, T. Isobaric vapor - liquid equilibrium of the binary system sec-butyl acetate + para-xylene and the quaternary system methyl acetate + para-xylene + sec-butyl acetate + acetic acid at 101.3 kPa. **Fluid Phase Equilibria**, v. 402, p. 50-55, 2015.

ISOPESCU, R.; WOINAROSCHY, A.; DRAGHICIU, L. Energy reduction in a divided wall distillation column. **Revista de Chimie**, v. 59, p. 812-815, 2008.

KAIBEL, B.; JANSEN, H.; ZICH, E. OLUJIC, Z. Unfixed dividing wall technology for packed and tray distillation columns. **Distillation and Absorption**, v. 152, p. 252-266, 2006.

KANDYALA, R.; RAGHAVENDRA, S. P. R.; RAJASEKHARAN, S. Xylene: An overview of its health hazards and preventive measures. **Journal of Oral and Maxillofacial Pathology**, v. 14, p. 1-5, 2010.

KATAYAMA, H.; KOBAYASHI, T.; MIZUTANI, M. Design and Mass Transfer Characteristics of Rotating Screw Brush Horizontal Distillation Column. **Journal of Chemical Engineering Japan**, v. 33, p. 689-695, 2000.

KATAYAMA, H.; KOBAYASHI, T.; ISHIKAWA, S. Characterization of Horizontal Distillation Column Equipped with Rotating Cylindrical Gauze-Spring Packing. **Journal of Chemical Engineering Japan**, v. 34, p. 558-562, 2001.

KIM, B. C.; CHUN, H. H.; KIM, Y. H. Energy-Efficient Diabatic Distillation Using a Horizontal Distillation Column. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 52, 14927-14935, 2013.

KIM, Y. H. Energy saving of side-column DWCs for quaternary separation. **Energy**, v. 86, p. 617-626, 2015.

KISS, A. A.; PRAGT, J. J.; VAN STRIEN, C. J. G. Reactive dividing-wall columns-How to get more with less resources? **Chemical Engineering Communications**, v. 196, p. 1366-1374, 2009.

KISS, A. A.; REWAGAD, R. R. Energy efficient control of a BTX dividing-wall column. **Computers & Chemical Engineering**, v. 35, p. 2896-2904, 2011.

KISS, A. A.; LANDAETA S. J. F.; FERREIRA, C. A. I. Towards energy efficient distillation technologies - making the right choice. **Energy**, v. 47, p. 531-542, 2012.

KISS, A. A.; IGNAT, R. M.; LANDAETA, S. J. F.; HAAN, A. B. Intensified process for aromatics separation powered by Kaibel and dividing-wall columns. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 67, p. 39-48, 2013.

KOLBE, B.; WENZEL, S. Novel distillation concepts using one-shell columns. **Chemical Engineering & Processing**, v. 43, p. 339-346, 2004.

LEE, J. Y.; KIM, Y. H.; HWANG, K. S. Application of a fully thermally coupled distillation column for fractionation process in naphtha reforming plant. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 43, p. 495-501, 2004.

LIÑAN, L. Z.; LIMA, N. M. N.; MANENTI, F.; MACIEL, M. R. W.; MACIEL FILHO, R.; MEDINA, L. C. Experimental campaign, modeling, and sensitivity analysis for the molecular distillation of petroleum residues 673.15 K +. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 90, p. 243-258, 2012.

MACHADO, D. Simulação da produção de para-xileno. 178 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Instituto Superior de Engenharia do Porto - ISEP, 2009.

MANTELLI, M. B. H.; BARBOSA, W.; BORGES, A. T. Performance of naphthalene thermosyphons with non-condensable gases - Theoretical study and comparison with data. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 53, p. 3414-3428, 2010.

MARANGONI, C. **Implementação de uma estratégia de controle com ação distribuída em uma coluna de destilação**. 133 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, 2005.

MINCEVA, M.; RODRIGUES, A. E. Understanding and Revamping of Industrial Scale SMB Units for p-Xylene Separation. **AIChE Journal**, v. 53, p. 138-149, 2007.

MINCEVA, M.; GOMES, P. S.; MESHKO, V.; RODRIGUES, A. E. Simulated moving bed reactor for isomerization and separation of p-xylene. **Chemical Engineering Journal**, v. 140, p. 305-323, 2008.

NAVARRO, M. A.; JAVALOYES, J.; CABALLERO, J. A.; GROSSMANN, I. E. Strategies for the robust simulation of thermally coupled distillation sequences. **Computers & Chemical Engineering**, v. 36, p. 149-159, 2012.

OLUJIC, Z.; JÖDECKE, M.; SCHUCH, A.; SHILKIN, G.; KAIBEL, B. Equipment improvement trends in distillation. **Chemical Engineering and Processing**, v. 48, p. 1089-1104, 2009.

ORTEGA, C. E. T.; ERRICO, M.; RONG, B. G. Design and optimization of modified non-sharp column configurations for quaternary distillations. **Computers & Chemical Engineering**, v. 74, p. 15-27, 2015.

OTERHALS, A.; KVAMM, B.; BERNTSSEN, M. H. G. Modeling of a short-path distillation process to remove persistent organic pollutants in fish oil based on process parameters and quantitative structure properties relationships. **Chemosphere**, v. 80, p. 83-92, 2010.

O'Brien, N. G. Reducing column steam consumption. **Control Engineering Practice**, p. 65-67, 1976.

PARISOTTO, I. G. B. **Destilação por Película para Misturas Binárias**. 118 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, 2013.

PARRA, M. T. M. **Estudo energético da configuração em série de colunas de destilação por filme descendente**. 115 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, 2017.

PERUZZO, T. **Avaliação da desidratação de Trietilenoglicol através do processo de destilação por filme descendente**. 81 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, 2013.

PETLYUK, E. B.; PLATONOV, V. M.; SLAVINSKII, D. M. Thermodynamically optimal method for separating multicomponent mixtures. **International Chemical Engineering**, v. 5, p. 555-561, 1965.

PIRES, A. P. B. **Recuperação de Monoetilenoglicol em coluna de destilação de película descendente**. 129 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, 2016.

PINTO, L. T. **Aplicação de colunas de multiplo-efeito na destilação do sistema etanol-água. Economia de energia.** 202 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Produção, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, 1987.

PREMKUMAR, R.; RANGAIAH, G. P. Retrofitting conventional column systems to dividing-Wall Columns. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 87, p. 47-60, 2009.

RASHED, O. A.; FAHIM, M. A.; SHAABAN, M. Prediction and measurement of phase equilibria for the extraction of BTX from naphtha reformat using BMIMPF6 ionic liquid. **Fluid Phase Equilibria**, V 363, p. 248-262, 2014.

RONG, B. G.; KRASLAWSKI, A.; TURUNEN, I. Synthesis of functionally distinct thermally coupled distillation configurations for quaternary distillations. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 42, p. 1204-1214, 2003.

RONG, B. G.; ERRICO, M. Synthesis of intensified simple column configurations for multicomponent distillations. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 61, p. 1-17, 2012.

SAIFUTDINOV, A. F.; PARKHOMENKO, E. D. Patente nº (11) 2102104 (13) C1, 1998.

SAIFUTDINOV, A. F.; TUSTLY, A.; BEKETOV, O. E.; LADOSHKIN, V. S. Patente nº (11) 2132214 (13) C1, 1999.

SAIFUTDINOV, A. F.; BEKETOV, O. E.; LADOSHKIN, V. S.; NESTEROV, G. A.; TLOUSTY, A. S.; IVANOV, G. I. Patente nº WO 03/078014 A1, 2003.

SALINAS, J. Z.; FERNÁNDEZ, J. B.; GARCÍA, R. G. Modified method to improve the design of Petlyuk distillation columns. **Chemistry Central Journal**, v. 41, p. 1-10, 2014.

SCHULTZ, M. A.; STEWART, D. G.; HARRIS, J. M.; ROSENBLUM, S. P.; SHAKUR, M. S.; O'BRIEN, D. E. Reduce costs with dividing-wall columns. **Chemical Engineering Progress**, p. 64-71, 2002.

SEADER, J. D.; HENLEY, E. J.; ROPER, D. K. Separation process principles: chemical and biochemical operations. Nova York, John Wiley & Sons, 2011.

SHAHZAD, M. W.; MYAT, A.; CHUN, W. G.; NG, K. C. Bubble-assisted film evaporation correlation for saline water at sub-atmospheric pressures in horizontal-tube evaporator. **Applied Thermal Engineering**, v. 50, p. 670-676, 2013.

STROEFER E.; LANG, N.; LICHTFERS, U.; STEINBRENNER, U.; HASSE, H. Separation of liquid mixture in a film evaporator. US 2007/0106096 A1, Patent number: 7414159, 04/03/2003, 2007.

TAVARES, E. G. **Análise térmica de uma câmara de vapor com vistas a aplicação em unidades de destilação.** 139 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, 2010.

TAVARES, E. G. **Condensação em cavidades considerando convecção natural difusiva e dupla na presença de gases não condensáveis.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, 2017.

TELEKEN, J. G. **Modelagem matemática e análise fluidodinâmica do processo de destilação por filme líquido descendente.** 153 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, 2013.

TELEKEN, J. G.; WERLE, L. O.; PARISOTTO, I. G. B.; MARANGONI, C.; MENEGUELO, A. P.; BOLZAN, A.; MACHADO, R. A. F. Computational fluid dynamics simulation of the feed distribution system of a falling film distillation device. **Computer Aided Chemical Engineering**, v. 31, 2012, p. 845-849, 2012.

TISSOT, B. P.; WELTE, D. H. Petroleum formation and occurrence. **Springer-erlag**, p. 375-423, 1984.

TRIGUEROS, D. E. G. **Avaliação da cinética de biodegradação dos compostos tóxicos: benzeno, tolueno, etil-benzeno, xileno e fenol.** 157 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Estadual do Oeste do Paraná, 2008.

UWITONZE, H.; HWANG, K. S.; LEE, I. A new design method and operation of fully thermally coupled distillation column. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 102, p. 47-58, 2016.

WOLFF, E. A.; SKOGESTAD, S. Operation of integrated three-product (Petlyuk) distillation. *Industrial Engineering Chemical & Research*, v. 34, p. 2094-2103, 1995.

ZAO-Linas Techno. Linas Technology - Distillation of 21 century, 1999.