



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

José Luiz Francisco Alves

**Dinâmica de colunas de destilação de película descendente assistidas por termossifão**

Florianópolis  
2021

José Luiz Francisco Alves

**Dinâmica de colunas de destilação de película descendente assistidas por termossifão**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Química.

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

Coorientador: Prof. Dr. Ricardo A. Francisco Machado

Florianópolis

2021

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

Alves, José Luiz Francisco  
Dinâmica de colunas de destilação de película descendente  
assistidas por termossifão / José Luiz Francisco Alves ;  
orientador, Profa. Dra. Cintia Marangoni, coorientador,  
Prof. Dr. Ricardo Antonio Francisco Machado, 2021.  
228 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa  
Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Química, Florianópolis, 2021.

Inclui referências.

1. Engenharia Química. 2. Destilação de filme  
descendente. 3. Resposta Transiente. 4. Partida. 5. Redução  
energética. I. Marangoni, Profa. Dra. Cintia . II.  
Machado, Prof. Dr. Ricardo Antonio Francisco. III.  
Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós  
Graduação em Engenharia Química. IV. Título.

José Luiz Francisco Alves

**Dinâmica de colunas de destilação de película descendente assistidas por  
termossifão**

O presente trabalho em nível de doutorado foi avaliado e aprovado por banca  
examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. José Alexandre Borges Valle, Dr.  
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Felipi Luiz de Assunção Bezerra, Dr.  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Certificamos que esta é a **versão original e final** da Tese de Doutorado que foi  
julgada adequada para obtenção do título de Doutor em Engenharia Química.

---

Prof<sup>a</sup>. Débora de Oliveira, Dr<sup>a</sup>.

Coordenadora – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química

---

Prof<sup>a</sup>. Cintia Marangoni, Dr<sup>a</sup>.

Orientadora – Universidade Federal de Santa Catarina

Florianópolis, 2021.

Este trabalho é dedicado a Deus e à minha família.

## AGRADECIMENTOS

A Deus, pela vida, por todas as oportunidades e desafios, e por estar sempre presente me iluminando e me guiando frente as adversidades.

Aos meus pais Maria Letícia e João Francisco e a meu irmão Ricardo Francisco, por toda paciência, compreensão e pelo apoio incondicional em mais esta etapa da minha vida.

À Professora Cintia Marangoni, pela orientação, disponibilidade, confiança no meu trabalho, e pelo interesse em repassar seus conhecimentos, a qual aproveito para manifestar minha admiração pela carreira em curso.

Ao Professor Ricardo Machado, pela coorientação, apoio recebido sempre que precisei e pelas contribuições na realização do presente trabalho.

À Universidade Federal de Santa Catarina e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.

Aos professores que me honraram com suas participações na banca, pela disponibilidade, dedicação e contribuição na melhoria do presente trabalho.

À Ariella Bello e sua querida família por terem me ajudado sempre que precisei e por serem parte dessa etapa importante da minha vida.

Aos ilustríssimos colegas do LCP2: Letícia Laqua, Rafael Dias, Yuri Barreiros, Ricardo Cunha, Eduardo Hafemann, Rodrigo Battisti e Lucas Langsch pela companhia, trocas de experiência e risadas. Em especial, agradeço aos doutores Valdemar Filho e Marcelo Querino e ao pesquisador de iniciação científica Gabriel Reus, pelo auxílio e disponibilidade na realização dos experimentos.

Aos meus queridos amigos Jean Constantino, Bruno Moura e Guilherme Mumbach por serem uma segunda família para mim.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da bolsa de estudo.

Por fim, a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

*Pois a sabedoria entrará em seu coração,  
e o conhecimento será agradável à sua alma.*

Provérbios 2:10.

## RESUMO

A recente evolução no campo dos equipamentos de destilação levou ao desenvolvimento de novas tecnologias termodinamicamente mais eficientes. Destaca-se as colunas de destilação de filme descendente energeticamente intensificadas da Tecnologia Destubcal, que combinam as funcionalidades de uma coluna de destilação de filme descendente e um termossifão bifásico em uma única unidade compacta. Apesar do recente progresso tecnológico em busca da consolidação destas unidades na área de separação de misturas, a falta de conhecimento sobre o comportamento dinâmico destas colunas de destilação limita a progressão industrial desta tecnologia. Neste sentido, o objetivo deste trabalho é investigar experimentalmente o comportamento dinâmico do processo de separação de uma mistura binária de etanol e água nas duas unidades de destilação Destubcal (Unitubular e Multitubular), confrontando-se as duas configurações de aquecimento possíveis (isotérmico e com perfil axial de temperatura). Primeiramente, identificou-se as etapas do procedimento de partida das unidades piloto de destilação de película descendente aquecidas por termossifão bifásico, que foi caracterizada como tendo três fases distintas: (1) etapa descontínua; (2) etapa semicontínua; e (3) etapa contínua. Confrontando-se as unidades de destilação Unitubular e Multitubular frente à operação da partida, não se mostraram diferenças relevantes entre estas quanto ao tempo requerido para estabelecimento de cada etapa. Comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, foi evidenciado uma ligeira tendência a se obter dinâmicas de inicialização mais rápidas para a configuração de aquecimento isotérmico. Do ponto de vista energético, o procedimento de partida com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, quando comparada com a configuração de aquecimento isotérmico, propiciou uma redução na demanda energética em 30,3% para a unidade de destilação Unitubular e de 17,0% para a unidade de destilação Multitubular. Quando comparada com uma coluna de destilação convencional (dados da literatura), a destilação de filme descendente intensificada se apresenta como uma opção promissora para o enriquecimento de etanol, em que obteve-se uma economia de energia de 15,06% e redução de 62,96% na altura do equipamento de destilação. Além disso, o uso desta nova proposta tecnológica favoreceu uma dinâmica de inicialização mais rápida em relação a coluna de destilação convencional. Em segunda instância, as respostas dinâmicas das duas unidades de destilação Destubcal frente a perturbações nas principais variáveis de entrada do processo também foram investigadas. As respostas transientes obtidas permitem concluir que a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico apresentou dinâmicas mais rápidas, em ambas as unidades de destilação Destubcal. Quando se compara a mesma configuração de aquecimento, ambas as unidades de destilação Destubcal apresentaram respostas relativamente próximas. Por fim, o comportamento transiente da unidade de destilação Multitubular frente às perturbações, quando comparada com o comportamento de uma unidade de destilação convencional (dados da literatura), apresentou tendência positiva à obtenção de respostas mais rápidas frente a possíveis perturbações, evidenciando o grande potencial da tecnologia de destilação por filme descendente intensificada energeticamente para substituir as colunas de destilação convencionais.

**Palavras-chave:** Tecnologia Destubcal; Destilação de filme descendente; Resposta Transiente; Partida; Redução energética.

## ABSTRACT

Recent developments in equipment for distillation field has led to the creation of new energy efficient distillation technologies, with emphasis on thermosyphon-assisted falling film distillation columns (Destubcal Technology), which combine the functionality of a falling film distillation column and a biphasic thermosyphon device in a single apparatus. Despite the recent technological progress in the search for the consolidation of falling film distillation columns coupled to a biphasic thermosyphon device in the area of separation of mixtures, the lack of knowledge about the dynamic behavior of thermosyphon-assisted falling film distillation columns limits the industrial progression of this emerging technology. In this sense, the objective of this work is to experimentally investigate the dynamic behavior the two Destubcal distillation columns (Single-tube and Multi-tube), applied to ethanol-water separation, confronting the two possible heating configurations (isothermal and with axial temperature profile). Firstly, the stages from the starting procedure of the falling film distillation columns heated by a two-phase thermosyphon were identified, which was characterized as having three distinct phases: (1) discontinuous step; (2) semi-continuous step; and (3) continuous step. Comparing the Single-tube and Multi-tube distillation columns with respect to the startup procedure, there were no relevant differences between them in terms of the time required to establish each stage. There is a slight tendency to obtain faster initialization dynamics for the isothermal heating configuration when compared to the heating configuration with the axial temperature profile. From the energetic point of view, the startup procedure with the steam chamber operating under the heating configuration with the axial temperature profile, when compared with the isothermal heating configuration, providing a reduction in energy demand by 30.3% for the Single-tube distillation column and 17.0% for the Multi-tube distillation column. When compared to a conventional distillation column (data from the literature), energy-intensified falling film distillation can be regarded as a promising option for the ethanol enrichment, resulting in an energy saving of 15.06% and a reduction of 62.96% in distillation column height. Also, the use of this new technological proposal favored a faster startup concerning the conventional distillation column. In the second place, open-loop transient response was evaluated from the effects of disturbances on operating parameters. From obtained transient responses it was concluded that that the steam chamber operating under the isothermal heating configuration presented faster dynamics, in both Destubcal distillation columns. When comparing the same heating configuration, both Destubcal distillation columns showed relatively close responses. Finally, the transient behavior of the Multi-tube falling film distillation column in the face of disturbances, when compared to the behavior of a conventional distillation column (data from the literature), showed a positive tendency to obtain faster responses in the face of possible disturbances, showing the great potential of energy-intensified falling film distillation technology to replace conventional distillation columns.

**Keywords:** Destubcal Technology. Falling film distillation. Transient response. Startup. Energy minimization.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1 – Representação de uma coluna de destilação convencional.....	32
Figura 2-2 – Representação de colunas de destilação totalmente acopladas termicamente: (a) configuração DWC e (b) configuração Petlyuk.....	34
Figura 2-3 – Representação esquemática de uma coluna de destilação (a) com recompressão de vapor e (b) com integração interna de calor.....	36
Figura 2-4 – Diagrama esquemático de uma coluna de destilação experimental para destilação horizontal diabática com área de seção transversal circular.....	39
Figura 2-5 – Diagrama esquemático de uma coluna de destilação experimental para destilação horizontal diabática com área de seção transversal quadrada.....	40
Figura 2-6 – Representação do princípio básico da evaporação de filme descendente para produção de leite em pó.....	41
Figura 2-7 - Representação esquemática do processo de destilação da Tecnologia Linas.....	43
Figura 2-8 - A força motriz da Tecnologia Linas ( $T_A$ e $T_B$ são as temperaturas de ebulição dos compostos A e B, respectivamente).....	44
Figura 2-9 - Princípio da destilação molecular.....	45
Figura 2-10 - Representação esquemática da câmara de vapor (seção de condensação) utilizado na Tecnologia Destubcal para unidade Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.....	48
Figura 2-11 – Representação da diferença geral entre a configuração de controle convencional e de controle distribuído em uma unidade de destilação.....	55
Figura 3-1 – Diagrama esquemático com as principais atividades desenvolvidas nesta tese de doutorado.....	63
Figura 3-2 – Fotografias da unidade experimental Unitubular de filme descendente.....	64
Figura 3-3 – Corte longitudinal da unidade Unitubular ilustrando o tubo de destilação e a câmara de vapor.....	65
Figura 3-4 – Fotografia da unidade piloto Multitubular de filme descendente, incluindo: evaporador; trocador de calor; condensador 1; condensador 2; reservatórios de gases não condensáveis; bomba de engrenagens; e coluna de destilação com nove tubos de destilação.....	66

Figura 3-5 – Ilustração do arranjo dos nove tubos de destilação na Unidade Multitubular (a), e sistema de alimentação no formato de cone que auxilia na formação do filme dentro de cada tubo de destilação (b). .....	67
Figura 3-6 – Etapas da operação de partida estabelecido para as colunas de destilação Destubcal. ....	71
Figura 3-7 – Obtenção do comportamento transiente em malha aberta, com identificação das funções de transferência de baixa ordem.....	75
Figura 4-1 – Comportamento geral das temperaturas avaliadas em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	80
Figura 4-2 – Comportamento da temperatura de alimentação em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	82
Figura 4-3 – Comportamento da temperatura da base em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). ....	83
Figura 4-4 – Comportamento das temperaturas da câmara de vapor em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). ....	85
Figura 4-5 – Comportamento da temperatura do vapor rico em etanol em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	87
Figura 4-6 – Comportamento da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol no destilado em função do tempo para a unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	89
Figura 4-7 – Comportamento da vazão mássica de base e composição mássica de etanol na base em função do tempo para a unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	90

Figura 4-8 – Comportamento geral das temperaturas avaliadas em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	95
Figura 4-9 – Comportamento da temperatura de alimentação em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	97
Figura 4-10 – Comportamento da temperatura da base em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). ....	98
Figura 4-11 – Comportamento das temperaturas da câmara de vapor em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	100
Figura 4-12 – Comportamento da temperatura do vapor rico em etanol em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	102
Figura 4-13 – Comportamento da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol no destilado em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	103
Figura 4-14 – Comportamento da vazão mássica de base e composição mássica de etanol na base em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura. ....	104
Figura 4-15 – Principais resultados alcançados a partir da avaliação da operação de partida para as duas unidades de destilação Destubcal. ....	110
Figura 4-16 – Respostas das temperaturas da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Unitubular) em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). ....	116
Figura 4-17 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Unitubular) em relação ao tempo para a perturbação na composição	

mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	117
Figura 4-18 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	119
Figura 4-19 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação ao tempo para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	120
Figura 4-20 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Unitubular) em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	122
Figura 4-21 – Respostas das temperaturas da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Unitubular) em relação a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	125
Figura 4-22 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Unitubular) em relação ao tempo para a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	127
Figura 4-23 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	128
Figura 4-24 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação ao tempo frente à a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor para comparação entre	

as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	129
Figura 4-25 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Unitubular) em relação a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	131
Figura 4-26 – Respostas das temperaturas da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Unitubular) em relação a perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	135
Figura 4-27 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Unitubular) em relação ao tempo para a perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	136
Figura 4-28 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Unitubular) frente à perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	137
Figura 4-29 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação ao tempo frente à perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	138
Figura 4-30 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Unitubular) frente à perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	140
Figura 4-31 – Comportamento da temperatura de alimentação (unidade Unitubular) em função do tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	143
Figura 4-32 – Respostas das temperaturas da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Unitubular) em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	144

Figura 4-33 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Unitubular) em relação ao tempo para a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	145
Figura 4-34 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Unitubular) frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	147
Figura 4-35 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação ao tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	148
Figura 4-36 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Unitubular) frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	150
Figura 4-37 – Respostas das temperaturas da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Multitubular) em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	154
Figura 4-38 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Multitubular) em relação ao tempo para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	155
Figura 4-39 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). .....	156

- Figura 4-40 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação ao tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL)..... 157
- Figura 4-41 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Multitubular) frente à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b)..... 159
- Figura 4-42 – Respostas da temperatura da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Multitubular) em relação a perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). ..... 163
- Figura 4-43 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Multitubular) em relação ao tempo para a perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL)..... 164
- Figura 4-44 – Respostas das temperaturas da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação a perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b)..... 165
- Figura 4-45 – Derivadas da temperatura nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação ao tempo frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). ..... 166
- Figura 4-46 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Multitubular) frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). ..... 169
- Figura 4-47 – Respostas da temperatura da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Multitubular) em relação a perturbação na vazão de alimentação para comparação

entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).....	172
Figura 4-48 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação a perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). ....	173
Figura 4-49 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Multitubular) frente à perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). ....	174
Figura 4-50 – Comportamento da temperatura de alimentação (unidade Multitubular) em função do tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). ....	177
Figura 4-51 – Respostas da temperatura da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Multitubular) em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). ....	178
Figura 4-52 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Multitubular) em relação ao tempo para a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). ....	180
Figura 4-53 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b). ....	181
Figura 4-54 – Derivadas da temperatura nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação ao tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). ....	166
Figura 4-55 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Multitubular) frente à perturbação na temperatura	

de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b)..... 184

Figura 4-56 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (referentes à unidade de destilação Unitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação ao tempo para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .... 194

Figura 4-57 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (referentes à unidade de destilação Unitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação ao tempo para a perturbação na potência fornecida para o evaporador sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .... 195

Figura 4-58 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (referentes à unidade de destilação Unitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação a perturbação na vazão de alimentação sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .... 196

Figura 4-59 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (referentes à unidade de destilação Unitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .... 197

Figura 4-60 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (referentes à unidade de destilação Multitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação ao tempo para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .... 202

Figura 4-61 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) <b>(a)</b> e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) <b>(b)</b> (referentes à unidade de destilação Multitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação ao tempo para a perturbação na potência fornecida para o evaporador sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	203
Figura 4-62 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) <b>(a)</b> e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) <b>(b)</b> (referentes à unidade de destilação Multitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação ao tempo para a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). 204	
Figura 4-63 – Ganhos do processo em estado estacionário obtidos a partir do comportamento dinâmico das unidades de destilação Unitubular e Multitubular.....	205
Figura 4-64 – Constantes de tempo obtidas a partir do comportamento dinâmico das unidades de destilação Unitubular e Multitubular. ....	206

## LISTA DE TABELAS

Tabela 4-1 – Tempo requerido e o consumo energético (CE) para cada etapa da partida da coluna de destilação Unitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). ..	91
Tabela 4-2 – Resultados experimentais (média $\pm$ desvio padrão) obtidos a partir da coluna de destilação Unitubular por filme descendente na Fase Contínua, sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	93
Tabela 4-3 – Tempo requerido e o consumo energético (CE) para cada etapa da partida da coluna de destilação Multitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	106
Tabela 4-4 – Resultados experimentais (média $\pm$ desvio padrão) obtidos a partir da coluna de destilação Multitubular por filme descendente na Fase Contínua, sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL). .....	107
Tabela 4-5 – Tempo requerido e o consumo energético (CE) para cada etapa da partida da coluna de destilação Unitubular por filme descendente (UNI) em comparação com a coluna de destilação Multitubular por filme descendente (MULTI)....	108
Tabela 4-6 – Tempo requerido e o consumo energético (CE) para cada etapa da partida da coluna de destilação Multitubular por filme descendente (CDMFD) em comparação com uma coluna de destilação convencional (CDC).....	110
Tabela 4-7 – Parâmetros operacionais e de desempenho da coluna de destilação Multitubular por filme descendente energeticamente intensificada (MULTI) em comparação com uma coluna de destilação convencional (CDC). .....	112
Tabela 4-8 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico. ....	123
Tabela 4-9 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente	

de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. ....	123
Tabela 4-10 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor sob a configuração de aquecimento isotérmico. ....	132
Tabela 4-11 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. ....	133
Tabela 4-12 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na vazão de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico. ....	142
Tabela 4-13 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na vazão de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. ....	142
Tabela 4-14 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico. ....	151
Tabela 4-15 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. ....	152
Tabela 4-16 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico. ....	160
Tabela 4-17 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. ....	160
Tabela 4-18 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na potência fornecida para o evaporador sob a configuração de aquecimento isotérmico. ....	170

Tabela 4-19 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na potência fornecida para o evaporador sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. ....	170
Tabela 4-20 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na vazão de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico. ....	175
Tabela 4-21 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na vazão de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. ....	175
Tabela 4-22 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico. ....	185
Tabela 4-23 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. ....	185
Tabela 4-24 – Valores estimados para os números de Reynolds e Nusselt, e coeficientes locais de transferência de calor, considerando as unidades de destilação Unitubular e Multitubular em regime estacionário antes e após a aplicação das perturbações. ....	188
Tabela 4-25 – Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Unitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. ....	190
Tabela 4-26 – Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Unitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura....	191
Tabela 4-27 – Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à	

	unidade de destilação Unitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. ....	192
Tabela 4-28 –	Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Unitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. ....	193
Tabela 4-29 –	Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Multitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. ....	198
Tabela 4-30 –	Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Multitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura....	200
Tabela 4-31 –	Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Multitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. ....	201

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

BTX	Benzeno-tolueno-p-xileno
CDC	Coluna de destilação convencional
CE	Consumo energético
CENPES	Centro de Pesquisas e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello
CFD	Fluidodinâmica computacional
DDC	Colunas de destilação diabáticas
DWC	Colunas de destilação com parede dividida
<i>Fit</i>	Coefficiente de ajuste
HIDiC	Colunas de destilação com integração interna de calor
ISO	Configuração de aquecimento isotérmico
$K_p$	Ganho do processo em estado estacionário
LABTUCAL	Laboratório de Tubos de Calor
LCP	Laboratório de Controle e Processos de Polimerização
MEG	Monoetilenoglicol
$\dot{m}_{EtOH,A}$	Vazão mássica da corrente de alimentação
$\dot{m}_{EtOH,D}$	Vazão mássica da corrente de destilado
MPO	Modelo de primeira ordem
MSO	Modelo de segunda ordem
MULTI	Coluna de destilação Multitubular por filme descendente
<i>Nu</i>	Número de Nusselt
PERFIL	Configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura
$Q_{Evap}$	Consumo de energia pelo evaporador
$R^2$	Coefficiente de determinação
$Re$	Número de Reynolds
$REC_{EtOH}$	Recuperação de etanol
SDA	Sistema de distribuição de alimentação
$T_1$	Temperatura na extremidade inferior da câmara de vapor
$T_{10}$	Temperatura na extremidade superior da câmara de vapor
$T_B$	Temperatura da corrente de base

$T_{CV}$	Temperatura média da câmara de vapor
$T_V$	Temperatura do vapor rico em etanol
$U$	Coefficiente local de transferência de calor
$U_{(E)}$	Coefficientes local de transferência de calor na seção de entrada
$U_{(S)}$	Coefficientes local de transferência de calor na seção de saída
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
UNI	Coluna de destilação Unitubular por filme descendente
VRC	Colunas de destilação com recompressão de vapor
$X_{EtOH,A}$	Fração mássica de etanol na corrente de alimentação
$X_{EtOH,B}$	Fração mássica de etanol na corrente de base
$X_{EtOH,D}$	Fração mássica de etanol na corrente de destilado
$\Gamma$	Vazão mássica relacionada ao perímetro molhado
$\mu$	Viscosidade do fluido
$\xi$	Fator de amortecimento
$\tau_p$	Constante de tempo do processo
$\tau_{p1}$	Constante de tempo 1 para o modelo de segunda ordem
$\tau_{p2}$	Constante de tempo 2 para o modelo de segunda ordem

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>28</b>
1.1	OBJETIVOS .....	30
<b>1.1.1</b>	<b>Objetivos Específicos .....</b>	<b>30</b>
1.2	ESTRUTURA DO TRABALHO .....	31
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>32</b>
2.1	SISTEMA DE DESTILAÇÃO CONVENCIONAL .....	32
2.2	SISTEMAS DE DESTILAÇÃO INTENSIFICADOS ENERGETICAMENTE ..	33
<b>2.2.1</b>	<b>Colunas de destilação com parede dividida .....</b>	<b>33</b>
<b>2.2.2</b>	<b>Colunas de destilação com integração interna de calor .....</b>	<b>35</b>
<b>2.2.3</b>	<b>Colunas de destilação diabáticas .....</b>	<b>37</b>
2.3	SISTEMAS DE DESTILAÇÃO POR FILME.....	40
<b>2.3.1</b>	<b>Tecnologia Linas .....</b>	<b>42</b>
<b>2.3.2</b>	<b>Destilação Molecular .....</b>	<b>44</b>
<b>2.3.3</b>	<b>Tecnologia Destubcal.....</b>	<b>46</b>
2.4	DINÂMICA EM SISTEMAS DE DESTILAÇÃO .....	53
<b>2.4.1</b>	<b>Transientes do processo de destilação.....</b>	<b>53</b>
<b>2.4.2</b>	<b>Partida (<i>Startup</i>) em colunas de destilação.....</b>	<b>58</b>
2.5	RELEVÂNCIA DO TRABALHO DE PESQUISA.....	61
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>63</b>
3.1	DESCRIÇÃO DAS UNIDADES PILOTO DE DESTILAÇÃO DESTUBCAL ..	63
3.2	INSTRUMENTAÇÃO, CONTROLE E AQUISIÇÃO DE DADOS .....	68
3.3	MISTURA MODELO .....	69
3.4	MÉTODO DE ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO MÁSSICA .....	69
3.5	PROCEDIMENTOS DA OPERAÇÃO DE INICIALIZAÇÃO .....	69
3.6	OBTENÇÃO DO COMPORTAMENTO TRANSIENTE.....	72

3.6.1	<b>Procedimento experimental em malha aberta .....</b>	<b>72</b>
3.6.2	<b>Método para identificação de funções de transferência de baixa ordem .....</b>	<b>75</b>
3.7	CÁLCULO DOS PARÂMETROS DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR.....	77
3.8	TRATAMENTOS MATEMÁTICOS DAS VARIÁVEIS RESPOSTAS .....	78
4	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>79</b>
4.1	IDENTIFICAÇÃO DAS ETAPAS INICIAIS DE COLUNAS DE DESTILAÇÃO POR FILME DESCENDENTE.....	79
4.1.1	<b>Partida para unidade de destilação Unitubular.....</b>	<b>79</b>
4.1.2	<b>Partida para unidade de destilação Multitubular .....</b>	<b>95</b>
4.1.3	<b>Análise comparativa das etapas iniciais de operação entre as unidades de destilação Unitubular e Multitubular .....</b>	<b>108</b>
4.1.4	<b>Análise comparativa das etapas iniciais de operação entre a unidade de destilação Multitubular e uma coluna de destilação convencional .....</b>	<b>109</b>
4.1.5	<b>Análise comparativa do desempenho na Fase Contínua entre a unidade de destilação Multitubular e uma coluna de destilação convencional .....</b>	<b>111</b>
4.2	AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DAS PERTURBAÇÕES APLICADAS NA UNIDADE DE DESTILAÇÃO UNITUBULAR.....	114
4.2.1	<b>Período transiente para perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação .....</b>	<b>115</b>
4.2.2	<b>Período transiente para perturbação na potência fornecida para a seção de evaporação.....</b>	<b>124</b>
4.2.3	<b>Período transiente para perturbação na vazão de alimentação .....</b>	<b>134</b>
4.2.4	<b>Período transiente para perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação .....</b>	<b>143</b>
4.3	AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DAS PERTURBAÇÕES APLICADAS NA UNIDADE DE DESTILAÇÃO MULTITUBULAR .....	153
4.3.1	<b>Período transiente para perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação .....</b>	<b>153</b>

4.3.2	Período transiente para perturbação na potência fornecida para a seção de evaporação.....	161
4.3.3	Período transiente para perturbação na vazão de alimentação .....	171
4.3.4	Período transiente para perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação .....	176
4.3.5	Considerações finais acerca da resposta transiente da unidade de destilação Multitubular.....	186
4.3.6	Considerações acerca da transferência de calor nas unidades de destilação Unitubular e Multitubular .....	187
4.4	CARACTERIZAÇÃO DO COMPORTAMENTO DINÂMICO POR FUNÇÕES DE TRANSFERÊNCIA .....	189
4.4.1	Resposta transiente para unidade de destilação Unitubular .....	189
4.4.2	Resposta transiente para unidade de destilação Multitubular.....	198
5	CONCLUSÃO.....	207
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	209
	REFERÊNCIAS.....	210

## 1 INTRODUÇÃO

Atualmente, as demandas de energia são crescentes, porém existe uma preocupação no que diz respeito aos problemas ambientais relacionados ao aquecimento global causados pelo uso desenfreado de combustíveis fósseis, como o petróleo e o carvão mineral. Estes fatos motivaram, tanto na academia quanto na indústria, pesquisas relacionadas à otimização dos processos existentes, tornando-os mais eficientes energeticamente e mais sustentáveis ambientalmente. A destilação é a operação unitária de transferência de calor e massa mais utilizada para a separação de fluidos na indústria química, porém tradicionalmente exibe baixa eficiência termodinâmica (JANA, 2015). Por isso existe uma grande preocupação em relação a melhoria na eficiência dessa operação com o objetivo de diminuir a energia necessária para efetivar a separação. Neste contexto, as principais soluções concentram-se no desenvolvimento de tecnologias intensificadas energeticamente que visam a melhoria da eficiência termodinâmica do processo de destilação (KIM *et al.*, 2013; KIRAN & JANA, 2015; CONG *et al.*, 2017).

Destaca-se três configurações de destilação intensificadas energeticamente que foram concebidas a partir de modificações estruturais no sistema convencional visando a redução do consumo energético. São estas: colunas de destilação com parede dividida ou *Dividing Wall Columns* (DWC), colunas de destilação com integração interna de calor ou *Internal Heat Integrated Distillation Columns* (HIDiC) e colunas de destilação diabáticas ou *Diabatic Distillation Columns* (DDC). Porém grande parte dessas novas configurações não ganhou grande projeção em meio industrial devido à complexidade de operação envolvida. A proposta DWC é a que possui maior projeção em nível industrial, com cerca de 94 unidades em operação (HOYME, 2017). Além disso, a maioria dos estudos sobre estas novas tecnologias intensificadas energeticamente está no nível de teoria e simulação.

Dentro deste contexto, o grupo de pesquisa Destubcal, uma parceria entre o Laboratório de Controle e Processos de Polimerização (LCP) do Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos e o Laboratório de Tubos de Calor (LABTUCAL) do Departamento de Engenharia Mecânica, ambos da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), desenvolveu ao longo do anos uma nova tecnologia de destilação por película descendente assistida por termossifão.

Inicialmente foi construída uma unidade com um único tubo de destilação (Unitubular). O histórico de pesquisas realizadas na unidade piloto Unitubular afim se separar

diferentes misturas expôs que a utilização do processo de destilação por filme descendente ou película permitiu reduzir os custos energéticos operando à pressão atmosférica em uma unidade de tamanho reduzido. Porém, a capacidade de processamento praticada na unidade Unitubular é muito inferior à empregada em unidades industriais. A alternativa encontrada para contornar essa limitação foi desenvolver uma segunda unidade com nove tubos de destilação (Multitubular), que foi projetada para operar com uma capacidade de processamento nove vezes maior que a unidade Unitubular.

Em instalações industriais, vários processos químicos e físicos operam em conjunto. Comumente a corrente de alimentação de uma etapa é proveniente de um processo anterior. Logo, é normal existir variações na carga térmica, composição e de vazão. Modificações ou perturbações nas variáveis manipuladas (ou entradas) do processo de destilação produzem reações nas variáveis de saída do sistema, podendo, por exemplo, alterar a capacidade de separação de maneira significativa. O tempo necessário para que a unidade alcance um novo regime estacionário frente alguma perturbação ou modificação na condição de entrada, seria a definição mais geral de dinâmica em uma unidade de destilação. A partir da avaliação da resposta dinâmica, que é uma característica intrínseca de uma coluna de destilação, torna-se possível desenvolver e implementar ferramentas de controle que sejam efetivas (LUYBEN, 2012). Perturbações na temperatura de alimentação, por exemplo, resultam em longos tempos de transição que são economicamente indesejáveis (MARANGONI *et al.*, 2013).

Em geral, o comportamento dinâmico em processos de destilação é lento (WERLE *et al.*, 2009b). A resposta da Tecnologia Destubcal durante possíveis flutuações nos parâmetros de entrada do processo é de suma importância afim de garantir a estabilidade de todo o processo, principalmente sendo essa nova tecnologia promissora a ser utilizada industrialmente. Note-se que, até a presente data, como será apresentado no Capítulo 2 (Revisão Bibliográfica), não se encontraram estudos relacionados à análise do comportamento dinâmico de colunas de película que operam a pressão atmosférica e que utilizam um termossifão como fonte de calor frente a perturbações das variáveis de entrada do processo.

A operação de inicialização (*startup*) de uma coluna de destilação é essencialmente um período de transição dinâmico. Caracteriza-se por sua natureza de transição de fase, grande atraso de tempo e forte interação entre variáveis, tornando-a uma das operações mais difíceis de se executar e interpretar em processos químicos (WOZNY & LI, 2002; CHAN & CHEN, 2018). Como o processo é improdutivo durante este período, torna-se essencial minimizar esse tempo de inicialização, reduzindo a produção fora de especificação e o

consumo energético. Por isso, existe uma grande preocupação em relação à otimização do período gasto durante a partida de uma coluna de destilação visando a redução do transiente existente nessa operação e em reduzir os custos energéticos.

Como mencionado anteriormente, uma interessante progressão tecnológica está sendo observada na aplicação da tecnologia de destilação de filme descendente intensificada energeticamente para separação de diferentes misturas; portanto, é de grande relevância estudar e conhecer o comportamento dinâmico deste processo para que se torne possível projetar e manter o funcionamento dos sistemas de controle dentro de padrões aceitáveis. É importante salientar o ineditismo desta proposta de tese, uma vez que é a primeira vez que os transientes da operação de destilação em colunas de destilação Destubcal são identificados e caracterizados. Além disso, o conhecimento da resposta dinâmica das colunas Destubcal frente a possíveis perturbações é imprescindível em termos de operabilidade visando uma futura aplicação industrial, pois a partir desse conhecimento é possível definir limites críticos para mudanças nas variáveis de entrada do processo, e assim evitar o desligamento da planta. Sendo assim, o objetivo principal deste trabalho é avaliar o comportamento dinâmico de unidades de destilação de película descendente assistidas por termossifão. Estas informações serão imprescindíveis para implementação em nível industrial da Tecnologia Destubcal.

## 1.1 OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é avaliar o comportamento dinâmico do processo de destilação de uma mistura binária de etanol e água nas unidades Unitubular e Multitubular.

### 1.1.1 Objetivos Específicos

- a) Identificar as etapas de partida (*startup*) das duas unidades de destilação Destubcal.
- b) Comparar a operação de partida frente às duas diferentes configurações de aquecimento (isotérmico e com perfil axial de temperatura).
- c) Comparar as etapas iniciais de operação entre a unidade de destilação Multitubular e uma coluna de destilação convencional.
- d) Caracterizar as respostas dinâmicas das duas unidades de destilação Destubcal frente a perturbações nas principais variáveis de entrada do processo que incluem

concentração de etanol na corrente de alimentação, carga térmica da câmara de vapor, temperatura de pré-aquecimento e a vazão mássica de alimentação.

- e) Avaliar e comparar as diferenças entre a performance dinâmica com um aquecimento isotérmico e performance dinâmica com uma operação com um gradiente de temperatura axial (aquecimento não isotérmico ou perfil).
- f) Identificar modelos empíricos na forma de funções de transferência de baixa ordem que capturem a resposta dinâmica das duas unidades de destilação Destubcal.

## 1.2 ESTRUTURA DO TRABALHO

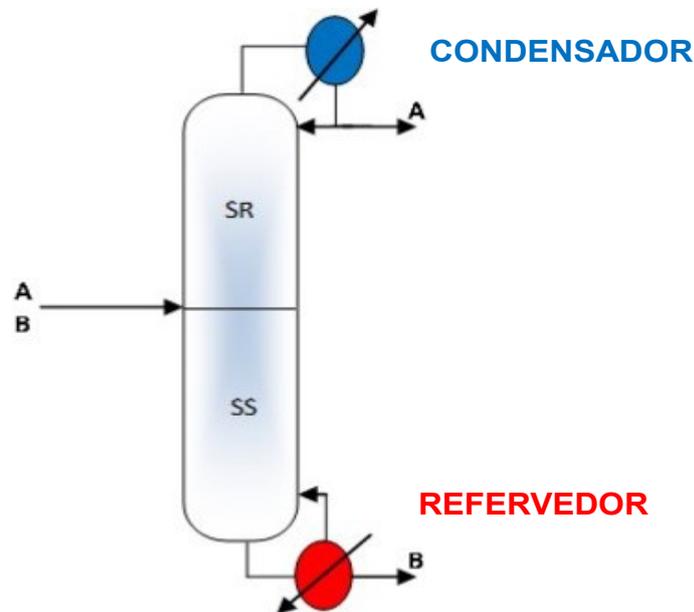
Para consecução dos objetivos propostos, geral e específicos, será apresentada, inicialmente, a revisão bibliográfica sobre o tema, elencando os principais estudos sobre sistemas de destilação intensificados energeticamente, sistemas de destilação por filme descendente e dinâmica em sistemas de destilação. Em seguida, serão apresentados os materiais e métodos, englobando a descrição das unidades de destilação Destubcal, mistura modelo utilizada e o método de caracterização da composição mássica, os procedimentos da operação de inicialização, os procedimentos de obtenção do comportamento transiente em malha aberta e, por fim, o método de determinação dos parâmetros das funções de transferência de baixa ordem. Seguem os resultados experimentais e sua discussão aprofundada que, por sua vez, fomentarão as conclusões da tese de doutorado, particularmente no que tange às suas contribuições e recomendações para investigações futuras.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 SISTEMA DE DESTILAÇÃO CONVENCIONAL

As colunas de destilação convencionais (que utilizam pratos ou recheio) possuem baixa eficiência termodinâmica. No setor químico e petroquímico, essa operação unitária é responsável por grande parcela do consumo de energia, pois, em geral, a entalpia de vaporização de líquidos é elevada. Numa unidade de destilação convencional com uma alimentação (AB), um produto de topo (A) e um produto de fundo (B), Figura 2-1, adiciona-se calor na parte inferior da seção de esgotamento (*Stripping Section*-SS) e o calor é rejeitado na parte superior da seção de retificação (*Rectifying Section*-SR). Assim, a destilação envolve a degradação de calor a partir de um nível de temperatura mais elevada a um nível de temperatura mais baixo para realizar o trabalho de separação. São realizadas sucessivas evaporações e condensações nos pratos, e a eficiência do processo é então reduzida pois o calor rejeitado na seção de retificação não é reutilizado (SHENVI *et al.*, 2011).

Figura 2-1 – Representação de uma coluna de destilação convencional.



Fonte: Adaptado de Gutiérrez-Guerra *et al.* (2016).

Ao longo dos anos, várias configurações de colunas intensificadas energeticamente de destilação foram propostas visando a redução do consumo energético do processo de destilação. Em geral, as colunas intensificadas energeticamente foram projetadas com integração energética, em que o calor que seria rejeitado é recuperado das correntes de processo que exigem refrigeração e reutilizado nas correntes de processo que necessitam de aquecimento.

## 2.2 SISTEMAS DE DESTILAÇÃO INTENSIFICADOS ENERGETICAMENTE

Processos intensificados energeticamente possuem várias vantagens em relação ao processo de destilação convencional como redução do tamanho de equipamentos e plantas (baixo investimento de capital), melhorias na eficiência e segurança dos processos e redução consumo de energia (baixo custo operacional) (SHARMA & SINGH, 2010). Existem várias propostas de mudanças na configuração de operação (estruturais) em colunas de destilação que possibilitam a redução dos custos energéticos das quais pode-se citar: (a) coluna de parede dividida; (b) destilação diabática; e (c) coluna de destilação com integração interna de calor.

### 2.2.1 Colunas de destilação com parede dividida

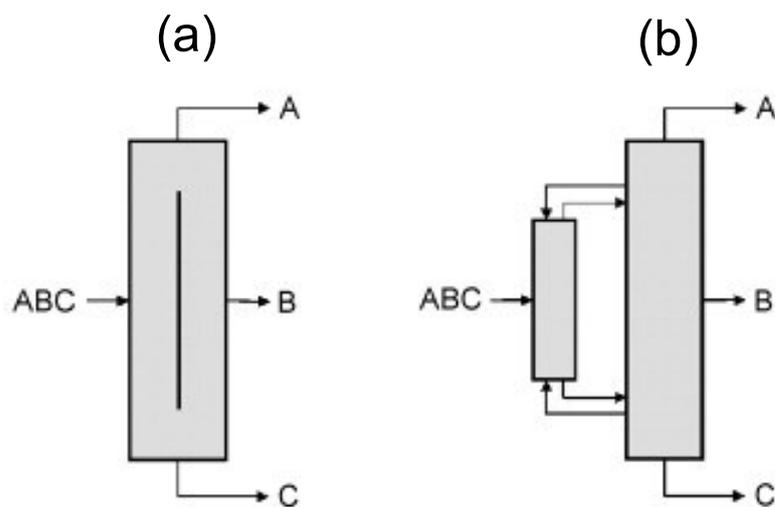
Tendo em vista a melhoria da baixa eficiência energética das colunas de destilação, Monro (1938) propôs a utilização de uma parede de partição localizada na parte inferior da coluna de destilação. Wright e Elizabeth (1949) inseriram uma parede vertical no interior de uma coluna convencional, conhecido como *Dividing Wall Column* (DWC), para separar a seção de alimentação da retirada dos produtos afim de minimizar o consumo de energia. Em 1987, a DWC foi estudada por Kaibel com uma mistura de quatro componentes visando a melhora na eficiência energética apresentando redução de 20 a 35 % na demanda energética (KAIBEL, 1987).

A introdução de uma parede divisória longitudinal deu origem à configuração DWC cuja representação esquemática é apresentada na Figura 2-2 (a). DWC integra duas unidades convencionais no mesmo equipamento, causada pela introdução da parede de divisão que separa a seção de alimentação (agindo como um pré-fracionador) da seção de retirada lateral dos produtos (que concentra o componente intermediário em elevadas purezas). Por serem

termicamente acopladas, essa configuração permite a economia de energia combinada à redução de capital e de dimensões em diversas aplicações (KAIBEL, 2014). A principal aplicação industrial para colunas de destilação com parede dividida é o fracionamento de misturas multicomponentes. Segundo estimativas, existem cerca de noventa e quatro (94) unidade de DWC relatadas como estando em serviço (HOYME, 2017). Destilação azeotrópica, extrativa e reativa utilizando DWC também são relatadas na literatura (YILDIRIM *et al.*, 2011).

As principais vantagens da DWC são o alto rendimento termodinâmico, redução entre 25% a 40% do gasto energético, elevada pureza para todas as correntes de saída, redução dos custos de investimento de até 30% além do alto grau de automação e de flexibilidade (KAIBEL, 2014; STAAK *et al.*, 2014). Também existem algumas limitações encontradas nesse modo de operação como maiores tamanhos de diâmetro e altura da coluna, e a grande amplitude de temperatura ao longo de toda coluna (DEJANOVIC *et al.*, 2010). Além disso, também é reportado a existência de um gradiente de temperatura lateral, superior a 30 °C, o que não ocorre na coluna convencional (JANSEN *et al.*, 2014) e que pode provocar a curvatura da coluna (ASPRION & KAIBEL, 2010).

Figura 2-2 – Representação de colunas de destilação totalmente acopladas termicamente: (a) configuração DWC e (b) configuração Petlyuk.



Fonte: Suphanit, Bischert e Narataruksa (2007).

Outra configuração de destilação totalmente acoplada termicamente (*fully thermally coupled distillation*) são as colunas Petlyuk (Figura 2-2 (b)). A coluna DWC é

termodinamicamente equivalente à coluna Petlyuk na condição de que não ocorra transferência de calor através da parede divisória (SUPHANIT *et al.*, 2007; HERNÁNDEZ *et al.*, 2009). Geralmente a configuração DWC não é simulada diretamente por meio de *software*, em vez disso são utilizadas colunas Petlyuk que representem termodinamicamente esta configuração.

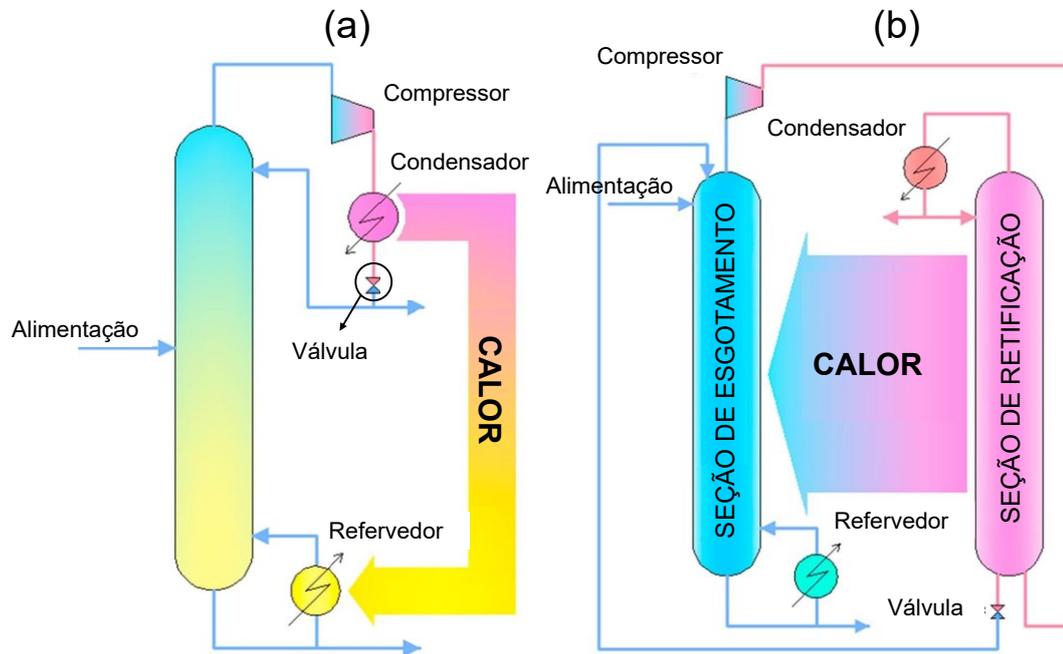
Vários pesquisadores contribuíram para o entendimento da dinâmica em sistemas de destilação totalmente acoplados termicamente (WOLFF & SKOGESTAD, 1995; MUTALIB & SMITH, 1998; MUTALIB *et al.*, 1998; HERNÁNDEZ & JIMÉNEZ, 1999; EGGER & FIEG, 2018). Esses autores relatam que os comportamentos dinâmicos desses sistemas acoplados possuem mais problemas operacionais do que as sequências convencionais, sendo esse um dos fatores que contribuíram para sua falta de implementação industrial.

### **2.2.2 Colunas de destilação com integração interna de calor**

O conceito de coluna de destilação com integração interna de calor ou *Internal Heat Integrated Distillation Column* (HIDiC) foi introduzido por Mah, Nicholas e Wodnik (1977) visando a melhora na eficiência termodinâmica das unidades convencionais de destilação que comumente possuem baixas eficiências na ordem de 5 a 20 % (DE KOEIJER & KJELSTRUP, 2000). Várias configurações intensificadas energeticamente de destilação com eficiências termodinâmicas superiores foram sugeridas, como colunas de recompressão de vapor (VRC) ou destilação com bomba de calor (*heat pump distillation columns*) e colunas de destilação diabática. Nas colunas de recompressão de vapor, ao aumentar o nível de pressão do vapor no alto da coluna uma diferença de temperatura positiva entre o vapor no alto e no fundo da coluna é desenvolvida (Figura 2-3 (a)). Ao trocar o calor entre essas duas partes, um VRC poderia reduzir substancialmente o consumo de energia de ambas as tarefas de resfriamento e aquecimento (JANA, 2014; CONG *et al.*, 2017).

Combinando a tecnologia de destilação de recompressão de vapor com destilação diabática e com integração energética, origina-se o conceito HIDiC. Kiran e Jana (2015) desenvolveram um sistema HIDiC com um VRC acoplado visando a melhoria da eficiência térmica. Alguns autores mencionaram que a utilização de uma VCR reduz o consumo energético em relação as colunas de destilação convencionais (FELBAB *et al.*, 2013; NAVARRO-AMORÓS *et al.*, 2013).

Figura 2-3 – Representação esquemática de uma coluna de destilação (a) com recompressão de vapor e (b) com integração interna de calor.



Fonte: Adaptado de Cong *et al.* (2017).

Para assegurar as condições de operação da coluna, é necessária a inclusão de uma válvula e de um compressor que permitam manter as temperaturas e pressões requeridas pelo sistema (GUTIÉRREZ-GUERRA *et al.*, 2016). Para tanto, as seções são separadas fisicamente, mas o calor é transferido internamente de uma seção para a outra devido ao aumento da pressão na seção de retificação (papel do compressor). Tem-se então, evaporação e condensação graduais ao longo das seções de esgotamento e retificação, respectivamente.

Aplicações para essa forma de operação são a separação de duas misturas ternárias, benzeno-tolueno-p-xileno e n-pentano-ciclopentano-2-metilpentano resultando na redução do consumo de energia de 30% e 50%, respectivamente, em relação a colunas de destilação convencionais (IWAKABE *et al.*, 2006a). Matsuda, Iwakabe e Nakaiwa (2012) conseguiram para a separação de uma mistura de 12 hidrocarbonetos, utilizando uma HIDiC piloto, uma redução de cerca de 60% no consumo de energia em relação às colunas de destilação convencionais sob a mesma condição de separação.

Abushwireb, Elakrami e Emtir (2007) investigaram a separação de aromáticos (benzeno-tolueno-xileno) por destilação extrativa por meio da comparação entre as configurações de operação. Foram utilizados o modo de destilação convencional, HIDiC e

DWC. Os resultados demonstraram que a configuração HIDiC reduziu em 20,3% o consumo de energia em relação à configuração de destilação convencional. Iwakabe *et al.* (2006b) avaliaram a separação de duas misturas: uma de benzeno-tolueno-p-xileno (BTX) e uma mistura de hidrocarbonetos de 12 componentes (12HC). Constatou-se que a HIDiC foi capaz de reduzir o consumo de energia em cerca de 30% para o sistema BTX e de 50% para o sistema 12HC em relação à coluna de destilação convencional. A configuração HIDiC também pode ser utilizada no processo de destilação reativa (HUANG *et al.*, 2005, 2006).

Na literatura há um grande número de estudos de simulação envolvendo o uso do HIDiC, mas apenas algumas plantas-piloto de HIDiC foram construídas, sendo que no Japão e na Holanda existem unidades operando em escala piloto (OLUJIC *et al.*, 2009; MATSUDA *et al.*, 2012). Devido ao efeito da diabatização da estrutura, a complexidade da operação associada ao HIDiC apresenta um maior grau de interação entre as variáveis do processo em relação a uma unidade convencional, sendo este um desafio para a aceitação industrial desse tipo de unidade (BISGAARD *et al.*, 2013).

Outro obstáculo encontrado é a complexidade de projeto e operação, e a falta de dados da escala piloto (FANG *et al.*, 2019; JANA, 2020). A maioria dos estudos sobre essa configuração são à nível de teoria e simulação (BISGAARD *et al.*, 2017; CONG *et al.*, 2017). Poucos estudos são à nível experimental, onde pode-se citar os trabalhos de Naito *et al.* (2000), Bruinsma *et al.* (2012) e Wakabayashi *et al.* (2019). Segundo Nakaiwa *et al.* (2003), o uso da tecnologia de destilação HIDiC alcançou uma redução de quase 57% no custo operacional, mas um investimento 1,75 vezes maior do que o sistema de destilação convencional.

### 2.2.3 Colunas de destilação diabáticas

As colunas de destilação diabáticas ou *Diabatic Distillation Columns* (DDC) são baseadas na adição de trocadores de calor nos pratos da coluna destilação aumentando consideravelmente a eficiência termodinâmica pela minimização da produção de entropia (AGRAWAL & FIDKOWSKI, 1996; LE GOFF *et al.*, 1996; SAUAR *et al.*, 1996). O conceito de destilação diabática reduz a diferença de temperatura ( $\Delta T$ ) entre os meios de aquecimento e resfriamento, empregando pequenos trocadores de calor em todos os pratos para a substituição do refeedor e do condensador, ou seja, há formação de um perfil de temperatura ao longo da coluna. A menor diferença de temperatura aumenta a eficiência

termodinâmica da coluna de destilação diabática, pois a produção de entropia é mínima, segundo a Teoria da ETD (*Equal Thermodynamic Distance*) (SCHALLER *et al.*, 2001; DE KOEIJER & RIVERO, 2003; RIVERO *et al.*, 2004).

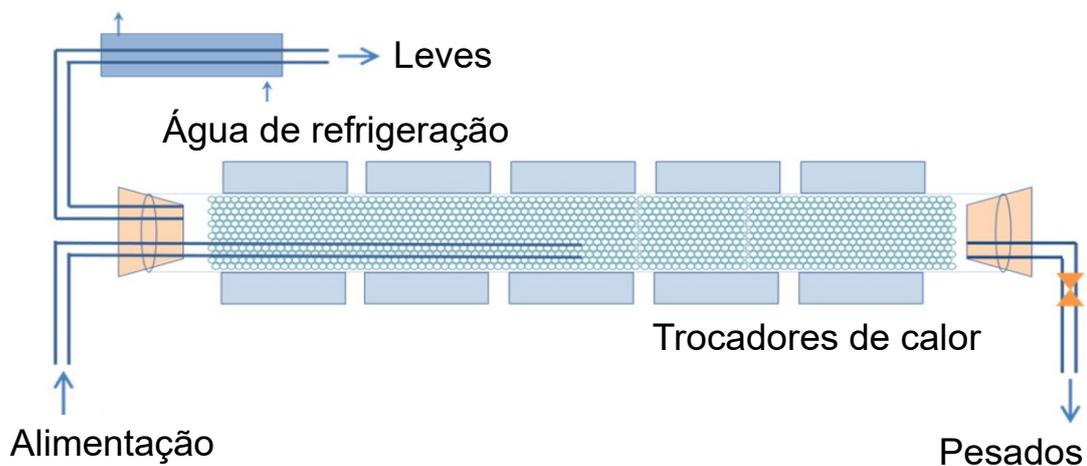
Embora tenha sido demonstrado que a produção de entropia é reduzida utilizando a destilação diabática, o critério econômico também deve ser avaliado pois a otimização termodinâmica e, conseqüentemente, energética, não coincide necessariamente com a redução dos custos econômicos. Equipamentos e utilitários extras como, por exemplo, válvulas, bombas, compressores, bombas de calor passam a ser necessários com a utilização de trocadores de calor (DE KOEIJER *et al.*, 2004). É importante mencionar que para o mesmo número de pratos, a carga total de calor fornecida à coluna diabática é maior do que a da coluna adiabática (convencional). Da mesma forma, a carga total de calor removida da coluna diabática é maior do que a da coluna adiabática. Além disso, para as mesmas tarefas totais de calor, a coluna diabática precisaria de mais estágios (pratos) para realizar a mesma separação (RIVERO *et al.*, 2004).

Outra proposta relatada na literatura é a de se utilizar uma coluna de destilação horizontal com operação diabática. Seu desenvolvimento foi motivado pelo fato que as colunas de destilação convencionais possuem duas limitações que causam grande consumo de energia. São estas: o curto tempo de residência do fluxo de líquido e o excesso de fluxo de vapor devido ao refluxo externo. Estas limitações são originadas da estrutura vertical e operação adiabática da coluna convencional. A transferência de calor em colunas de destilação horizontal em operação diabática ocorre de forma contínua por meio de trocadores de calor visando a geração e a manutenção da interface, ou seja, calor é removido continuamente da seção de retificação ao mesmo que o calor é adicionado na seção de esgotamento (Figura 2-4). O tempo de residência é controlado pela inclinação da coluna e o pelo fornecimento de calor. Por exemplo, a coluna pode ser inclinada três graus para o lado inferior da produção de produtos pesados. A inclinação determina a vazão do líquido no fundo da coluna e o ajuste do nível de líquido na parte inferior. Logo, o tempo de residência do fluxo de líquido pode ser ajustado sem o refluxo externo. Uma vez que essa proposta não requer o uso do refluxo externo, a demanda energética é minimizada. Uma importante limitação dessa proposta está no fato que a área interfacial tem que ser suficiente para transferência de massa entre vapor e líquido, de maneira que não ocorra a dispersão limitada do líquido (KIM *et al.*, 2013; JANG & KIM, 2015). Diferentes materiais para recheio foram utilizados na destilação horizontal para melhorar o umedecimento, ou seja, evitando a

dispersão limitada do líquido (SEOK & HWANG, 1985; KATAYAMA *et al.*, 2000, 2001; KATAYAMA, 2001).

Kim, Chun e Kim (2013) estudaram a separação da mistura metanol-n-propanol utilizando uma coluna de destilação horizontal diabática com área de seção transversal circular (Figura 2-4), obtendo-se uma economia energética de mais do 20% em comparação à destilação convencional (simulada via *software* Aspen Hysys), com uma pureza do 89% molar de metanol.

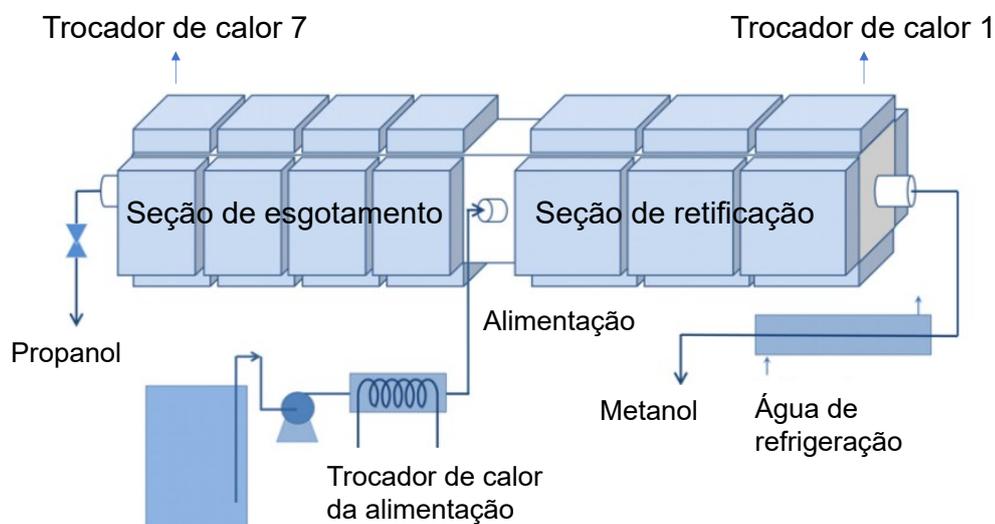
Figura 2-4 – Diagrama esquemático de uma coluna de destilação experimental para destilação horizontal diabática com área de seção transversal circular.



Fonte: Kim, Chun e Kim (2013).

Jang e Kim (2015) utilizaram uma coluna de destilação horizontal com área de seção transversal quadrada com operação diabática (Figura 2-5) para a separação de metanol e n-propanol. Essa proposta reduziu em cerca de 13,6% o consumo de energia em relação a uma coluna de destilação vertical convencional simulada via *software* Aspen Hysys. Contudo, esta configuração não é recomendada para operação de alta pressão, sendo este um aspecto negativo desta configuração.

Figura 2-5 – Diagrama esquemático de uma coluna de destilação experimental para destilação horizontal diabática com área de seção transversal quadrada.



Fonte: Adaptado de Jang e Kim (2015).

Os conceitos de colunas intensificadas energeticamente como DWC, HIDIC e DDC melhoram a eficiência energética do processo de destilação, porém sua implementação na prática requer colunas com alto grau de complexidade. A seguir serão descritos alguns processos de destilação por filme: (a) Tecnologia Linas; (b) Destilação molecular; e (c) uma nova tecnologia intensificada energeticamente conhecida por Tecnologia Destubcal que em linhas gerais utiliza a destilação por filme a condição atmosférica com um sistema que visa a redução do consumo energético e possui dimensões reduzidas.

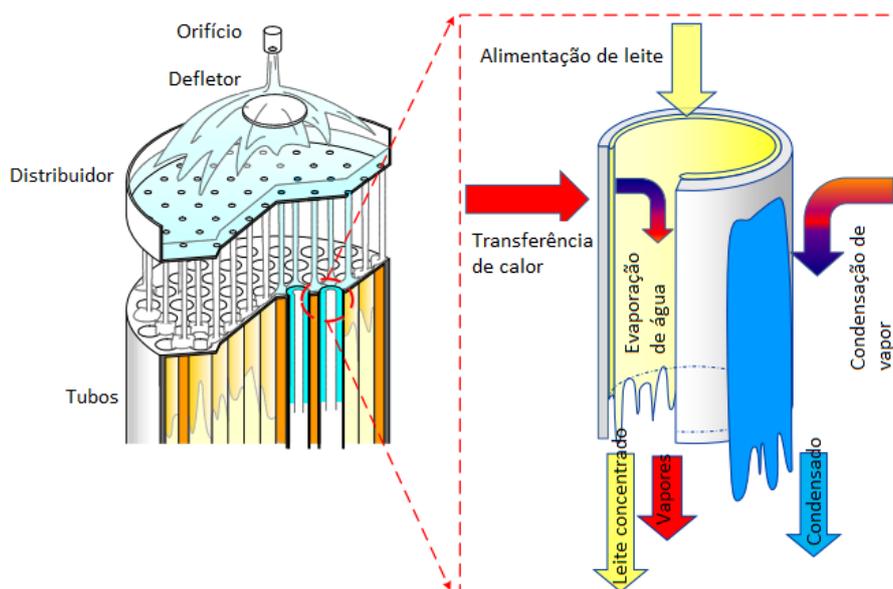
### 2.3 SISTEMAS DE DESTILAÇÃO POR FILME

A destilação por filme descendente (*falling film distillation*) é caracterizada por uma película líquida descendente, além de ter baixo tempo de residência e ser de simples construção (TELEKEN *et al.*, 2012). O uso da tecnologia de filme descendente em processos de destilação foi estabelecido utilizando o conceito de superfície aprimorada de contato líquido-vapor, atuando como uma forma de intensificação na transferência de calor e massa (MONNIER *et al.*, 2012). A evaporação de filme descendente (STEFANOV & HOO, 2003; BOJNOURD *et al.*, 2015), a microdestilação (HUANG *et al.*, 2008; TONKOVICH *et al.*, 2008) e a destilação molecular (SBAITE *et al.*, 2006; MALLMANN *et al.*, 2009) são

tecnologias de filme descendente bem conhecidas. Mais recentemente, duas nova tecnologias desta área emergiram, são elas: Tecnologia Linas e Tecnologia Destubcal.

Os evaporadores de filme descendente são amplamente empregados na indústria alimentícia e são geralmente utilizados com recompressão de vapor mecânica e térmica. A evaporação de filme descendente e a recompressão de vapor são processos complexos nos quais ocorrem vários fenômenos de transferência de calor e massa (ZHANG *et al.*, 2018b). Na Figura 2-6 é apresentado um evaporador de filme descendente que possui um arranjo de casco e tubo. Nessa aplicação de produção de leite em pó, o leite circula dentro de tubos verticais, enquanto o vapor fornece aquecimento direto do evaporador para evaporação. As vantagens dos evaporadores de filme descendente são a facilidade de projeto, possuem uma grande área de transferência de calor e produzem um curto tempo de residência (ZHANG *et al.*, 2018b). Na maioria dos processos industriais, a produção de energia térmica geralmente resulta em um excedente de vapor residual, que por sua vez é uma fonte de calor de baixa qualidade. Neste contexto, uma excelente via de aproveitamento desse vapor residual gerado é por meio da evaporação do filme descendente (ZHANG *et al.*, 2018a). Várias outras aplicações são encontradas nas indústrias de refrigeração, química, refino de petróleo e plantas de dessalinização.

Figura 2-6 – Representação do princípio básico da evaporação de filme descendente para produção de leite em pó.



Fonte: Adaptado de Munir *et al.* (2014).

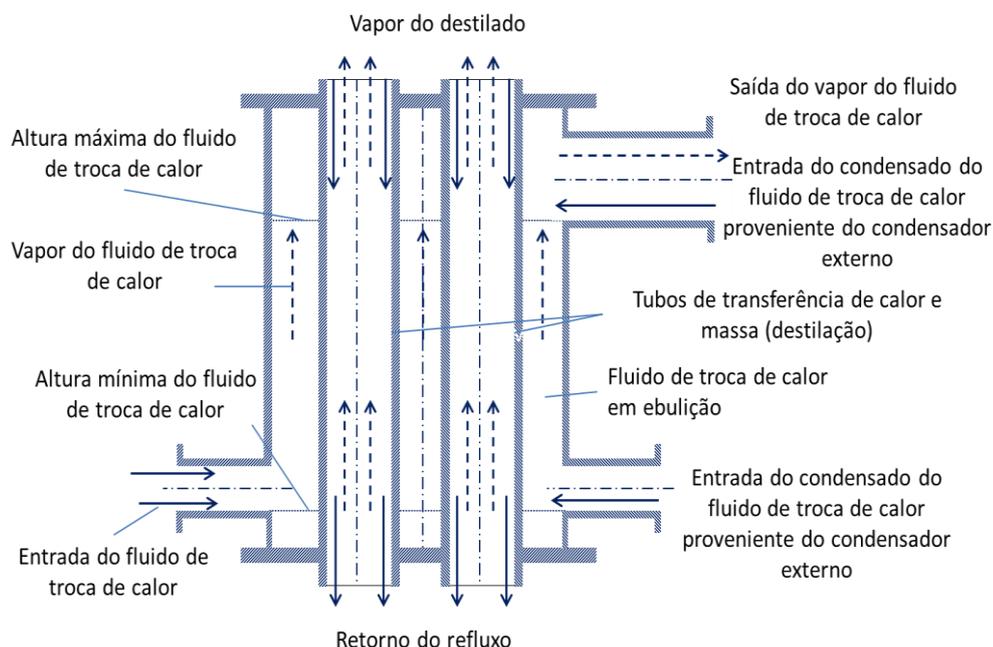
A diferença fundamental entre um evaporador e uma coluna de destilação de filme descendente consiste no fato que no evaporador somente o líquido passa para a fase de vapor, enquanto na coluna de destilação tanto o líquido muda de fase, como o vapor retorna a líquido. Na destilação, o filme líquido flui em contracorrente com o vapor gerado que pode ser coletado como um produto destilado (DA SILVA FILHO *et al.*, 2018; MARANGONI *et al.*, 2019a). A principal aplicação para evaporador de filme descendente é na indústria alimentícia, onde é comumente utilizado para separar a água (ou outro solvente) de sólidos (concentrar uma solução) que é realizado na seção inferior do evaporador e desta forma o vapor não ascende o tubo. O comportamento de uma coluna destilação de filme descendente com aquecimento isotérmico se aproxima de um evaporador de filme descendente desde que nesse caso a temperatura da fase vapor seja constante.

### 2.3.1 Tecnologia Linas

A Tecnologia Linas (*Linas Technology*) são unidades de separação compactas (tamanhos inferiores as colunas convencionais) comercializadas industrialmente para o processamento de misturas multicomponentes. Essas unidades compactas possuem baixa resistência ao escoamento, boa capacidade de separação e menor “altura teórica de pratos” (5 mm). Em relação a coluna de destilação convencional, as torres de retificação Linas possuem altura de 3 a 10 vezes menor e a massa a ser destilada dentro da coluna de destilação também é reduzida (LINAS TECHNOLOGY, 2020). Na Figura 2-7 ilustra-se o *layout* da invenção apresentada por Saifutdinov *et al.* (2014).

Ressalta-se que a Tecnologia Linas necessita do uso de vácuo para a separação e emprega o conceito de fornecimento de energia integral ao longo do tubo de destilação. Além disso, permite aproveitar o calor de condensação da mistura, o que não ocorre na forma convencional (promovendo assim a redução dos custos energéticos). O processo de destilação ocorre numa película formada no interior de tubos verticais isolados termicamente por fluidos transportadores de calor. Nas paredes dos tubos ocorre transferência de calor e massa. É um processo de não equilíbrio termodinâmico utilizado para separação de misturas multicomponentes.

Figura 2-7 - Representação esquemática do processo de destilação da Tecnologia Linas.

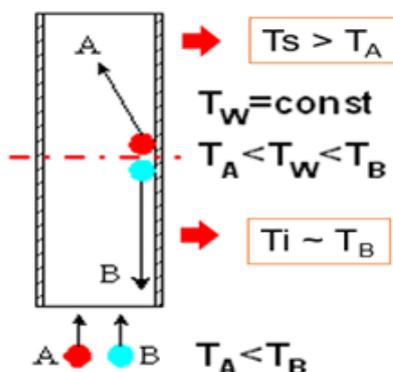


Fonte: Adaptado de Saifutdinov *et al.* (2014).

A força motriz da Tecnologia Linas concentra a atenção principal na energia de condensação dos compostos que serão separados (Figura 2-8). A temperatura da parede do tubo Linas ( $T_W$ ) é fixada em certo nível entre as temperaturas de ebulição dos compostos A e B ( $T_A$  e  $T_B$ , respectivamente com  $T_B > T_A$ ) ao longo da altura do tubo destilação. Do lado de fora do tubo circula um fluido térmico (aquecido por um dispositivo especial) que é responsável por manter a  $T_W$ . Muitas vezes  $T_W$  pode ser variada ao longo da altura do tubo (operação em perfil) visando o aumento da eficiência. O perfil de  $T_W$  ao longo da altura dos tubos gerencia o refluxo interno. O composto menos volátil condensa nas paredes do tubo e é removido na parte inferior, enquanto o mais volátil é evaporado na superfície da película e ascende pelo centro do tubo. A composição da mistura varia com a altura do tubo (parte inferior rica no composto B e com refluxo grande e na parte superior rica no composto A e com refluxo baixo) (LINAS TECHNOLOGY, 2020).

A Tecnologia Linas oferece soluções aos problemas básicos da destilação convencional de forma que a temperatura da parede é controlada e é possível a operação com refluxo interno. De 1999 a 2014, o Grupo Linas realizou 33 projetos industriais em refino do petróleo, e além disso desenvolveu e forneceu 19 unidades de retificação (LINAS TECHNOLOGY, 2020).

Figura 2-8 - A força motriz da Tecnologia Linas ( $T_A$  e  $T_B$  são as temperaturas de ebulição dos compostos A e B, respectivamente).



Fonte: Linas Technology (2020).

A Tecnologia Linas é baseada na destilação de filme. Em comparação com a tecnologia de destilação convencional, apresenta várias vantagens como: (1) redução dos custos de projeto em 3 a 5 vezes; (2) redução dos custos de aumento de escala em torno de 3 a 5 vezes; (3) redução dos custos de fabricação em 1,5 a 2 vezes; (4) transporte e montagem com redução de 2 a 5 vezes; (5) redução de 50 % no custo com operação, reparos e serviços; e (6) economia energética de cerca de 10 % (SAIFUTDINOV *et al.*, 2002). Porém essa tecnologia apresenta uma grande desvantagem em relação à formação de um filme estável pois a velocidade de corrente de vapor tem que estar na ordem de 1,5 a 2,0  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  tornando as aplicações da destilação por filme descendente muito limitadas. Logo, as unidades de retificação Linas não são realmente aplicáveis em destilação industrial de grande escala (LINAS TECHNOLOGY, 2020).

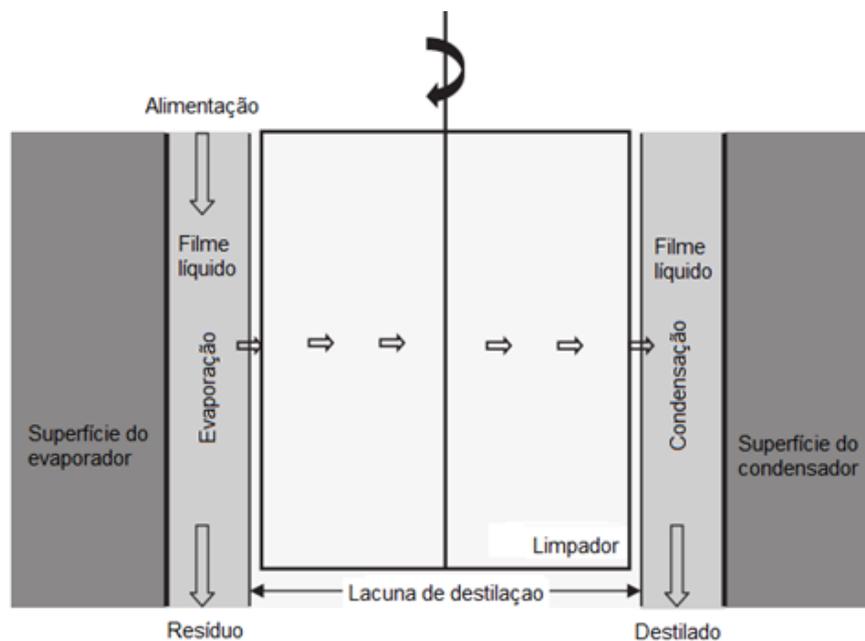
### 2.3.2 Destilação Molecular

Destilação molecular é um tipo especial de vaporização com alto vácuo e baixas temperaturas. Destilador de filme descendente e o destilador centrífugo são dois tipos básicos de unidades de destilação molecular, que usam um curto tempo de exposição do líquido destilado na superfície de evaporação (CERMAK & ISBELL, 2002). O objetivo da destilação molecular é separar ou purificar materiais com moléculas de alta massa molar e materiais termicamente sensíveis.

Segundo Batistella, Maciel e Maciel Filho (2000) não existe a condição de equilíbrio líquido-vapor pois teoricamente não há retorno de moléculas da fase vapor para a fase líquida devido à ausência colisão entre moléculas. A temperatura e a taxa de evaporação serão determinadas pela quantidade de calor fornecido ao líquido e não são influenciadas pela condição do vapor. Outra característica desse tipo especial de destilação é a baixa pressão de operação (até  $10^{-7}$  atm).

Devido ao alto vácuo empregado nesse tipo de processo, as moléculas de vapor formadas encontram um caminho livre entre as superfícies do evaporador e condensador, ou seja, a distância entre estes dois componentes é menor ou igual ao livre percurso médio das moléculas evaporadas (Figura 2-9). Nestas condições, as moléculas que escapam da superfície de evaporação chegam a superfície do condensador e são facilmente condensadas antes de colidirem umas com as outras, sem qualquer resistência (WANG *et al.*, 2009; ZHANG *et al.*, 2013).

Figura 2-9 - Princípio da destilação molecular.



Fonte: Adaptado de Sørensen, Lam e Sudhoff (2014).

As principais vantagens em relação ao processo convencional são a baixa temperatura de operação, tempo de residência curto e elevada capacidade de separação (ZHU *et al.*, 2016). Por esse motivo, esse processo é indicado para materiais termosensíveis,

materiais que se degradam ou desnaturam em pressões elevadas, material biológico e para quantidades pequenas de compostos processados.

Esse processo de destilação também é aplicado no fracionamento de petróleo pesado (FILHO *et al.*, 2006; SBAITE *et al.*, 2006). A destilação molecular também foi utilizada para separar os componentes do bio-óleo produzido por meio da pirólise de biomassa em três frações: leve, intermediária e pesada (WANG *et al.*, 2009; GUO *et al.*, 2010). Outra aplicação para a destilação molecular citada na literatura é a obtenção de frações enriquecidas ou purificadas a partir de óleos essenciais (MEZZA *et al.*, 2013; BORGARELLO *et al.*, 2015).

Um novo sistema híbrido (destilação molecular reativa) também foi desenvolvido para processamento de frações pesadas de petróleo e de óleos brutos de petróleo pesado (WINTER *et al.*, 2009; TOVAR *et al.*, 2013a, 2013b). Nesse sistema, que é indicado para reações limitadas pelo equilíbrio, a reação ocorre na superfície do evaporador, onde os produtos de reação são continuamente removidos da zona de reação (evaporados) e, assim, o rendimento é aumentado. Segue-se, então, a separação como na destilação molecular típica.

O emprego do alto vácuo na destilação molecular limita em certo ponto as aplicações na indústria pois o processo demanda um alto custo energético e baixa produtividade. Em geral, este processo é interessante para recuperação, separação e purificação de substâncias com alto valor agregado como Vitamina K1 (CVENGRO *et al.*, 1999), citral (TOVAR *et al.*, 2010, 2011), tocotrienóis (POSADA *et al.*, 2007), octacosanol (CHEN *et al.*, 2005, 2007), metil chavicol (MARTINS *et al.*, 2012b, 2012a), alicina (LIANG *et al.*, 2012) e Vitamina E (tocoferol) (MARTINS *et al.*, 2006; SHAO *et al.*, 2007). Logo, se torna necessário a concepção de uma tecnologia que associe os conceitos de destilação por filme descendente e de melhor aproveitamento energético. Com base neste cenário, foi desenvolvida uma nova tecnologia de destilação (*Destubcal Technology*) baseada na destilação de filme descendente à pressão atmosférica assistida por termossifão visando melhorar a eficiência energética do processo de destilação.

### 2.3.3 Tecnologia Destubcal

Nos últimos 20 anos, o Laboratório de Controle e Processos de Polimerização (LCP) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), desenvolveu avanços tecnológicos no campo de modificações estruturais em unidades de destilação. Inicialmente, o objetivo foi melhorar a abordagem operacional de unidades convencionais fornecendo calor distribuído e,

mais recentemente, minimizar a demanda de energia usando uma tecnologia de destilação de filme descendente intensificada energeticamente. O Projeto Destubcal (Desenvolvimento de tecnologia de destilação em película assistida por tubos de calor visando o melhoramento de petróleo pesado) foi financiado pelo Centro de Pesquisas e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES) da PETROBRAS. Como objetivo, propôs o aperfeiçoamento de uma antiga tecnologia de separação, a destilação de filme descendente, sob uma nova perspectiva energética que utiliza um termossifão bifásico como fonte de calor para o processo (MILANEZ *et al.*, 2014). Essa nova tecnologia de destilação intensificada energeticamente surgiu com o mesmo objetivo das tecnologias apresentadas anteriormente, ou seja, melhorar a eficiência energética das colunas de destilação convencionais. Algumas vantagens dessa tecnologia é operar em pressão atmosférica, dimensões reduzidas e menor consumo energético.

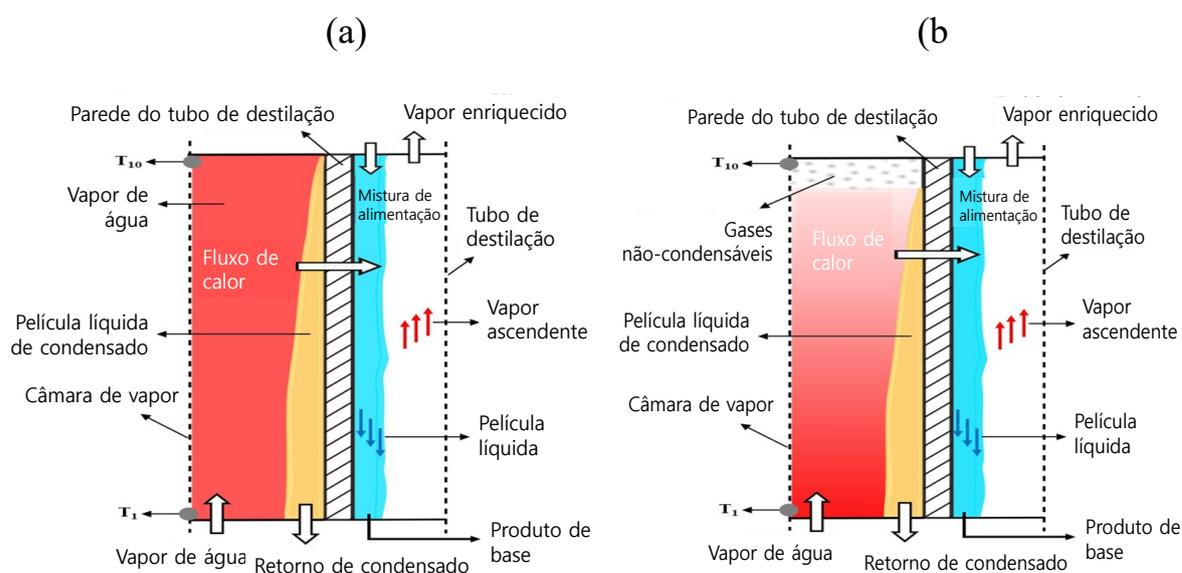
A concepção da Tecnologia Destubcal reuniu alguns conceitos apresentados na Tecnologia Linas bem como de Destilação Molecular, onde nestas a separação ocorre em filme descendente sob vácuo, podendo limitar determinadas aplicações industriais. Da Tecnologia Linas, o conceito de fornecimento de energia integral ao longo do tubo de destilação foi incorporado na concepção das duas unidades piloto do grupo DESTUBCAL, conforme descrita na patente: “Equipamento e Processo de Destilação com Controle de Energia pela Demanda” (MILANEZ *et al.*, 2014), patente esta que faz parte da Tecnologia Destubcal.

Na configuração proposta, o fornecimento de energia é realizado mediante um termossifão o que representa uma abordagem diferente à tecnologia Linas, na qual se utiliza uma camisa por onde circula fluido de aquecimento. Como nas colunas de destilação convencionais, o componente mais leve enriquece a corrente do topo e o mais pesado a da base. A troca de calor e massa pelo processo difusional ocorre radialmente da direção da parede da coluna para o filme e no limiar do filme ocorre as mudanças de fases (TELEKEN, 2013). No item 3.1 serão descritas as duas unidades piloto que foram desenvolvidas utilizando a Tecnologia Destubcal, onde ambas unidades utilizam como modo de fornecimento de calor um sistema de câmara de vapor (termossifão bifásico).

Na Tecnologia Destubcal, a película de líquido formada pela corrente de alimentação escoia em fluxo descendente e em contracorrente o vapor é gerado (Figura 2-10), enquanto a temperatura da parede do tubo de destilação é mantida aquecida e radialmente constante através do calor da câmara de vapor, termossifão bifásico.

Devido às características do termosifão, o modo de fornecimento de energia tanto pode ser realizado isotermicamente (Figura 2-10 (a)) quanto impondo um perfil de temperatura longitudinalmente (Figura 2-10 (b)). O modo de fornecimento de energia em perfil ocorre com a presença de ar não condensável no termosifão, que dificulta a troca térmica acarretando um gradiente de temperatura entre a base e o topo da coluna de destilação. Para o modo de fornecimento de energia realizado isotermicamente, este ar não condensável é eliminado, fazendo-se uma purga no reservatório de gases. Em ambos os casos, calor é fornecido integralmente ao longo de todo o tubo de destilação. O perfil de temperatura ao longo do comprimento da parede do tubo de destilação pode ser alterado de acordo com a quantidade de gás não condensável adicionado (MILANEZ & MANTELLI, 2006).

Figura 2-10 - Representação esquemática da câmara de vapor (seção de condensação) utilizado na Tecnologia Destubcal para unidade Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.



Fonte: Adaptado de Battisti *et al.* (2020b).

Na Tecnologia Destubcal, a energia é disponibilizada de maneira infinitesimal ao longo de destilação (função do termosifão bifásico), ou seja, ao longo de toda a área de destilação, acarretando menor degradação energética ao longo do tubo de destilação. Dessa maneira, a entropia do sistema é reduzida aumentando a eficiência termodinâmica do processo de destilação (menor requerimento energético), diferentemente da coluna convencional onde o

fornecimento de energia ocorre apenas na extremidade inferior (função do refeedor). A câmara de vapor fornece calor para um único tubo de calor (unidade Unitubular), enquanto na unidade Multitubular a câmara de vapor fornece calor para nove tubos de destilação. Outra característica importante é que com o emprego do termossifão é possível reduzir o consumo energético, uma vez que é fornecido apenas o calor latente e não o calor sensível. Além disso é possível ter-se um ajuste fino do fornecimento de energia.

O grupo de pesquisa Destubcal lidera as pesquisas atuais sobre a tecnologia de destilação de filme descendente energeticamente intensificada com o uso de termossifões como fonte de calor. Para reforçar a ideia de que a tecnologia de destilação de filme descendente energeticamente intensificada pode colaborar com a sustentabilidade na separação de diferentes misturas, a seguir são apresentados casos de utilização desta tecnologia de destilação com diferentes misturas de alimentação, mas com o mesmo objetivo, ou seja, propor soluções tecnológicas para minimização da demanda energética.

Tavares (2010) realizou um estudo teórico e experimental de um sistema de controle térmico para unidade de destilação de película assistida por uma câmara de vapor, visando a obtenção de um perfil de temperatura. Os resultados do modelo matemático baseado na equação da difusão mássica entre espécies químicas envolvidas e os resultados experimentais corroboraram a possibilidade de obter um perfil de temperatura ao longo da câmara de vapor, com a inserção de ar como gás não-condensáveis.

Teleken (2013) realizou um estudo fluidodinâmico e avaliou a eficiência do Sistema de Distribuição de Alimentação (SDA) sobre o processo de destilação por filme descendente operando tanto isotermicamente quanto com perfil de temperatura. O autor utilizou um modelo tridimensional de colunas de destilação por filme líquido e a análise fluidodinâmica utilizando-se fluidodinâmica computacional (CFD) e dados experimentais. Os resultados obtidos demonstraram a eficiência e viabilidade de utilização do SDA desenvolvido sobre a capacidade de separação da unidade estudada, enquanto o modelo tridimensional proposto foi capaz de prever os resultados experimentais de separação da unidade com erro relativo máximo de 10%.

Parisotto (2013) avaliou experimentalmente a unidade piloto Unitubular com duas formas de operação distintas: uma isotérmica, onde a temperatura da câmara externa permanece constante durante o processo e outra com perfil de temperatura ao longo da câmara, aplicada à separação da mistura etanol e água. O autor afirmou que a destilação por película permitiu a redução das dimensões de colunas de destilação, visto que 1 m de tubo de

destilação realizou a mesma separação em concentração de etanol que sete estágios de uma coluna convencional (aproximadamente 1,70 m).

Peruzzo (2013) comparou a separação da mistura binária trietilenoglicol e água (TEG/H<sub>2</sub>O) utilizando dois sistemas de destilação distintos: convencional e a tecnologia proposta. Demonstrou que a tecnologia proposta apresentou maior eficiência de separação da mistura com uma pureza de topo 97,63%, promovendo uma redução 38,40% do consumo de energia utilizando uma unidade de tamanho reduzido.

Parra (2017) examinou a eficiência energética de uma configuração em série (três unidades de destilação Destubcal em sequência) na separação de uma mistura etanol-água. Os resultados demonstraram que a utilização de uma sequência de colunas de filme descendente para incrementar a fração do componente mais volátil (etanol) foi satisfatória. Em relação a análise energética, observou-se que unidade de filme descendente é mais vantajosa do ponto de vista energético, representando uma economia de cerca de 29,5% quando comparada com a separação em uma unidade de destilação convencional.

Pires *et al.* (2020) estudaram a separação da mistura binária, monoetilenoglicol (MEG) e água, partindo de 66,0% em massa de MEG na alimentação e alcançando 88,6% em massa de MEG na corrente de base. Constatou-se ainda que destilação de filme descendente apresentou menor requerimento energético (redução em torno de 22,56%), além de ser mais compacta que a coluna de destilação convencional industrial. Observaram também que apenas duas unidades de destilação por película em sequência seriam necessárias para alcançar valores de separação similares aos utilizados por empresas do ramo de Petróleo e Gás (P&G).

Marangoni e colaboradores testaram experimentalmente o primeiro protótipo de equipamento de destilação de filme descendente de pequena escala com apenas um tubo de destilação. Foram utilizadas as duas formas de fornecimento de calor já citadas: isotérmico, (MARANGONI *et al.*, 2019a), e com perfil de temperatura ao longo da câmara de vapor (MARANGONI *et al.*, 2019b), visando obter fração enriquecidas de etanol a partir de a mistura etanol e água. No entanto, a coluna de destilação de filme descendente unitubular utilizada nesses estudos foi projetada para operar com baixa capacidade de processamento (menor que 30 L h<sup>-1</sup>), o que é impraticável em plantas comerciais.

Battisti *et al.* (2020a) estudaram a modelagem dinâmica baseada na transferência de calor para o termossifão bifásico acoplado ao processo de destilação de filme descendente como uma fonte de calor. O modelo dinâmico desenvolvido foi validado experimentalmente em ensaios utilizando a unidade piloto Unitubular, , fornecendo, assim, uma visão aproximada

do comportamento dinâmico do fornecimento de calor (aquecimento) da unidade de destilação com o objetivo de desenvolver estratégias de controle adequadas.

Battisti *et al.* (2020b) avaliaram a resposta em regime estacionário da unidade de destilação Unitubular aplicada a separação de uma mistura etanol-água frente às duas diferentes configurações de aquecimento (isotérmico e com perfil axial de temperatura). Verificou-se que, apesar da configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura promover menores valores de vazão de destilado, a fração do componente mais volátil na corrente do destilado é favorecida. Pontou-se também que ao aplicar-se a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, um menor requerimento energético foi necessário para se obter maiores frações do componente mais volátil na corrente do destilado.

Battisti *et al.* (2021) propuseram um modelo preditivo com aprendizado de máquina supervisionado baseado em redes neurais artificiais para prever a resposta em regime estacionário da tecnologia de destilação de filme descendente aplicada a separação de uma mistura etanol-água. Constatou-se que o modelo preditivo proposto foi capaz de prever adequadamente a resposta do processo considerando as variáveis de entrada mais importantes. Os autores também propuseram o uso de um algoritmo genético para a otimização das condições operacionais. A otimização implementada pelos autores resultou numa melhora significativa do desempenho da unidade Destubcal, combinando alta pureza com alta produtividade.

Claumann *et al.* (2020) propuseram uma modelagem de estágios em condição de não-equilíbrio para uma unidade de destilação de filme descendente. Em termos da modelagem proposta, a contribuição central está na redução do número de variáveis a serem determinadas pelo método, o que traz benefícios como redução do tempo computacional e aumento da robustez na convergência. Os resultados obtidos a partir da modelagem foram comparados com dados experimentais da planta e destilação de filme descendente em escala piloto, e mostraram boa previsibilidade, com desvios aceitáveis.

Recentemente, foram realizadas pesquisas relacionadas à separação de derivados de petróleo nas duas unidades de destilação por filme descendente que utilizam a Tecnologia Destubcal: a Unidade Piloto Unitubular (um tubo de destilação) e a Unidade Piloto Multitubular (nove tubos de destilação), sendo essa última colocada em operação em dezembro de 2017. Querino *et al.* (2018) investigaram a separação de uma mistura de nafta sintética (hexano, ciclohexano, tolueno e isômeros de xileno) utilizando uma sequência indireta de três colunas de destilação de filme descendente Unitubular. Partindo de 23% em

massa de hexano, foi possível enriquecer a massa de hexano na corrente de topo para 82% (última coluna). Os autores demonstraram que a proposta estudada é mais vantajosa do ponto de vista energético, pois resultou em uma redução total de energia para as três colunas da sequência de 12%, em comparação a sequência de colunas de destilação convencionais simuladas via Aspen Hysys®. Em um outro estudo de Querino *et al.* (2019), a destilação de filme descendente aplicada à separação de uma mistura de nafta sintética foi avaliada em termos de eficiência energética e exérgica. Os autores reportaram que os valores de eficiência energética e exérgica obtidos foram superiores a 95% e 85%, respectivamente. Estes resultados sugerem que a destilação de filme descendente assistida por termossifão é uma opção promissora para separação multicomponente, aliando boa capacidade de separação com trabalho mínimo.

Da Silva Filho *et al.* (2018) avaliaram experimentalmente a utilização da Tecnologia Destubcal (unidades de destilação Unitubular e Multitubular) para separação dos compostos aromáticos: tolueno, para-xileno, meta-xileno, orto-xileno e etilbenzeno. A inovação proposta pela Tecnologia Destubcal causou uma redução no consumo de energia, em comparação com o sistema de destilação convencional simulado utilizando o software Aspen Hysys®, superior a 30%. A partir desse estudo, foi demonstrado a possibilidade de aumentar a capacidade de processamento do processo utilizando múltiplos tubos verticais de alta transferência de calor e massa.

Alves *et al.* (2020a) destacaram resultados promissores utilizando esta tecnologia de destilação de filme descendente Multitubular energeticamente intensificada para produzir etanol hidratado com concentração satisfatória de etanol (64 wt.%), economia de energia aceitável (15%) e economia de espaço significativa (63%) em comparação com uma coluna de destilação convencional.

O histórico de pesquisas realizadas pelo grupo DESTUBCAL mostra que a utilização do processo de destilação por filme descendente ou película permite um melhor aproveitamento energético e tamanhos reduzidos em relação aos processos de destilação convencionais que utilizam pratos ou recheios. Sendo assim, a motivação principal deste trabalho é contribuir com o meio científico e industrial, apresentando o primeiro esforço empreendido no sentido de avaliar o comportamento dinâmico das unidades de destilação Destubcal frente a perturbações principais variáveis de entrada do processo e durante a operação de inicialização. O item a seguir apresenta um levantamento das principais experiências relatadas na literatura sobre o estudo do comportamento dinâmico de colunas

destilação com ênfase nos transientes existentes no processo de destilação e na operação de inicialização em colunas de destilação.

## 2.4 DINÂMICA EM SISTEMAS DE DESTILAÇÃO

### 2.4.1 Transientes do processo de destilação

A dinâmica pode ser caracterizada pelo tempo de transição e representa a velocidade que as variáveis do processo mudam quando um evento como um distúrbio ou perturbação muda o regime estacionário do processo. Logo, o comportamento dinâmico se torna dependente das características da destilação e é particular de cada unidade. A análise dinâmica de uma unidade destilação geralmente é avaliada pela resposta de composição da parte superior (topo) e inferior (base) em relação a perturbações, por exemplo, na forma de degraus nas variáveis de alimentação da coluna ou na carga térmica fornecida para ocorrer o processo de destilação.

Não se pretendeu, neste documento, realizar um levantamento de pesquisas nesta área, e sim, destacar os principais estudos disponíveis na literatura. Por exemplo, Wood e Armstrong (1960) avaliaram a resposta transiente (dinâmica) de uma coluna de destilação convencional para perturbações na composição de alimentação. Baber e Gerster (1962) determinaram experimentalmente a resposta transiente de uma coluna convencional de destilação em escala piloto por meio de perturbações nas vazões de líquido e de vapor, e utilizaram equações teóricas para prever a resposta obtida experimentalmente. Wittgens e Skogestad (1995) examinaram a resposta dinâmica inicial de uma coluna convencional de destilação a partir de um modelo dinâmico visando empregar esta informação para propósitos de controle. Taqvi *et al.* (2017) estudaram, via Aspen Plus Dynamics, o comportamento dinâmico de uma coluna de destilação convencional processando uma mistura de etanol e água. Os dados de simulação foram utilizados para identificação das funções de transferência da unidade de destilação simulada. Madabhushi *et al.* (2018) contribuíram para o entendimento do comportamento dinâmico de uma coluna de destilação em batelada. Narayana *et al.* (2020) avaliaram comparativamente o comportamento dinâmico de duas unidades de destilação em batelada com um vaso intermediário frente à separação da mistura de etanol/propanol/butanol, ambas simuladas usando o Aspen Plus Dynamics.

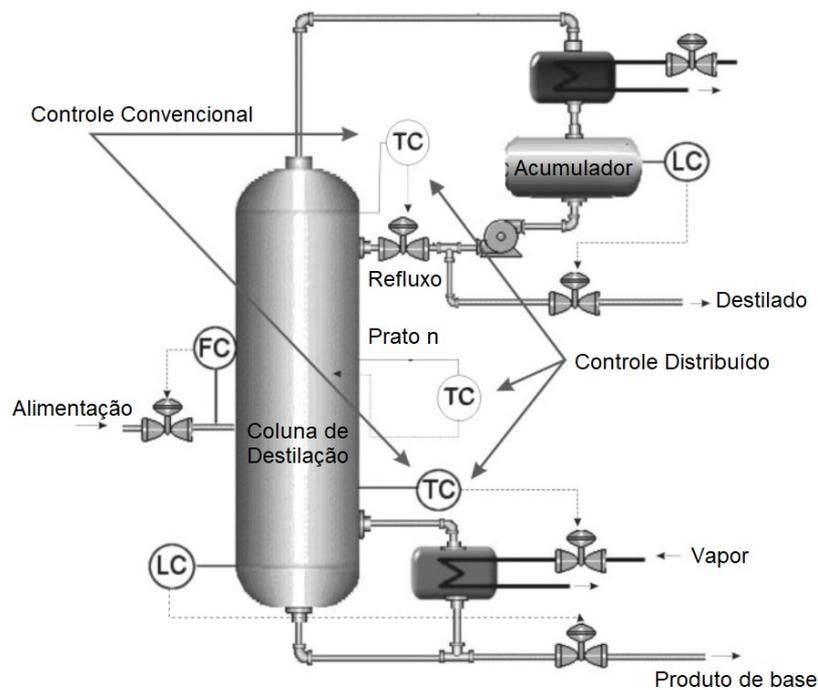
Geralmente o comportamento dinâmico em processo de destilação é lento, pois a estratégia de controle de colunas de destilação convencionais é comumente realizada de forma centralizada nas variáveis de saídas de fundo, topo e laterais, gerando um elevado tempo de transição quando o processo é perturbado. O processo de destilação convencional pode ser interpretado como um processo acoplado em série, pois a separação ocorre em vários estágios/pratos que são conectados entre si, ou seja, é realizado em várias etapas de sucessivas evaporações e condensações. Conseqüentemente, o tempo morto é incrementado a cada estágio da coluna, gerando um atraso hidráulico. Dessa forma, quando o sistema é perturbado, o equilíbrio em cada estágio é afetado e com isso é gerado um efeito em série por todo o equipamento. Enquanto não ocorrer estabilização deste equilíbrio, um novo regime estacionário não será atingido. Devido a esse comportamento, embora seja considerado que o atraso e a constante de tempo são pequenos para cada prato, a dinâmica da coluna inteira tem um atraso significativo (WERLE, 2007; MARANGONI *et al.*, 2016).

Neste contexto, uma estratégia de controle descentralizado (ação de controle distribuído) utilizando resistências elétricas como fontes de energia nos pratos da coluna foi amplamente avaliada por pesquisadores do Grupo de Pesquisas intitulado Otimização, Automatização e Controle de Processos do Laboratório de Controle e Processos de Polimerização (LCP), do Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos da UFSC como uma proposta inovadora de minimização dos transientes do processo de destilação. No desenvolvimento desta nova proposta, empregou-se o conceito de redução do  $\Delta T$  entre os meios de aquecimento e resfriamento, em que foi proposto o uso de pequenos trocadores de calor em alguns pratos. Este conceito é baseado na destilação diabática, ou seja, de um sistema de destilação intensificado energeticamente. A seguir serão descritos os principais trabalhos deste grupo de pesquisa disponíveis na literatura.

Marangoni e Machado (2007) utilizaram fontes internas de calor como uma nova abordagem operacional para colunas de destilação. A estratégia proposta foi testada em uma unidade experimental para separação da mistura etanol-água. A configuração distribuída proposta (pratos inferior, superior e torre) foram comparadas com uma abordagem convencional (controle somente na parte inferior e superior) por meio da perturbação da temperatura de alimentação. Os autores relataram que o uso de uma estrutura de controle de temperatura intermediário reduziu o tempo necessário para a coluna se estabilizar após a introdução da perturbação, em comparação com a abordagem convencional, possibilitando dinâmicas mais rápidas.

Na Figura 2-11 pode-se visualizar a diferença geral entre a configuração de controle convencional e de controle distribuído em uma unidade de destilação. Marangoni, Machado e Bolzan (2013) realizaram os testes experimentais nesta configuração distribuída de coluna de destilação piloto processando uma mistura de etanol e água. Os resultados desta abordagem operacional indicaram uma redução relevante no tempo necessário para atingir o regime estacionário em perturbações na composição da alimentação quando comparada com a abordagem convencional, possibilitando dinâmicas mais rápidas e que menores volumes fossem processados fora dos parâmetros de qualidade pré-definidos.

Figura 2-11 – Representação da diferença geral entre a configuração de controle convencional e de controle distribuído em uma unidade de destilação.



Fonte: Marangoni, Machado e Bolzan (2013).

Mello, Machado e Marangoni (2015) propuseram duas estratégias de ação corretiva distribuída: uma ação de resfriamento no prato 11 (Seção de Retificação) e a outra ação de aquecimento no prato 3 (Seção de Esgotamento), ambas também possuem controle combinado nas temperaturas do topo e da base da coluna de destilação. Estas duas abordagens foram comparadas com uma ação de controle convencional centralizado com dupla ação nas temperaturas do topo e da base da coluna de destilação. Todas estas propostas foram analisadas frente uma perturbação na temperatura de alimentação. Os resultados obtidos via

simulação dinâmica mostraram que as duas estratégias propostas reduziram o tempo de transição sem afetar os perfis de temperatura e de composição do etanol obtidos em regime estacionário.

Marangoni *et al.* (2016) estudaram experimentalmente a utilização de pontos internos de aquecimento (resistências elétricas em cada prato) distribuídos em uma unidade de destilação (destilação diabática) combinados com o refulvedor visando a redução do tempo de transição quando o processo é perturbado. Um estudo dinâmico foi realizado em uma coluna piloto processando uma mistura de etanol e água. Os resultados obtidos pelos autores mostraram que o sistema proposto (fornecimento de calor combinado) foi capaz de atuar como uma ferramenta de controle sem a necessidade de técnicas avançadas ou complexas para minimizar os efeitos das perturbações.

Marangoni *et al.* (2017) avaliaram influência da localização de um circuito interno de controle de temperatura combinado com um sistema de controle convencional de duplo controle de temperatura nas extremidades da coluna de destilação (último estágio e no refulvedor). O sistema binário modelo utilizado neste estudo foi etanol e água. Os autores realizaram perturbações na temperatura de alimentação. Foi constatado que a inserção de um ponto de aquecimento interno altera o vapor e o líquido flui rapidamente quando o processo é perturbado e o transiente é minimizado. Dessa maneira, o período de operação fora de especificação é minimizado. Além disso, a inserção de um ponto de aquecimento próximo ao prato de alimentação (entrada da perturbação) foi mais vantajosa.

Zierhut *et al.* (2020) aplicaram uma estratégia de ação corretiva distribuída com preditor de Smith (compensador de tempo morto) à uma coluna de destilação diabática processando uma mistura de etanol e água em escala piloto. Tal estratégia de controle se mostrou uma abordagem eficiente, uma vez que proporcionou uma redução de 33% no tempo transiente referente à malha de controle de temperatura no topo da unidade e de 66% na produção fora de especificação quando comparado com a estratégia de ação corretiva convencional.

Zuñiga Liñan *et al.* (2012) realizaram uma análise de um processo de Destilação Molecular (proposta de destilação por filme descente sob auto vácuo) com foco nas variáveis de resposta. Os autores propuseram uma análise de sensibilidade do processo voltada para resposta do fluxo total de destilado sob várias condições de temperatura e de vazão de alimentação. Diante disto, percebeu-se que as variáveis de resposta foram fortemente influenciadas pela temperatura de destilação.

Em relação a colunas de destilação intensificadas energeticamente, as principais contribuições encontradas na literatura são descritas a seguir. Canales e Máruez (1992) compararam uma coluna de destilação convencional e uma coluna de destilação com recompressão de vapor, ambas em escala de laboratório por meio de análises em regime estacionário e em regime transiente (comportamento dinâmico). Os autores constataram uma economia energética em torno de 50% em comparação com uma coluna de destilação convencional, porém os atrasos de tempo são mais altos para a coluna de destilação com recompressão de vapor do que na destilação convencional devido às interações do processo entre condensador e refeedor.

Gómez-Castro *et al.* (2013) determinaram as propriedades dinâmicas em malha aberta para múltiplas DWCs. Essas propriedades podem ser úteis para prever possíveis problemas de controlabilidade dos sistemas estudados. Serra, Espuña, Puigjaner (2003) compararam a controlabilidade e o consumo energético de diferentes arranjos para separação de misturas ternárias. Especificamente, as colunas de sequências diretas e indiretas, as colunas com seções laterais e a DWC foram avaliadas. Foram realizadas várias suposições que forneceram modelos não-lineares bastante simples contendo os elementos essenciais para o sistema de controle. Devido à grande diferença entre as constantes de tempo da dinâmica de fluxo de massa e as constantes de tempo da dinâmica de composição, foi proposto o controle das colunas de destilação por níveis. O controle do nível mais baixo foi baseado na estabilização do processo e o nível superior foi baseado no controle da composição. Os autores concluíram que a configuração DWC precisa de colunas longas (mais pratos) para ser realmente atraente em termos de energia e controlabilidade. Além disso, foi constatado que algumas condições de operação diferentes daquelas do consumo ótimo de energia favoreceram a operação dos sistemas intensificados energeticamente.

Vargas, Niggemann e Fieg (2009) analisaram a sensibilidade e o comportamento dinâmico do sistema DWC submetido a perturbações na alimentação para separação de uma mistura com cinco componentes. Os parâmetros de projeto e de operação das possíveis configurações utilizando duas colunas do tipo DWC foram otimizados a partir de simulações para minimizar o custo anual total e os resultados obtidos podem ser utilizados para o desenvolvimento de conceitos de controle em sistemas DWC.

Conforme visto, anteriormente, a evaporação de filme descendente é um processo análogo a destilação de filme descendente. Foi constatada na literatura a escassez de pesquisas que evidenciam estudos sobre dinâmica em colunas de destilação de filme descendente, por

isso torna-se válido descrever algumas contribuições acerca do estudo de dinâmica em evaporadores de filme descendente. Andre e Ritter (1968) estudaram a resposta dinâmica em malha aberta de um evaporador de duplo efeito em escala de laboratório. Um modelo matemático baseado nos balanços de energia e massa associado com vários elementos do sistema foi proposto para descrever a resposta dinâmica deste sistema a partir de perturbações na vazão de vapor e vazão de alimentação. Tonelli *et al.* (1990) desenvolveram um pacote computacional para simular a resposta transiente em malha aberta de um evaporador de efeito triplo em escala industrial para concentração de suco de maçã. Perturbações na pressão do vapor e na vazão de alimentação foram aplicadas no processo para testar a concordância entre a resposta experimental e a resposta simulada. Quak *et al.* (1994) realizaram uma análise comparativa entre um modelo empírico (*black-box model*) e um modelo físico para descrever a resposta dinâmica de um evaporador de filme descendente de múltiplo efeito. Os dois modelos desenvolvidos foram adequados para projetar controladores com um bom desempenho.

De Farias Neto *et al.* (2015) avaliaram o efeito da pressão sobre uma coluna de destilação com retirada lateral através de perturbações aplicadas na alimentação na fase vapor, assim como o efeito desse parâmetro sobre a dinâmica da mesma visando garantir melhor rendimento e redução de custo e energia. Foi relatado que a pressão exerce influência sobre vários outros parâmetros de operação, por isso é uma variável que se deve ter bastante atenção.

O efeito da intensidade e duração de perturbações nos parâmetros de entrada no desempenho dinâmico de uma planta de dessalinização de múltiplo efeito foi analisado por Elsayed *et al.* (2018a). Os resultados obtidos via simulação do modelo dinâmico desenvolvido, indicaram quais são os limites críticos de operação frente a possíveis flutuações dos parâmetros de entrada do processo, a fim de evitar o desligamento da planta devido a inundação ou ressecamento. Em outro estudo Elsayed *et al.* (2018b) examinaram o desempenho transiente do processo de dessalinização de efeito múltiplo com diferentes configurações de alimentação aplicando perturbações nos principais parâmetros de entrada.

#### **2.4.2 Partida (*Startup*) em colunas de destilação**

Os procedimentos programados de inicialização (*startup*) e paradas ou desligamento (*shutdown*) são muito utilizados em processos químicos em meio industrial, podendo ser

motivados devido à necessidade de manutenção regular ou por circunstâncias imprevistas. Geralmente, são implementados a partir de procedimentos operacionais padrão, que por sua vez apresentam várias restrições e desafios. A inicialização em colunas de destilação é uma operação bastante intensiva em recursos, logo, é imprescindível o emprego de métodos de otimização do procedimento de inicialização. O fator chave na otimização da operação de partida é a utilização de modelos adequados para o processo. Uma abordagem bastante empregada é a utilização de simulações dinâmicas para selecionar os melhores cenários de inicialização, pois permitem a descrição e análise da dinâmica da operação *startup* do processo (GARG *et al.*, 2017). Neste documento é reportado alguns dos trabalhos disponíveis na literatura acerca da operação de inicialização em colunas de destilação.

Uma descrição amplamente aceita para operação de *startup* em colunas de destilação é a que dividiu o *startup* em três etapas: etapa descontínua, etapa semicontínua e etapa contínua (RUIZ *et al.*, 1988). O primeiro estágio ou estágio descontínuo é caracterizado por seu curto intervalo de tempo e pela natureza descontínua de todas as variáveis de transferências e hidráulicas. O segundo estágio ou estágio semicontínuo é caracterizado pelo comportamento transiente não linear das variáveis. No fim desse estágio, as variáveis hidráulicas atingem seus valores em regime estacionário. O terceiro estágio ou estágio contínuo, é caracterizado pelas respostas transitórias lineares de todas as variáveis. No fim deste, todas as variáveis atingem seus valores em regime estacionário.

Wang *et al.* (2003) e Elgue *et al.* (2004) estudaram a criação de um modelo que descrevesse o comportamento dinâmico durante a operação de *startup* em colunas de destilação em batelada (*batch distillation columns*). Em ambos os estudos houve a etapa de validação experimental em plantas piloto. Han e Park (1999) utilizaram um modelo de onda não linear visando a captura do comportamento dinâmico essencial do processo de destilação tornando possível lidar com as dificuldades encontradas durante a operação de inicialização. A partir de estudos de simulação, os autores mostraram que o esquema de controle proposto forneceu uma operação de inicialização segura e econômica não apenas para o controle de composição dupla de uma coluna de destilação simples, mas também para uma configuração de destilação complexa.

Weng e Lee (2014) analisaram o comportamento dinâmico durante a operação de *startup* para o processo de desidratação do álcool isopropílico via destilação extrativa usando o Aspen Plus Dynamics. Os autores utilizaram dois tipos de procedimentos de *startup* com cinco casos diferentes. Verificou-se que a melhor estratégia de *startup* utilizada conseguiu

reduzir o tempo total de inicialização de 2,41 h, enquanto a estratégia com menor desempenho obteve um intervalo de tempo de 4,8 h, ou seja, uma redução de quase 99,2 %. Além disso, o consumo de energia no período de *startup* também foi reduzido.

Nunes *et al.* (2016) examinaram o procedimento de partida e a influência do tempo de alimentação do solvente na corrente alimentação da mistura azeotrópica para a destilação extrativa. Os resultados mostraram que o menor tempo necessário para atingir o regime estacionário foi alcançado quando as correntes de alimentação de solvente e da mistura azeotrópica foram alimentadas ao mesmo tempo.

Lu, Chen e Lee (2017) estudaram duas estratégias de otimização do período de *startup* para separação do sistema ternário diclorometano ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ), clorofórmio ( $\text{CHCl}_3$ ) e tetracloreto de carbono ( $\text{CCl}_4$ ) em uma coluna convencional de destilação utilizando o *software* Aspen Plus Dynamics. As estratégias adotadas propuseram modificações nas operações de partida, e a partir destas, os autores conseguiram diminuir a produção fora de especificação e o gasto energético do refeedor.

Mais uma vez, percebeu-se que poucos trabalhos disponíveis na literatura avaliam a operação de inicialização em relação a colunas de destilação intensificadas energeticamente. Eden *et al.* (2000) descreveram um procedimento sistemático para geração de duas sequências de *startup* a partir do conhecimento qualitativo do processo de destilação com integração de calor para separação metanol e isopropanol. As duas sequências desenvolvidas foram testadas experimentalmente em uma planta de destilação com integração energética utilizando bombas de calor, cabendo à bomba de calor controlar a pressão da coluna e o fluxo de vapor durante a operação normal. Independentemente da sequência escolhida, foram necessárias aproximadamente 3,7 h para o sistema alcançar o regime permanente, e cerca de 75-80% do tempo total foi utilizado para o aquecimento inicial do condensador e da bomba de calor. Visando a redução do tempo de *startup*, o aquecimento inicial do sistema deve ser alcançado mais rapidamente.

Na configuração HIDiC, devido ao forte acoplamento das duas colunas, torna-se necessário um intervalo de tempo longo para o *startup* do processo. Estratégias ótimas são desejadas para encurtar o período de *startup*, pois um longo tempo de inicialização custa uma quantidade considerável de energia e de produção fora de especificação (WENDT *et al.*, 2003). Neste contexto, os autores estudaram a modelagem, simulação, otimização e verificação experimental da operação de *startup* em uma configuração HIDiC em escala piloto. Um modelo dinâmico foi proposto e validado experimentalmente em uma planta

piloto. As etapas de simulação e otimização foram realizadas para obter uma visão aproximada do comportamento dinâmico e desenvolver uma tendência para práticas operacionais ótimas com o objetivo de reduzir o tempo de inicialização. Vários testes experimentais foram conduzidos para validar esses resultados e adaptá-los a diferentes configurações de operação. Os autores conseguiram reduzir o tempo de inicialização em 35%.

Werle *et al.* (2009b) utilizaram o aquecimento distribuído aplicado aos pratos ao longo das colunas de destilação visando redução do tempo de *startup* e do consumo de energia durante a operação de inicialização. Os testes realizados em uma unidade piloto experimental para separação da mistura etanol e água mostraram que o uso de um sistema de aquecimento distribuído permitiu reduzir o tempo (40%) e a energia (33%) necessários para o procedimento de partida, em comparação com uma abordagem convencional.

## 2.5 RELEVÂNCIA DO TRABALHO DE PESQUISA

Colunas de destilação são amplamente empregadas nas indústrias de transformação principalmente pela sua versatilidade. Porém, este processo de separação necessita de uma operação adequada a fim de se obter os padrões de qualidade requeridos nos produtos. Logo, a preocupação dispensada na análise do comportamento dinâmico deste processo é de suma importância. Outro ponto relevante é a identificação do procedimento de partida adequado as características do processo, já que a implementação de um procedimento adequado possibilita maior rapidez no alcance do estado estacionário, minimizando a produção fora de especificação, redução de gastos e favorecendo a operação da unidade de destilação. Com relação a colunas de destilação convencionais, várias pesquisas tratam do desempenho dinâmico sob condições operacionais transitórias, entretanto, verificou-se na literatura a escassez de estudos sobre o comportamento dinâmico do processo de destilação por película descendente utilizando tubos de calor (termossifão) como meio de fornecimento de calor da unidade. Porém, a partir do conhecimento da dinâmica torna-se possível desenvolver e implementar ferramentas de controle que sejam adequadas ao processo.

Foi constatada que a preocupação em relação a minimização dos transientes no processo de destilação motivou vários estudos que buscaram reduzir os tempos de transição (consequentemente redução do requerimento energético e de custos operacionais) principalmente em colunas convencionais. A maior parcela dos estudos relatados na literatura utiliza ferramentas computacionais para simulação dos processos estudados, poucos são os

trabalhos que avaliam a dinâmica em escala experimental ou em escala piloto. Assim, este estudo tem como proposta relevante e inédita, avaliar o comportamento dinâmico das unidades de destilação Destubcal visando futuramente sugerir ações corretivas para minimização destes transientes, e conseqüentemente redução do requerimento energético e dos custos operacionais.

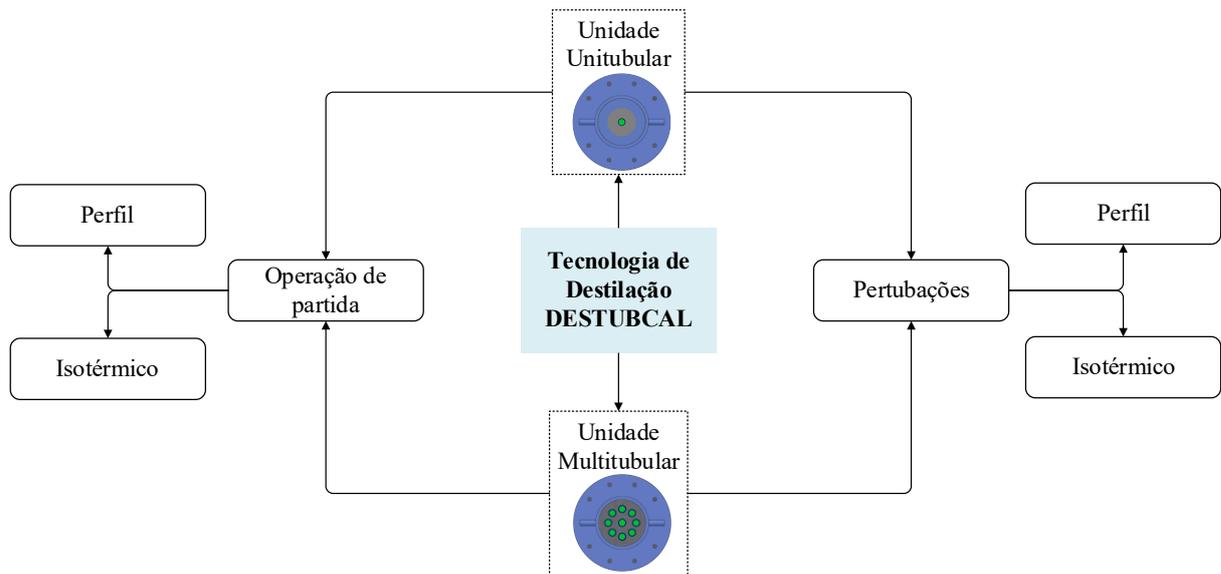
Não foram encontrados, na literatura científica, estudos que tenham identificado as etapas de inicialização para colunas de destilação por filme descendente e, nesse sentido, reside uma das principais justificativas desta tese ao investigar experimentalmente as colunas de destilação Destubcal Unitubular e Multitubular, sob as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, abordando o tempo requerido e a demanda energética para cada uma das etapas iniciais de operação, contribuindo com a literatura ainda incipiente sobre o comportamento dinâmico durante as etapas iniciais de operação.

Neste documento, a seguir foram descritas as duas unidades de destilação Destubcal instaladas no Laboratório de Controle e Processos de Polimerização (LCP/UFSC) e a metodologia que foi empregada para análise e descrição do comportamento dinâmico desse novo sistema de destilação energeticamente intensificado. Todas essas informações serão de grande importância para desenvolvimento de uma estratégia de controle adequada ao sistema estudado e que futuramente a Tecnologia Destubcal seja implementada no meio industrial.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

De forma a facilitar o acompanhamento das atividades realizadas, a Figura 3-1 mostra um diagrama esquemático contendo as principais atividades desenvolvidas nesta tese de doutorado.

Figura 3-1 – Diagrama esquemático com as principais atividades desenvolvidas nesta tese de doutorado.



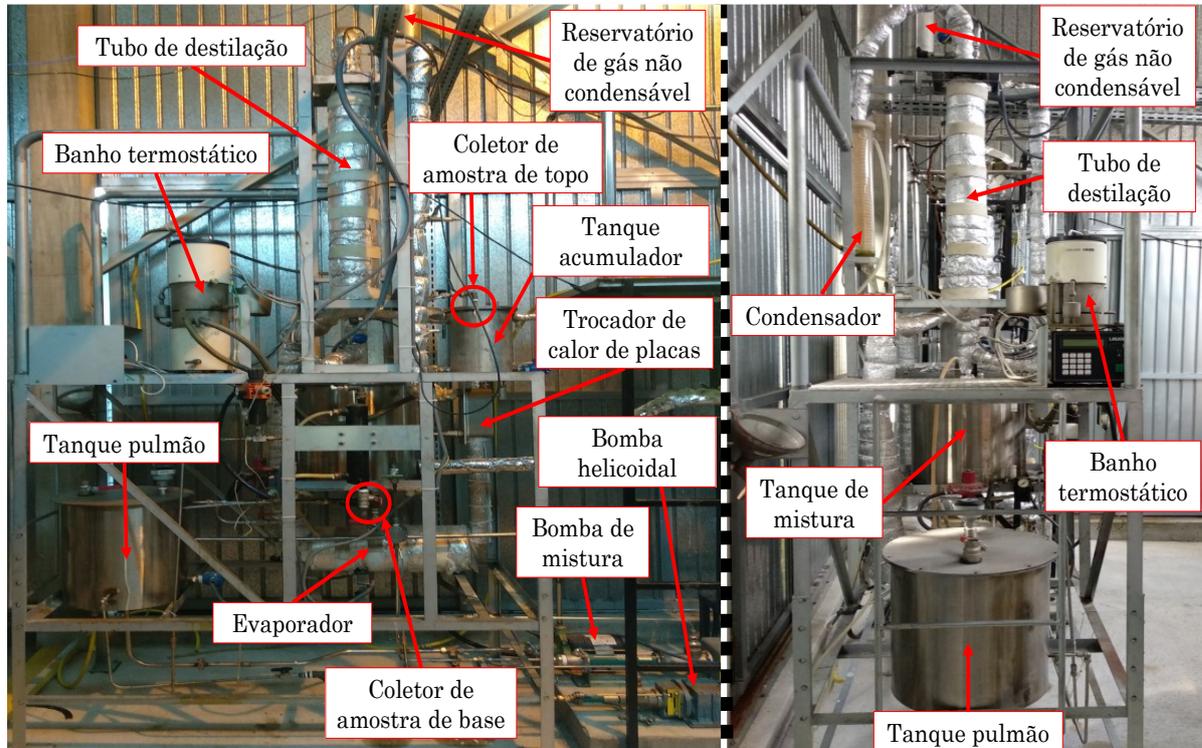
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

#### 3.1 DESCRIÇÃO DAS UNIDADES PILOTO DE DESTILAÇÃO DESTUBCAL

As duas unidades de destilação Destubcal, Unitubular (um tubo de destilação) e Multitubular (nove tubos de destilação), utilizadas nesta pesquisa estão completamente instrumentadas e em operação, encontrando-se instaladas no Laboratório de Controle e Processos de Polimerização (LCP), do Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos (EQA) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Na Figura 3-2 é apresentada uma fotografia da unidade experimental Unitubular com destaque para os principais equipamentos físicos associados à coluna de destilação. As duas unidades piloto de destilação de filme descendente foram financiadas pelo Centro de Pesquisas e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES) da PETROBRAS, sendo construídas em aço inoxidável 306 e operam sob regime contínuo, pressão atmosférica e sem

refluxo externo. Com intuito de evitar a perda de calor para o ambiente ambas as unidades e seus periféricos são isolados utilizando lã de rocha.

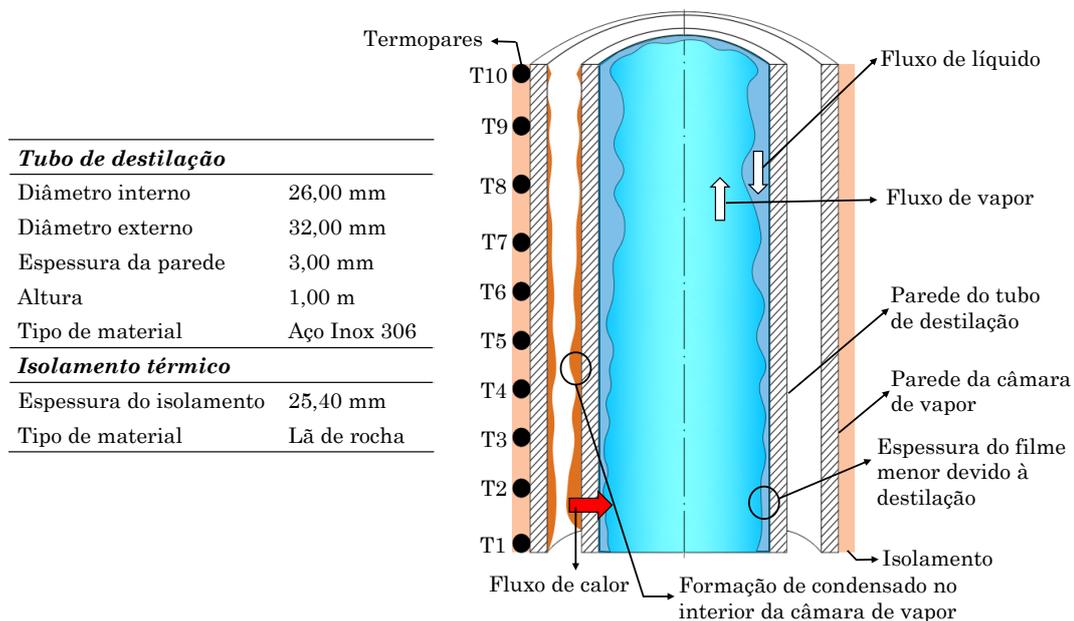
Figura 3-2 – Fotografias da unidade experimental Unitubular de filme descendente.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Em ambas as unidades, a mistura a ser separada é alimentada no topo da coluna de destilação e então forma-se um filme líquido descendente que escorre por gravidade sobre a superfície interna de um tubo vertical de transferência de calor e massa. Esse filme escoava em contracorrente com o vapor resultante enriquecido em etanol enquanto a temperatura da parede do tubo vertical é mantida radialmente constante por meio do termossifão bifásico. Ao redor do tubo, concentricamente, há a seção do condensador do termossifão bifásico, que fornece calor ao tubo de destilação (tubo interno de destilação com 1 m de altura, 26,4 mm de diâmetro e com 3 mm de espessura). O vapor resultante enriquecido em etanol é então recuperado por condensação, por meio de trocadores de calor (condensadores). A representação desta geometria pode ser visualizada na Figura 3-3, onde também é ilustrada a posição dos termopares alocados ao longo da parte externa da câmara de vapor, bem como as dimensões do tubo de destilação e do isolamento térmico.

Figura 3-3 – Corte longitudinal da unidade Unitubular ilustrando o tubo de destilação e a câmara de vapor.

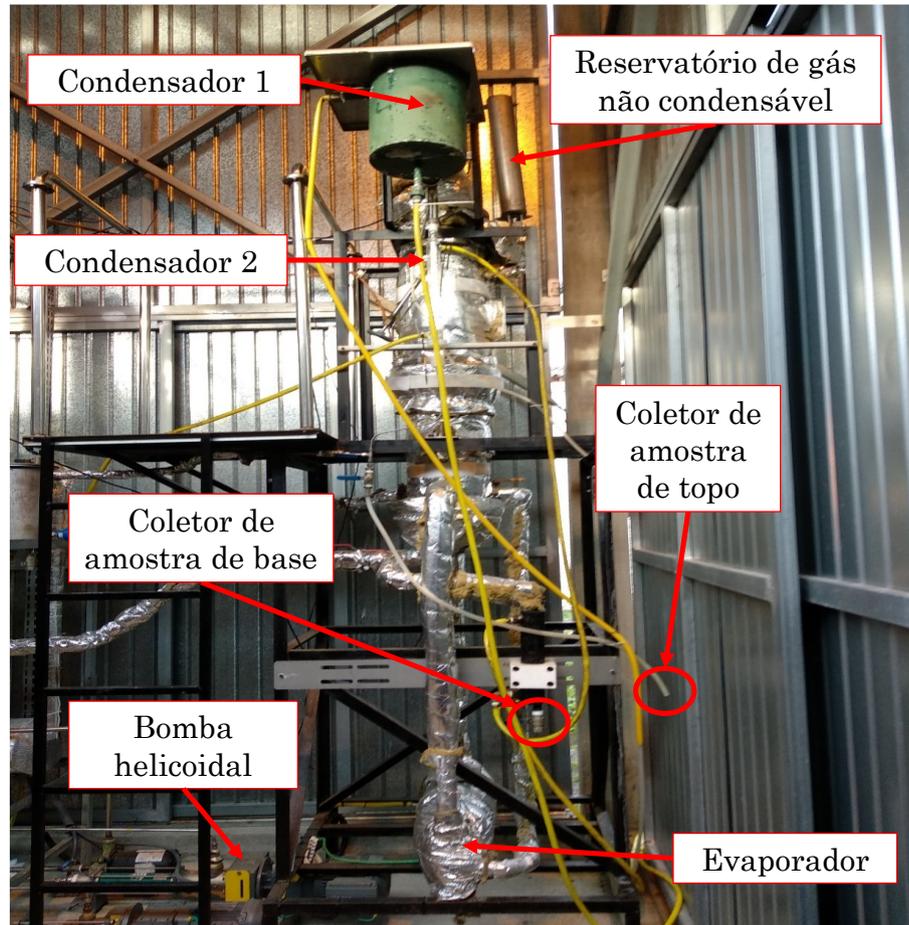


Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Conforme apresentado na Figura 3-3, a coluna de destilação Unitubular é composta por dois cilindros concêntricos, uma câmara de vapor (parte externa) e um tubo de destilação (parte interna). Dez termopares foram conectados ao longo da câmara de vapor (rotulados de T<sub>1</sub> a T<sub>10</sub> de baixo para cima, igualmente separados entre si a cada 10 cm, visando a aquisição de temperatura axial da coluna de destilação). Na Figura 3-4 é apresentada uma fotografia da unidade experimental Multitubular.

Em ambas as unidades, o termosifão bifásico consiste em um sistema de tubo de calor assistido por gravidade, diferindo apenas no que diz respeito a potência máxima que pode ser dissipada, e seu princípio de funcionamento consiste em aproveitar o processo de mudança de fase para o transporte do calor latente. A parte inferior do termosifão bifásico é a seção de evaporação e a parte superior é a câmara de vapor (seção de condensação). Na seção de evaporação existem duas resistências elétricas que, quando acionadas, fazem com que a água ultrapura (fase líquida) evapore e assim o vapor formado ascenda em alta velocidade em direção à câmara de vapor. Ao chegar na seção de condensação, o calor latente transportado é rejeitado, o vapor condensa, retornando à seção de evaporação do termosifão bifásico por ação da gravidade, onde o ciclo térmico é reiniciado. A seção de evaporação é isolada do ambiente externo por meio de isolamento térmico (lã de rocha).

Figura 3-4 – Fotografia da unidade piloto Multitubular de filme descendente, incluindo: evaporador; trocador de calor; condensador 1; condensador 2; reservatórios de gases não condensáveis; bomba de engrenagens; e coluna de destilação com nove tubos de destilação.

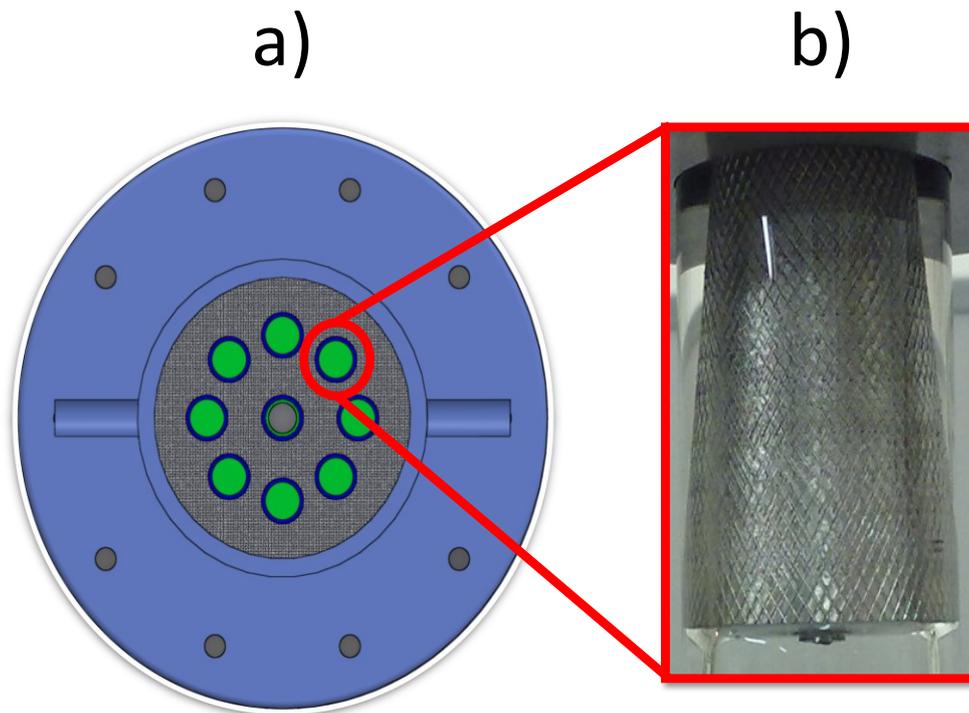


Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

As duas unidades experimentais operam em regime contínuo e por meio do fechamento e abertura de válvulas utilizam o mesmo tanque acumulador (capacidade 10 L), tanque pulmão (capacidade 60 L) e tanque de mistura (capacidade 60 L). O condensador e o termossifão bifásico são particulares de cada unidade de destilação. O tanque acumulador (capacidade 10 L) tem a função de armazenar o produto de topo da coluna que segue juntamente com o produto de base para o tanque de mistura (capacidade 60 L) onde as duas correntes são misturadas com o intuito de amortecer flutuações ao longo do tempo ocasionadas pela própria separação. Em seguida, a corrente é encaminhada para o tanque pulmão (capacidade 60 L). Após sair do tanque pulmão a corrente de alimentação é aquecida por trocador de calor de placas e segue para alimentação no topo da coluna onde existe um

cone que permite a formação de um filme na área interna dos tubos de destilação, conforme ilustrado na Figura 3-5.

Figura 3-5 – Ilustração do arranjo dos nove tubos de destilação na Unidade Multitubular (a), e sistema de alimentação no formato de cone que auxilia na formação do filme dentro de cada tubo de destilação (b).



Fonte: Alves *et al.* (2020a).

A mistura de etanol e água é alimentada no topo da coluna de destilação por meio de uma bomba de cavidade progressiva (helicoidal) de modelo NM011BY02S12B para a Unidade Unitubular e de modelo NM021BY02S12B para a Unidade Multitubular, ambas da Netzsch, Pomerode-SC, Brasil. Mais informações e detalhes técnicos sobre as unidades de destilação Unitubular e Multitubular podem ser acessados em estudos publicados pelo grupo de pesquisa Destubcal (DA SILVA FILHO *et al.*, 2018; ALVES *et al.*, 2020a; PIRES *et al.*, 2020).

### 3.2 INSTRUMENTAÇÃO, CONTROLE E AQUISIÇÃO DE DADOS

Em ambas as unidades foram instalados dez pontos de aquisição de temperatura usando termopares fixados externamente ao longo da câmara de vapor, igualmente separados entre si a cada 10 cm, visando a aquisição de temperatura axial de cada unidade de destilação. Outros pontos de aquisição de temperatura também foram instalados no topo da coluna de destilação (temperatura do destilado), na base da coluna de destilação, na corrente de alimentação, no tanque pulmão, tanque de mistura e acumulador. Todos os termopares são modelo TT-K-36 (Omega, Stamford, Estados Unidos). Existem também dois transmissores de pressão (modelo MMA, Omega, Stamford, Estados Unidos) um no topo e um na base da coluna. Transdutores de pressão foram instalados nas duas unidades, especificamente em cada câmara de vapor, o que permite operar a unidade com maior segurança, pois o limite máximo da pressão de operação (pressão da câmara de vapor) é de 10 bar (1000 kPa).

Em ambas as unidades, foram empregadas as seguintes malhas de controle manual:

- a. controle da carga térmica da câmara de vapor por meio da manipulação da potência dissipada no termossifão;
- b. controle da temperatura de pré-aquecimento por meio do banho termostático;
- c. controle da vazão de alimentação como função do ajuste na tensão do motor elétrico do dispositivo de bombeamento usando um conversor de frequência.

Convém ressaltar que os termossifões acoplados as unidades de destilação Destubcal, são ambos formados por duas resistências elétricas instaladas em paralelo, e diferem no que diz respeito a potência máxima que pode ser dissipada, sendo, especificamente 9,60 kW para a unidade de destilação Unitubular, e 36,00 kW para a unidade de destilação Multitubular. A aquisição de dados de pressão é realizada por meio de Data Loggers (Novus, Porto Alegre, Brasil).

As duas unidades possuem um sistema para aquisição de dados, em que as temperaturas do processo são monitoradas em tempo real com amostragens realizadas em intervalos de 30 s. Os dados de temperatura são captados por um sistema de aquisição de dados modelo CR1000, combinado com multiplexador modelo AM25T (ambos da Campbell Scientific, Utah, Estados Unidos), que envia para um microcomputador, que adquire os valores gravados. Os dados adquiridos durante todo o período de experimento podem ser visualizados e exportados usando o *software* LoggerNet versão 3.4.1 da Campbell Scientific® (Utah, Estados Unidos).

### 3.3 MISTURA MODELO

O sistema binário modelo utilizado nos experimentos em escala piloto foi etanol (álcool etílico) e água. Está é uma mistura clássica e comumente utilizada em estudos sobre dinâmica de colunas de destilação (MARANGONI *et al.*, 2013, 2016). A composição em massa de etanol na corrente de alimentação foi fixada em aproximadamente 12,00% (m/m). Este valor foi especificado com base na concentração típica de etanol obtida por fermentação; Kiss e Suszwalak (2012) e Vane (2008) citam que, em destilarias de etanol de cana-de-açúcar, o processo de fermentação costuma levar à produção de uma mistura de etanol e água (entre 5 e 12% em massa de etanol). A mistura sintética utilizada foi produzida por meio de diluição de etanol em água, partindo de álcool etílico com 92,00% de pureza (m/m) fornecido pela QUIMISA (Brusque- SC, Brasil).

### 3.4 MÉTODO DE ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO MÁSSICA

Para realizar as medições de composição volumétrica de etanol durante os experimentos foi utilizado um densímetro para álcool etílico (alcoômetro). Este método de análise tem sido utilizado com sucesso para a medição da composição volumétrica de álcool etílico em mistura com água (WERLE *et al.*, 2009a; ALVES *et al.*, 2020a). Posteriormente, os dados da composição volumétrica do etanol foram convertidos para dados de composição mássica de etanol, por meio de uma tabela alcoométrica disponibilizada pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA, 2010).

### 3.5 PROCEDIMENTOS DA OPERAÇÃO DE INICIALIZAÇÃO

Os procedimentos de partida para os dois arranjos de fornecimento de calor serão quase os mesmos. A única diferença é que, devido à presença de gases não-condensáveis, é possível promover um gradiente de temperatura entre as extremidades da câmara de vapor. Para a configuração de aquecimento isotérmico foi realizado vácuo na câmara de vapor visando remover parcialmente os gases não-condensáveis (ar), que se concentram na região superior da câmara de vapor (seção de condensação). Para essa finalidade é utilizada uma bomba de vácuo modelo 830 (Fisatom, São Paulo, Brasil). No caso da configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, a presença dos gases não-condensáveis na

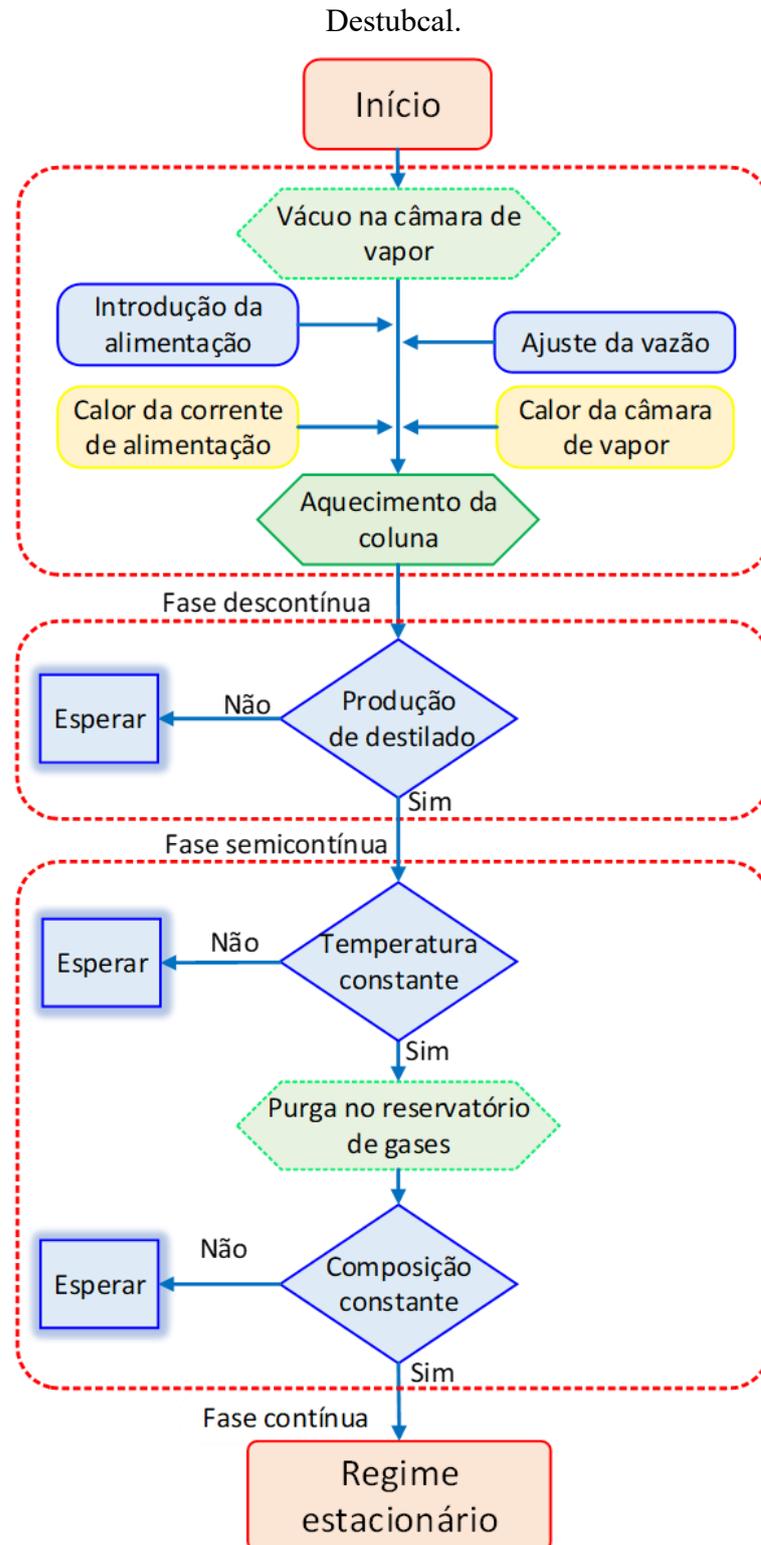
região superior da câmara de vapor promove uma barreira difusiva para o vapor, diminuindo a área de troca térmica, pois esta parcela não participa da transferência de calor (TAVARES, 2010). Anteriormente a cada experimento na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, foi imposto o valor inicial de 0,34 bar de pressão, obtendo-se assim um perfil de temperatura de aproximadamente de 10 °C ao longo da câmara de vapor devido a presença de gás não condensável. Este valor de 0,34 bar foi definido pelo grupo de pesquisa em avaliações anteriores para separação da mistura etanol e água (DA SILVA FILHO, 2018; BATTISTI *et al.*, 2020b).

A sequência de inicialização estabelecida por Werle *et al.* (2009a) incluiu procedimentos experimentais para a operação de inicialização de uma coluna de destilação convencional com aquecimento distribuído (baseada no conceito de destilação diabática), sendo estes procedimentos utilizados para as colunas de destilação Destubcal. No entanto, deve-se ressaltar que esses foram adaptados em virtude das diferenças construtivas e operacionais entre colunas de destilação convencionais e colunas de destilação Destubcal. Apresenta-se na Figura 3-6 um resumo das etapas da operação de partida estabelecido para as colunas de destilação Destubcal.

A sequência de inicialização adotada compreendeu uma série de procedimentos experimentais, podendo ser reunidas em três fases distintas: (1) fase descontínua; (2) fase semicontínua; e (3) fase contínua. Primeiramente, na ordem apresentada a seguir, descreve-se os procedimentos iniciais referentes à fase descontínua:

- i. o procedimento de partida foi iniciando com a composição mássica de etanol na alimentação ajustada em aproximadamente 12% em massa;
- ii. seguiu-se com o ajuste da vazão mássica de alimentação em aproximadamente 33 kg·h<sup>-1</sup> (para a unidade de destilação Unitubular) e 250 kg·h<sup>-1</sup> (para a unidade de destilação Multitubular), ambos os ajustes foram conseguidos fixando-se a frequência de rotação de sua respectiva bomba de alimentação;
- iii. aquecimento gradual da temperatura da corrente de alimentação, fazendo-se uso do banho termostático, parte-se da temperatura ambiente até o valor desejado (próximo a 80 °C);
- iv. aquecimento progressivo da câmara de vapor, com incrementos de 5% no valor da potência fornecida para a câmara de vapor, em intervalos de 20 em 20 min, partindo-se da temperatura ambiente até o valor desejado para a temperatura na extremidade inferior da câmara de vapor ( $T_1 = 100$  °C).

Figura 3-6 – Etapas da operação de partida estabelecido para as colunas de destilação



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Em seguida, a partir do início da fase semicontínua (início da formação de produto de topo), foram realizadas medições da composição de etanol no destilado, vazão do destilado e temperatura do destilado, em intervalos de 6 em 6 min. Nessa fase, especialmente para a configuração de aquecimento isotérmico, quando se atinge a temperatura desejada (e constante) na extremidade inferior da câmara de vapor ( $T_1$  igual a 100 °C), faz-se purga no reservatório de gases, sendo este diretamente conectado com a câmara de vapor. Por fim, o critério empregado para verificar o estabelecimento da Fase Contínua (regime estacionário) foi a estabilização das colunas de destilação Destubcal, por meios das derivadas das curvas de temperatura em função do tempo e das medições de etanol nas correntes de produtos de base e de topo.

Com o objetivo de avaliar o comportamento dinâmico durante as etapas iniciais de operação, as vazões mássicas de destilado e de base, as composições mássicas de etanol no destilado e na base, as temperaturas da base e do vapor rico em etanol, foram selecionadas para representar o comportamento do processo. Para cada etapa da operação de inicialização, o tempo e o consumo de energia foram analisados, bem como a influência do tipo de configuração de fornecimento de calor. Para garantir maior confiabilidade e repetibilidade dos resultados obtidos, cada sequência de inicialização foi realizada três vezes sob cada uma das configurações de aquecimento, totalizando seis experimentos para a unidade de destilação Unitubular e seis experimentos para a unidade de destilação Multitubular, sendo os resultados expressos pela média ( $\pm$  desvio padrão) dos valores das triplicatas.

Como foi visto anteriormente, as unidades de destilação convencionais diferem das unidades de destilação Destubcal principalmente no que diz respeito ao modo de fornecimento de energia. Assim, para fins de comparação (como será apresentada na Seção 4.1), o valor reportado para o consumo de energia elétrica da unidade de destilação convencional referiu-se ao consumo horário de energia elétrica do refeedor (dados da literatura), enquanto para as unidades de destilação Destubcal considerou-se o consumo horário de energia elétrica das resistências elétricas do termossifão bifásico.

### 3.6 OBTENÇÃO DO COMPORTAMENTO TRANSIENTE

#### 3.6.1 Procedimento experimental em malha aberta

Perturbações positivas do tipo degrau aplicadas na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, na potência fornecida para a câmara de vapor, na composição mássica de etanol na corrente de alimentação e na vazão de alimentação foram empregadas para obter a resposta transiente das duas unidades de destilação Destubcal. As diferenças entre a resposta transiente de ambas as unidades piloto de destilação Destubcal em relação as duas configurações possíveis de fornecimento de calor (aquecimento isotérmico e aquecimento com perfil axial de temperatura) também foram avaliadas. Neste sentido, foi considerado um período de 0,50 h antes da perturbação (referido como “regime estacionário inicial do processo”) e os ensaios experimentais foram conduzidos por aproximadamente 2,00 h após as perturbações aplicadas. Assim, um período total de 2,50 h foi utilizado para avaliação do comportamento transiente do processo em malha aberta.

A resposta transiente das unidades piloto de destilação Unitubular e Multitubular foi avaliada em termos da composição mássica de etanol na corrente de destilado ( $X_{\text{EtOH,D}}$ , wt.%), da temperatura da base ( $T_B$ , °C) e da temperatura do vapor rico em etanol ( $T_V$ , °C). Para esse fim, medições da composição de etanol no destilado, vazão do destilado e temperatura do destilado foram realizadas em intervalos de 5 min para determinar o efeito da perturbação na qualidade do produto destilado. No que diz respeito à medição das temperaturas da base e do vapor rico em etanol, conforme mencionado anteriormente no subitem 3.2, as amostragens foram realizadas em intervalos de 30 s.

A “condição de referência” utilizada como “regime estacionário inicial do processo” para a unidade de destilação Unitubular foi como segue: a temperatura de alimentação especificada em aproximadamente 78 °C, a temperatura na seção do evaporador especificada em aproximadamente 100 °C, a vazão mássica de alimentação especificada em aproximadamente 33 kg·h<sup>-1</sup>, e a composição mássica de etanol na alimentação foi especificada em aproximadamente 12 wt.%. Entende-se que essa condição de referência forneça resultados satisfatórios, conforme observado em estudos anteriores (MARANGONI *et al.*, 2019a, 2019b). A temperatura de alimentação foi definida limitando-se à temperatura do componente mais volátil (no caso o etanol), ou seja, optou-se por realizar a alimentação na forma de líquido sub-resfriado.

Com exceção da vazão mássica de alimentação, a “condição de referência” empregada para a unidade de destilação Multitubular foi similar à utilizada para a unidade de destilação Unitubular, sendo especificada da seguinte forma:

- i. temperatura de alimentação em torno de 78 °C;

- ii. temperatura na seção do evaporador especificada em torno de 100 °C;
- iii. vazão mássica de alimentação especificada em torno de 250 kg·h<sup>-1</sup>;
- iv. composição mássica de etanol na alimentação foi especificada em aproximadamente 12 wt.%.

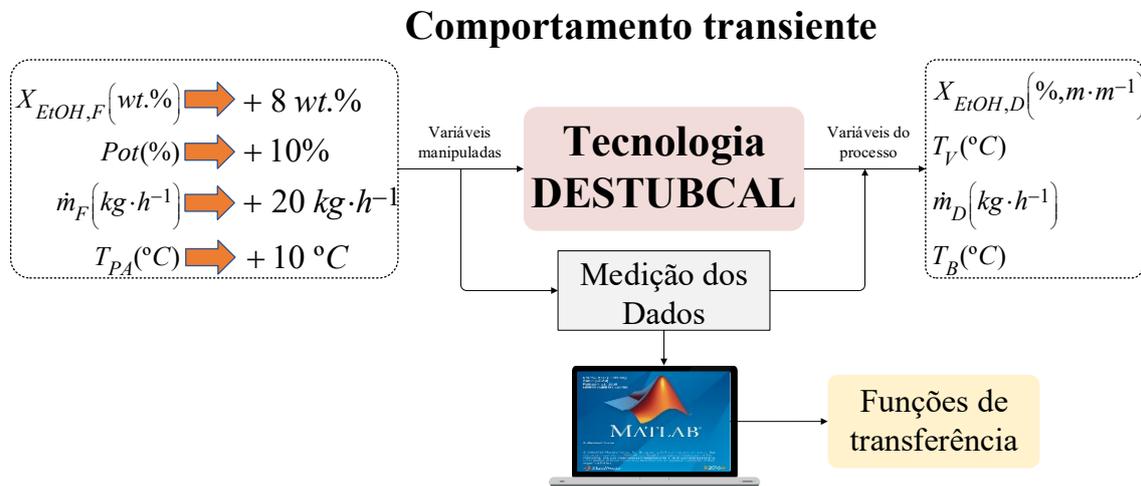
A vazão mássica de alimentação de 250 kg·h<sup>-1</sup> foi definida por ser um valor bem próximo da vazão de projeto da unidade de destilação Multitubular, que foi estipulada em 300 kg·h<sup>-1</sup>. Os valores utilizados na condição de referência para a unidade de destilação Multitubular estão em razoável conformidade com o estudo experimental realizado por Da Silva Filho (2018), em que a Unidade Multitubular foi aplicada à separação da mistura etanol-água. O referido autor reportou resultados promissores operando em condições similares a da condição de referência.

A resposta transiente do sistema de destilação Destubcal foi verificada a partir da aplicação de perturbações positivas do tipo degrau na composição mássica de etanol na corrente de alimentação em aproximadamente 8,00 wt.%, na potência fornecida para o evaporador em aproximadamente 10,00%, na vazão mássica de alimentação em aproximadamente 20,00 kg·h<sup>-1</sup>, e na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação em aproximadamente 10,00 °C. Estas perturbações produzem reações nas variáveis de saída do sistema, que são analisadas em relação ao tempo visando avaliar o comportamento transiente do sistema. No período transiente foram identificadas características do processo como atrasos, tempo de resposta e o tempo necessário para que o sistema retorne ao regime estacionário. O retorno ou não ao regime estacionário também foi avaliado (estabilidade do sistema). Conforme recomendado por Werle (2007), para verificar o estabelecimento de um novo regime estacionário, pode-se ajustar uma função *sigmoidal* aos dados experimentais (para minimizar flutuações normais do processo) e, após isso, calcula-se a derivada em função do tempo. Com isso, no nosso caso, torna-se possível identificar facilmente quando as temperaturas da base, do vapor rico em etanol e da câmara de vapor não mais variam em função do tempo. O comportamento dinâmico da temperatura da câmara de vapor ( $T_{cv}$ , °C) também foi avaliado com o objetivo de identificar um possível grau de acoplamento de variáveis. Para isso, em ambas as configurações de fornecimento de calor, os valores considerados para esta verificação foram as temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ , °C) e superior ( $T_{10}$ , °C) da câmara de vapor.

Foram realizadas três repetições de cada perturbação degrau em malha aberta para atingir uma repetibilidade satisfatória, logo os resultados apresentam valores médios ( $\pm$  desvio

padrão). Levando em conta cada uma das configurações de aquecimento, vinte e quatro experimentos foram executados para a unidade de destilação Unitubular e mais vinte e quatro experimentos para a unidade de destilação Multitubular, totalizando quarenta e oito experimentos. Posteriormente, funções de transferência de baixa ordem foram utilizadas para capturar o comportamento dinâmico das colunas de destilação Destubcal. Na Figura 3-7 pode-se visualizar uma ilustração que resume a obtenção do comportamento transiente em malha aberta, com posterior identificação das funções de transferência de baixa ordem.

Figura 3-7 – Obtenção do comportamento transiente em malha aberta, com identificação das funções de transferência de baixa ordem.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

### 3.6.2 Método para identificação de funções de transferência de baixa ordem

A partir da necessidade de uma representação simplificada do comportamento transiente em malha aberta das duas unidades piloto de destilação de filme descendente, a ferramenta computacional do *software* MatLab denominada “*System Identification Toolbox*” foi utilizada para auxiliar na avaliação da dinâmica do processo. Para tanto, foram utilizados os seguintes modelos de processo: modelo de primeira ordem (MPO) e o modelo de segunda ordem (MSO), ambos baseados em funções de transferência de baixa ordem. Tem-se que o modelo de primeira ordem pode ser expresso seguindo a Equação (3-) (LUYBEN, 1987).

$$G(s) = \frac{K_p}{\tau_p \cdot s + 1} \quad (3-1)$$

Onde  $\tau_p$  é a constante de tempo do processo,  $K_p$  é o ganho do processo em estado estacionário.

O modelo de segunda ordem é representado pela Equação (3-2) (LUYBEN, 1987).

$$G(s) = \frac{K_p}{(\tau_{p1} \cdot s + 1) \cdot (\tau_{p2} \cdot s + 1)} \quad (3-2)$$

Onde  $\tau_{p1}$  e  $\tau_{p2}$  são as constantes de tempo do processo,  $K_p$  é o ganho do processo em estado estacionário.

Adicionalmente, o fator de amortecimento ( $\xi$ ) pode ser calculado com base nas constantes de tempo do processo derivadas da função de transferência de segunda ordem, de acordo com a Equação (3-3).

$$\xi = \frac{\tau_{p1} + \tau_{p2}}{2 \cdot \sqrt{\tau_{p1} \cdot \tau_{p2}}} \quad (3-3)$$

Onde  $\xi > 1$  representa uma resposta sobre-amortecida,  $\xi = 1$  representa uma resposta com amortecimento crítico, e  $0 < \xi < 1$  representa uma resposta sub-amortecida (HOWARD & COOPER, 2010).

A verificação dos parâmetros dos modelos empírico (funções de transferência de primeira ordem e segunda ordem) foi realizada a partir da comparação entre a resposta transiente experimental resposta transiente construída por cada função de transferência, esta comparação é avaliada por meio do coeficiente de ajuste ou “Fit” definido pela Equação (3-4) (ALVES *et al.*, 2020b; MUMBACH *et al.*, 2020):

$$Fit(\%) = \left( 1 - \frac{\sum_{j=1}^N (y_j - \bar{y})^2}{\sum_{j=1}^N (y_j - y_j)^2} \right) \cdot 100 \quad (3-4)$$

Na Equação (3-9), o subscrito  $j$  representa um ponto experimental,  $N$  é o número total de pontos experimentais utilizados,  $y_j$  é o dado experimental de saída,  $\hat{y}_j$  é o dado previsto pelo modelo correspondente ao dado experimental de saída e  $\bar{y}$  é a média de todos os dados experimentais para uma certa condição.

### 3.7 CÁLCULO DOS PARÂMETROS DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR

Visando caracterizar os efeitos das perturbações na transferência de calor em cada tubo de destilação nas unidades Unitubular e Multitubular, os parâmetros de transferência de calor (número de Nusselt e coeficiente local de transferência de calor) foram calculados para as seções de entrada e saída das unidades de destilação Destubcal.

O número de Nusselt ( $Nu$ ) representa a razão entre a transferência de calor convectiva pela condutiva perpendicular ao filme líquido descendente. Este número adimensional pode ser calculado como função do número de Reynolds ( $Re$ ), de acordo com a Equação (3-5) (KARLSSON *et al.*, 2013).

$$Nu = 0,822 \cdot Re^{-0,22} \quad (3-5)$$

O número adimensional de Reynolds ( $Re$ ) é um indicativo sobre o padrão de escoamento do filme líquido, sendo determinado pela expressão apresentada na Equação (3-6) (WEISE & SCHOLL, 2009).

$$Re = \frac{4 \cdot \Gamma}{\mu} \quad (3-6)$$

Onde  $\Gamma$  representa a vazão mássica relacionada ao perímetro molhado ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ) e  $\mu$  é a viscosidade do fluido ( $\text{Pa} \cdot \text{s}$ ).

Os números adimensionais de Reynolds e Nusselt foram determinados utilizando os resultados experimentais das unidades de destilação Unitubular e Multitubular em regime estacionário antes e após a aplicação das perturbações. Seguindo-se recomendação de Marangoni *et al.* (2019a), os valores foram estimados nas seções de entrada e saída das unidades de destilação Destubcal. Outro importante parâmetro transferência de calor estimado foi o coeficiente local de transferência de calor ( $U$ ), utilizando a Equação (3-7) e a

Equação (3-8) (QUERINO, 2018) para as seções de entrada e saída das unidades de destilação Destubcal, respectivamente.

$$U_{(E)} = \frac{Q_{Evap}}{A_{Ext} \cdot (T_{10} - T_{Ali})} \quad (3-7)$$

$$U_{(S)} = \frac{Q_{Evap}}{A_{Ext} \cdot (T_1 - T_B)} \quad (3-8)$$

Onde  $U_{(E)}$  e  $U_{(S)}$  representam os coeficientes locais de transferência de calor na seções de entrada e saída, respectivamente ( $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{°C}^{-1}$ ),  $A_{Ext}$  representa a área externa de cada tudo de destilação ( $\text{m}^2$ ),  $Q_{Evap}$  representa o consumo de energia pelo evaporador para 1 hora de funcionamento ( $\text{kW}$ ),  $T_1$  representa a temperatura na extremidade inferior da câmara de vapor ( $\text{°C}$ ),  $T_{10}$  representa a temperatura na extremidade superior da câmara de vapor ( $\text{°C}$ ),  $T_{Ali}$  representa a temperatura da corrente de alimentação ( $\text{°C}$ ), e  $T_B$  representa a temperatura da corrente de base ( $\text{°C}$ ).

### 3.8 TRATAMENTOS MATEMÁTICOS DAS VARIÁVEIS RESPOSTAS

A partir dos valores médios da fração mássica do componente mais volátil (etanol) e das vazões mássicas das correntes de alimentação e do produto de topo (destilado), a recuperação de etanol ( $REC_{EtOH}$ , %), foi calculada conforme a Equação (3-9).

$$REC_{EtOH} (\%) = \frac{\dot{m}_{EtOH,D} \times X_{EtOH,D}}{\dot{m}_{EtOH,A} \times X_{EtOH,A}} \times 100 \quad (3-9)$$

Onde  $\dot{m}_{EtOH,D}$  representa a vazão mássica da corrente de destilado ( $\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$ ),  $X_{EtOH,D}$  representa a fração mássica de etanol na corrente de destilado (wt.%),  $\dot{m}_{EtOH,A}$  representa a vazão mássica da corrente de alimentação ( $\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$ ), e  $X_{EtOH,A}$  representa a fração mássica de etanol na corrente de alimentação (wt.%).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesse capítulo apresenta-se, na Seção 4.1, a identificação das etapas iniciais de colunas de destilação por filme descendente. No subitem 4.1.1, apresentam-se os resultados experimentais obtidos a partir da partida para unidade de destilação Unitubular. No subitem 4.1.2, é verificada experimentalmente a partida para unidade de destilação Multitubular. No subitem 4.1.3, é realizada uma comparação das etapas iniciais de operação entre unidades de destilação Unitubular e Multitubular. No subitem 4.1.4, encontra-se uma análise comparativa das etapas iniciais de operação entre a unidade de destilação Multitubular e uma coluna de destilação convencional. Segue-se então, no subitem 4.1.5, uma análise comparativa do desempenho na fase contínua entre a unidade de destilação Multitubular e uma coluna de destilação convencional.

Na Seção 4.2, encontra-se a análise sobre o efeito das perturbações aplicadas na unidade de destilação Unitubular; seguido pela a avaliação do efeito das perturbações aplicadas na unidade de destilação Multitubular, na Seção 4.3.

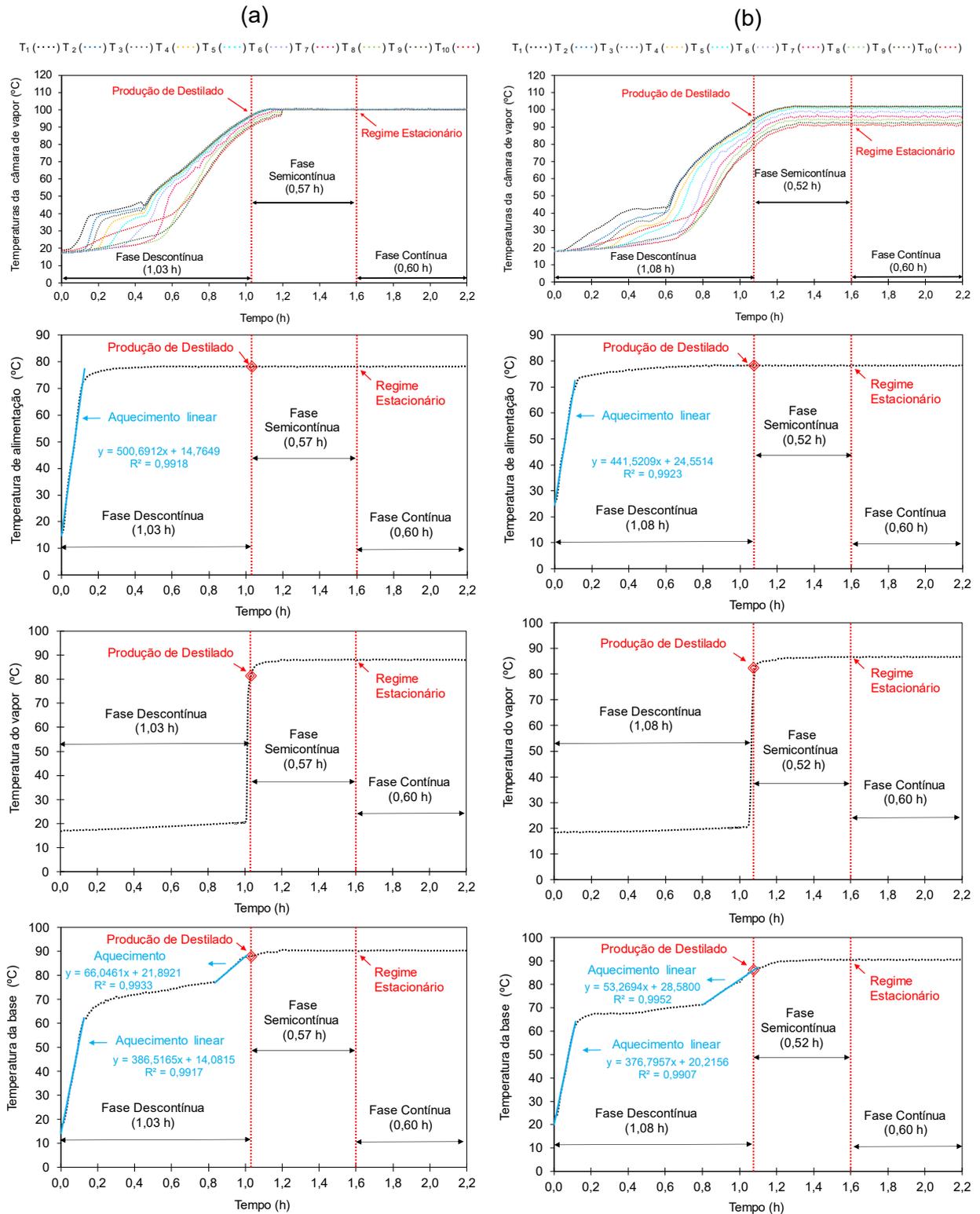
Na Seção 4.4, encontra-se a caracterização do comportamento dinâmico por funções de transferência. Em primeiro lugar, na Seção 4.4.1, apresenta-se a identificação de funções de transferência a partir da resposta transiente para unidade de destilação Unitubular. Em segundo lugar, na Seção 4.4.2, expõe-se a identificação de funções de transferência a partir da resposta transiente para unidade de destilação Multitubular.

### 4.1 IDENTIFICAÇÃO DAS ETAPAS INICIAIS DE COLUNAS DE DESTILAÇÃO POR FILME DESCENDENTE

#### 4.1.1 Partida para unidade de destilação Unitubular

O comportamento geral das temperaturas avaliadas em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, é apresentado na Figura 4-1. A hipótese inicial, que caracteriza a operação de inicialização da unidade de destilação Unitubular como tendo três fases distintas: (1) fase descontínua; (2) fase semicontínua; e (3) fase contínua, foi confirmada.

Figura 4-1 – Comportamento geral das temperaturas avaliadas em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.

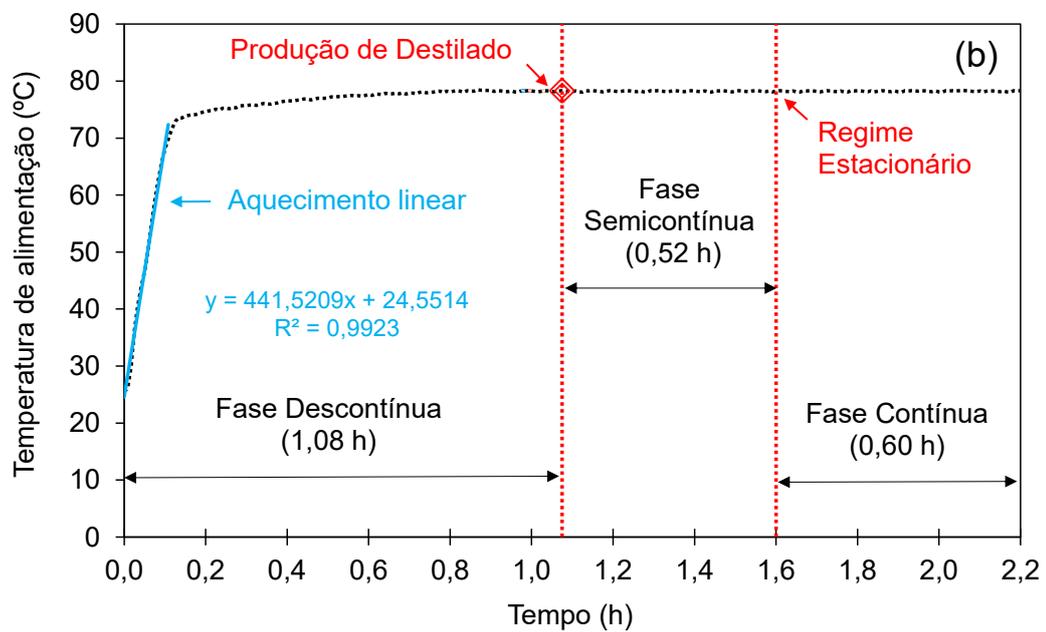
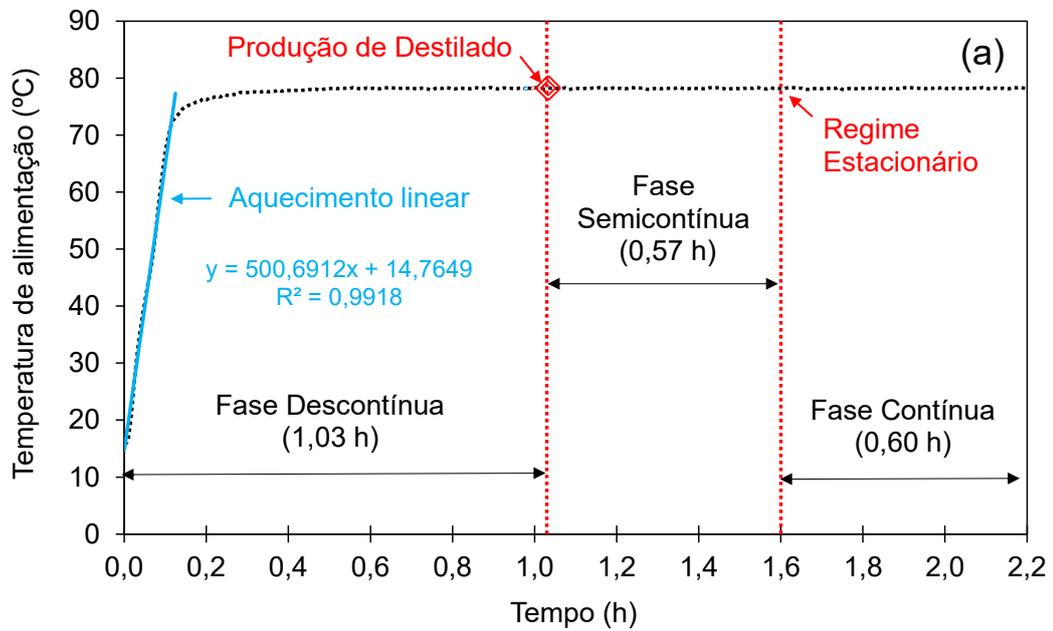


Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

O comportamento da temperatura de alimentação em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, é apresentado na Figura 4-2. Em ambas as configurações de aquecimento, utilizou-se um banho termostático para aumentar a temperatura da corrente de alimentação desde a temperatura ambiente até a desejada (aproximadamente 78 °C). Percebe-se uma fase inicial de aquecimento relativamente rápida com um tempo de duração inferior a 8 min ( $R^2 > 0,99$ ). Com base nessa informação, confirma-se uma característica intrinsecamente linear da fase inicial de aquecimento da corrente de alimentação. Nota-se por meio dos coeficientes de inclinação da reta oriunda da regressão linear dos dados de temperatura pertencentes à fase inicial de aquecimento, que a inclinação da reta para a unidade de destilação Unitubular operando sob a configuração de aquecimento isotérmico apresentou o maior valor. Werle *et al.* (2009a) sugerem que quanto maior o valor do coeficiente de inclinação da reta, mais rapidamente será alcançado o regime permanente. Espera-se assim que o regime permanente seja alcançado mais rapidamente quando se utiliza a configuração de aquecimento isotérmico. Esta observação é corroborada pela diferença observada no tempo necessário para estabelecimento do valor desejado para a temperatura da corrente de alimentação, a configuração de aquecimento isotérmico demandou cerca de 30 min, enquanto a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura demandou cerca de 45 min. Ressalta-se, ainda, que o comportamento dinâmico da temperatura de alimentação durante a operação de partida é relativamente similar com a observada a partir do primeiro protótipo da unidade de destilação Unitubular por filme descendente, que foi construído em vidro borossilicato (PARISOTTO, 2013).

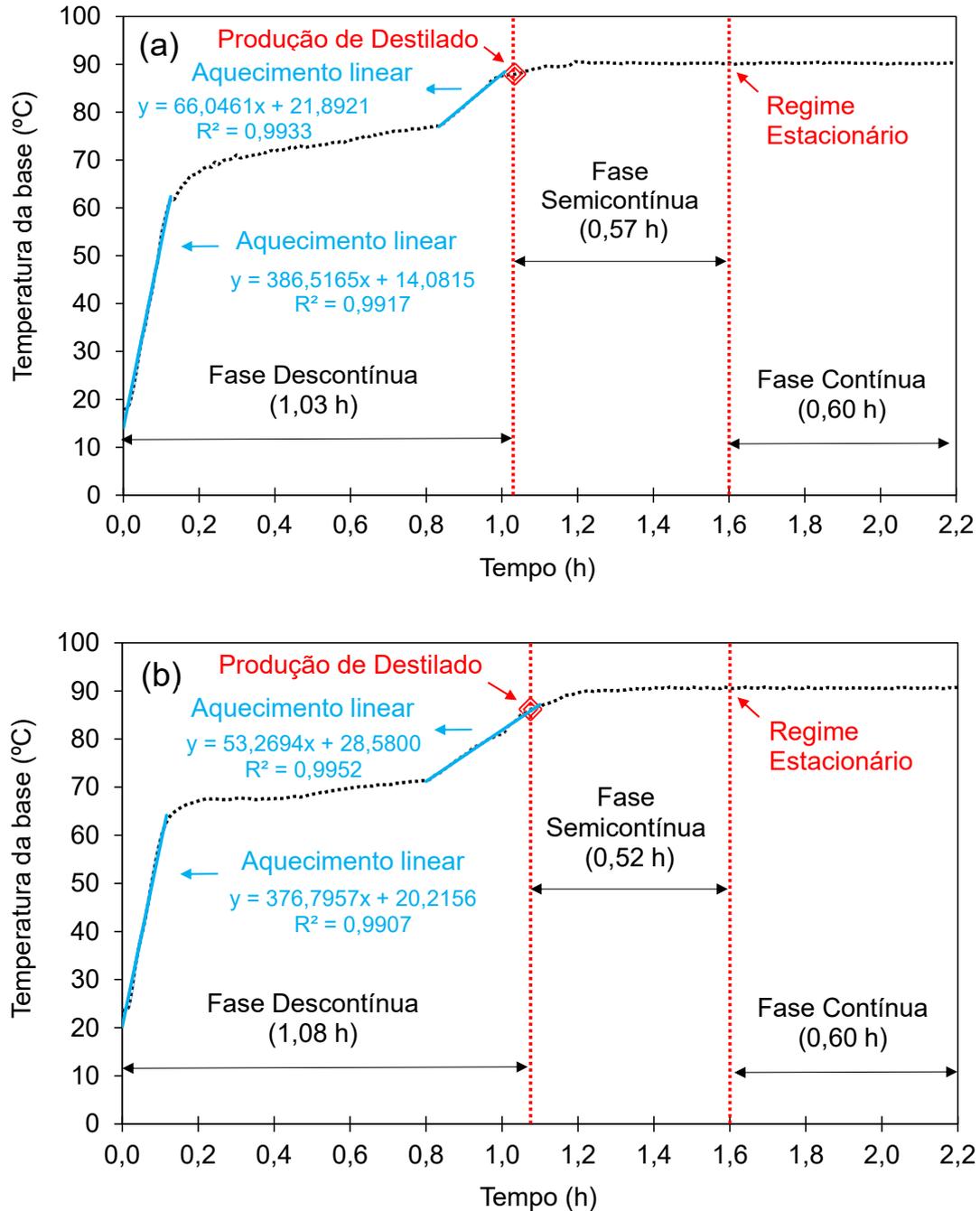
Consta na Figura 4-3, o comportamento da temperatura da base em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Analogamente ao comportamento dinâmico da temperatura de alimentação, visualiza-se uma região linear ( $R^2 > 0,99$ ) no comportamento dinâmico da temperatura da base em curto intervalo de tempo (inferior a 8 min). Após a região linear de aquecimento, o calor advindo da câmara de vapor passa a ser importante no aquecimento da corrente de base até aproximadamente 1 hora, promovendo uma leve inclinação no comportamento da temperatura da base.

Figura 4-2 – Comportamento da temperatura de alimentação em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-3 – Comportamento da temperatura da base em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

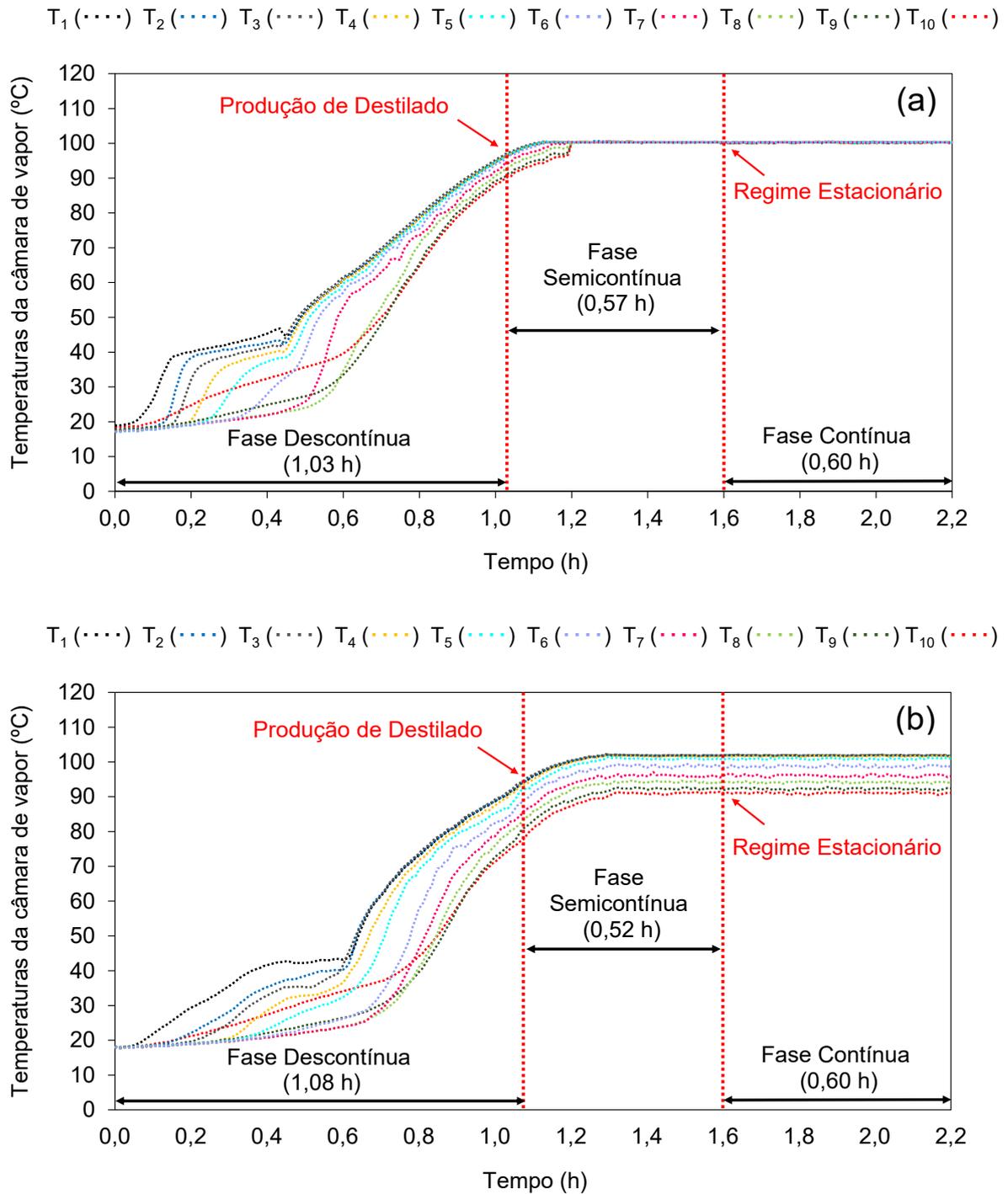
Conforme ilustrado na Figura 4-3, observou-se que, com o estabelecimento do regime estacionário (Fase Contínua) na unidade de destilação Unitubular, independentemente da

configuração de aquecimento empregada, o valor observado para a temperatura da base foi praticamente similar (com desvio inferior a  $0,3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Seguindo-se o critério do maior coeficiente de inclinação da reta, sugere-se, mais uma vez, que o regime permanente será alcançado mais rapidamente quando se utiliza a configuração de aquecimento isotérmico. Esta observação concorda com a diferença observada no tempo necessário para alcançar uma temperatura da base estável em relação ao tempo, pois a configuração de aquecimento isotérmico demandou cerca de 71,5 min, enquanto a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura demandou cerca de 81,5 min.

Na Figura 4-4 são apresentados os comportamentos das temperaturas da câmara de vapor em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Convém lembrar que, na configuração de aquecimento isotérmico, ao se atingir a temperatura desejada na extremidade inferior da câmara de vapor ( $T_1$  igual a  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), faz-se purga no reservatório de gases, sendo este diretamente conectado com a câmara de vapor. Com isso percebe-se que a diferença de temperatura entre as extremidades inferiores e superiores da câmara de vapor foi inferior a  $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , confirmando a condição de aquecimento isotérmico. Percebe-se, Figura 4-4 (a), que a partir de 1,3 h, as temperaturas ao longo do comprimento da câmara de vapor alcançaram um valor idêntico (aproximadamente  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) e um comportamento permanente. Conforme a Figura 4-4 (b), com a presença de gases não-condensáveis (ar) dentro da câmara de vapor, promove-se uma diferença de temperatura entre as extremidades inferiores e superiores da câmara de vapor de cerca de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ , caracterizando a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. Têm-se, ainda, que a partir de 1,4 h, as temperaturas ao longo do comprimento da câmara de vapor atingiram o regime permanente.

No que diz respeito ao consumo horário de energia em regime estacionário (Fase Contínua), a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura demandou o menor consumo horário de energia (cerca de 1,06 kWh), enquanto a configuração de aquecimento isotérmico demandou o maior consumo horário de energia (cerca de 1,73 kWh). Em estudos de separação de uma corrente etanol-água realizados por Parisotto (2013), verificou-se que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura se apresentou mais vantajosa energeticamente que a configuração de aquecimento isotérmico durante o procedimento de partida do protótipo da unidade de destilação Unitubular por filme descendente. Isto corrobora os resultados apresentados.

Figura 4-4 – Comportamento das temperaturas da câmara de vapor em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



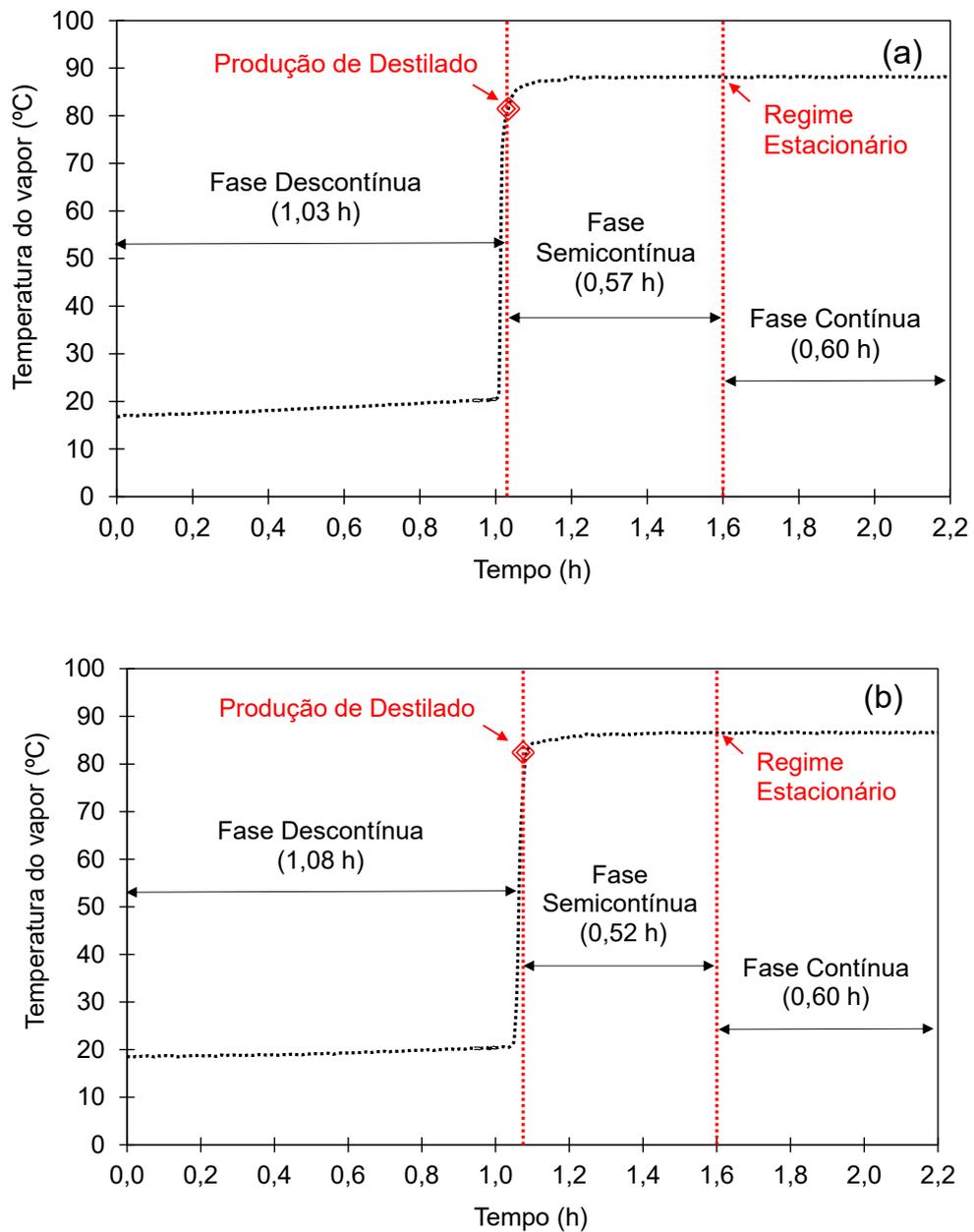
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

O comportamento da temperatura do vapor rico em etanol (topo) em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, é apresentado na Figura 4-5. Ao comparar as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, observou-se que a formação de produto de destilado foi alcançada mais rapidamente quando se utilizou a configuração de aquecimento isotérmico. Torna-se relevante pontuar que, com a presença dos gases não condensáveis (ar) próximos à película de condensação dentro da câmara de vapor, a taxa de troca térmica é reduzida (BATTISTI *et al.*, 2020b). Dessa forma, espera-se que com a câmara de vapor operando com perfil axial de temperatura, o fim da Fase descontínua seja alcançado mais lentamente. Dentro deste contexto, a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura também demandou o maior intervalo de tempo para alcançar uma temperatura do vapor rico em etanol estável em relação ao tempo, levando em torno de 1,50 h; enquanto a configuração de aquecimento isotérmico demandou aproximadamente 1,20 h.

Como apresentado na Figura 4-5, pode-se observar que existe uma discrepância no valor alcançado na Fase Contínua para a temperatura do vapor rico em etanol. Enquanto na configuração de aquecimento isotérmico o valor alcançado em regime estacionário foi aproximadamente 88,20 °C, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura o valor alcançado em regime estacionário foi aproximadamente 86,60 °C. Em termos práticos, tal diferença influenciará diretamente no gradiente de temperatura entre a base e do vapor rico em etanol (topo); este, por sua vez, pode vir a promover a ocorrência de refluxo interno dentro do tubo de destilação. O que se observa na literatura é que quanto maior a diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol (topo), maior a possibilidade de refluxo interno no interior do tubo de destilação (PARISOTTO, 2013; PERUZZO, 2013; MARANGONI *et al.*, 2019a). Assim, foi constatada a maior diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (aproximadamente 4,0 °C); enquanto na configuração de aquecimento isotérmico a diferença de temperatura observada foi aproximadamente 2,0 °C.

De modo geral, destaca-se que a configuração de aquecimento isotérmico possua uma dinâmica mais rápida frente à operação de inicialização da unidade de destilação Unitubular, embora essa configuração seja a que demande maior consumo energético.

Figura 4-5 – Comportamento da temperatura do vapor rico em etanol em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

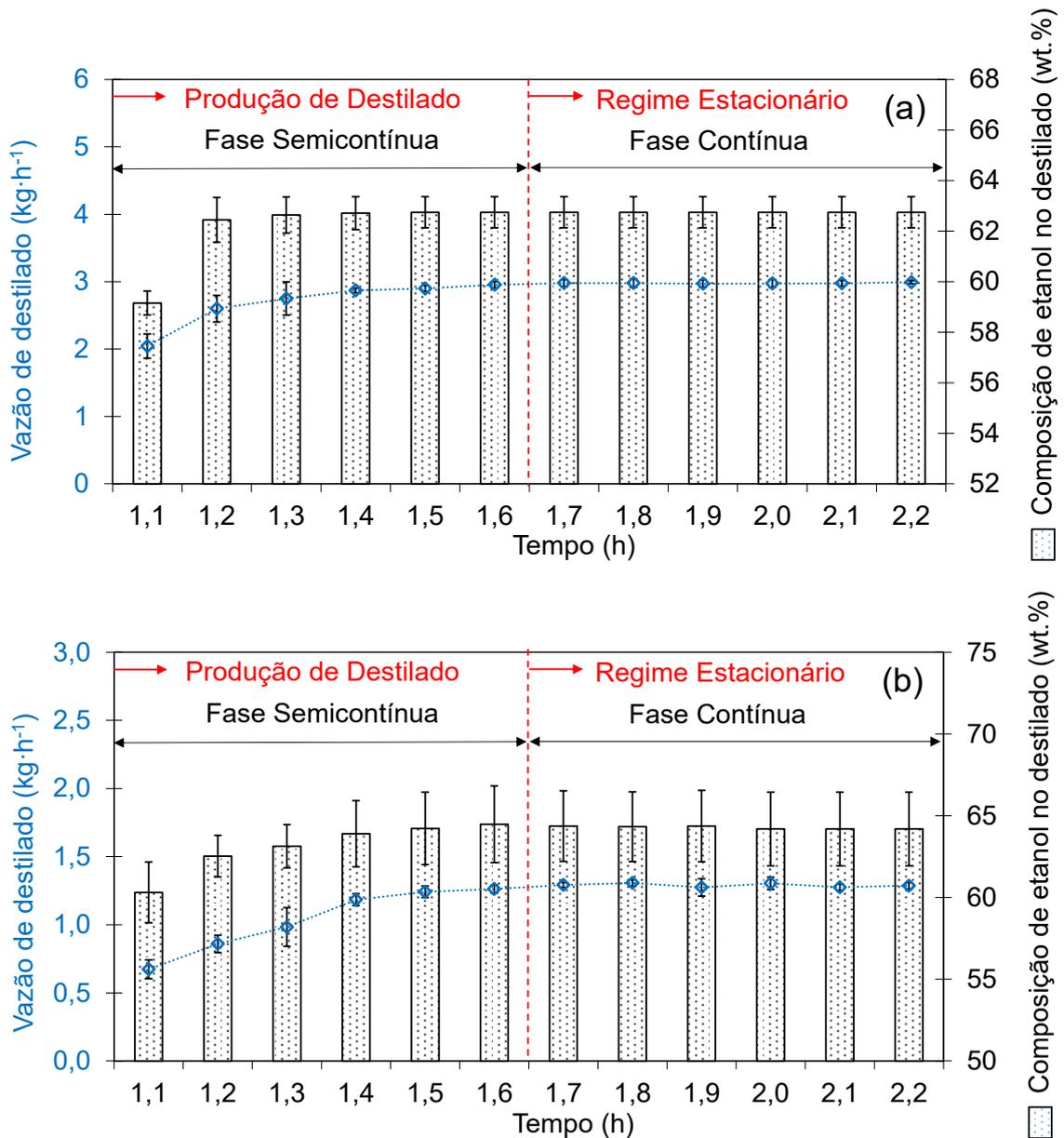
Na Figura 4-6 são apresentados os comportamentos da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol no destilado em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Em primeiro lugar, destaca-se que durante a

Fase Descontínua da operação de partida é gerado apenas produto de base. Perceba-se que na configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-6 (a)), o comportamento da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol no destilado atingiu uma situação estável em relação ao tempo rapidamente. Na literatura foram encontradas evidências que sugerem que uma unidade de destilação por filme descendente com aquecimento isotérmico se comporta de maneira análoga a um evaporador (PARISOTTO, 2013; PERUZZO, 2013; PARRA, 2017), corroborando o fato que a unidade de destilação Unitubular gerou uma corrente com composição mássica de etanol praticamente constante desde o início da produção de destilado. Observou-se ainda que, com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico e, começando em  $2,04 \pm 0,18 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$  (em  $t = 1,1 \text{ h}$ ), a vazão mássica de destilado é aumentada em 46,38% (até  $t = 1,6 \text{ h}$ ). No que diz respeito a composição mássica de etanol no destilado, começando em  $59,15 \pm 0,47 \text{ wt.}\%$  (em  $t = 1,1 \text{ h}$ ), a composição mássica de etanol no destilado é acrescida em 3,59 wt.% (a partir de  $t = 1,2 \text{ h}$ ).

No caso da unidade de destilação Unitubular acoplada com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, devido à maior diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol, sugere-se a ocorrência de refluxo interno dentro do tubo de destilação. Tem sido comumente relatado na literatura, o impacto positivo do refluxo interno sobre a qualidade do destilado, promovendo o enriquecimento da composição mássica de etanol na corrente de destilado (PARISOTTO, 2013; PERUZZO, 2013; MARANGONI *et al.*, 2019a). Com isso, à medida que a formação de destilado vai ocorrendo, o refluxo interno promove o enriquecimento da composição mássica de etanol na corrente de destilado até que se alcance o regime permanente. Tal observação pode ser exemplificada no comportamento dinâmico apresentado na Figura 4-6 (b). Nesta, é possível constatar que o valor da vazão mássica de destilado é aumentado, desde o valor inicial de  $0,67 \pm 0,07 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$  (em  $t = 1,1 \text{ h}$ ) para  $1,29 \pm 0,02 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$  (em  $t = 2,2 \text{ h}$ ), ou seja, um aumento em quase o dobro. Quanto à composição mássica de etanol no destilado, começando em  $60,31 \pm 1,86 \text{ wt.}\%$  (em  $t = 1,1 \text{ h}$ ), a composição mássica de etanol no destilado é acrescida em 3,88 wt.% (a partir de  $t = 1,1 \text{ h}$  para  $t = 1,6 \text{ h}$ ). A composição média de etanol no destilado de 64,30% em massa com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, se assemelha muito a observada por Parisotto (2013). O referido autor apontou composição média de etanol no destilado de 64% em massa, a partir de experimentos realizados no primeiro protótipo da unidade de destilação Unitubular por filme

descendente operando com a câmara de vapor aplicada à separação da mistura etanol-água e operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura.

Figura 4-6 – Comportamento da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol no destilado em função do tempo para a unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.

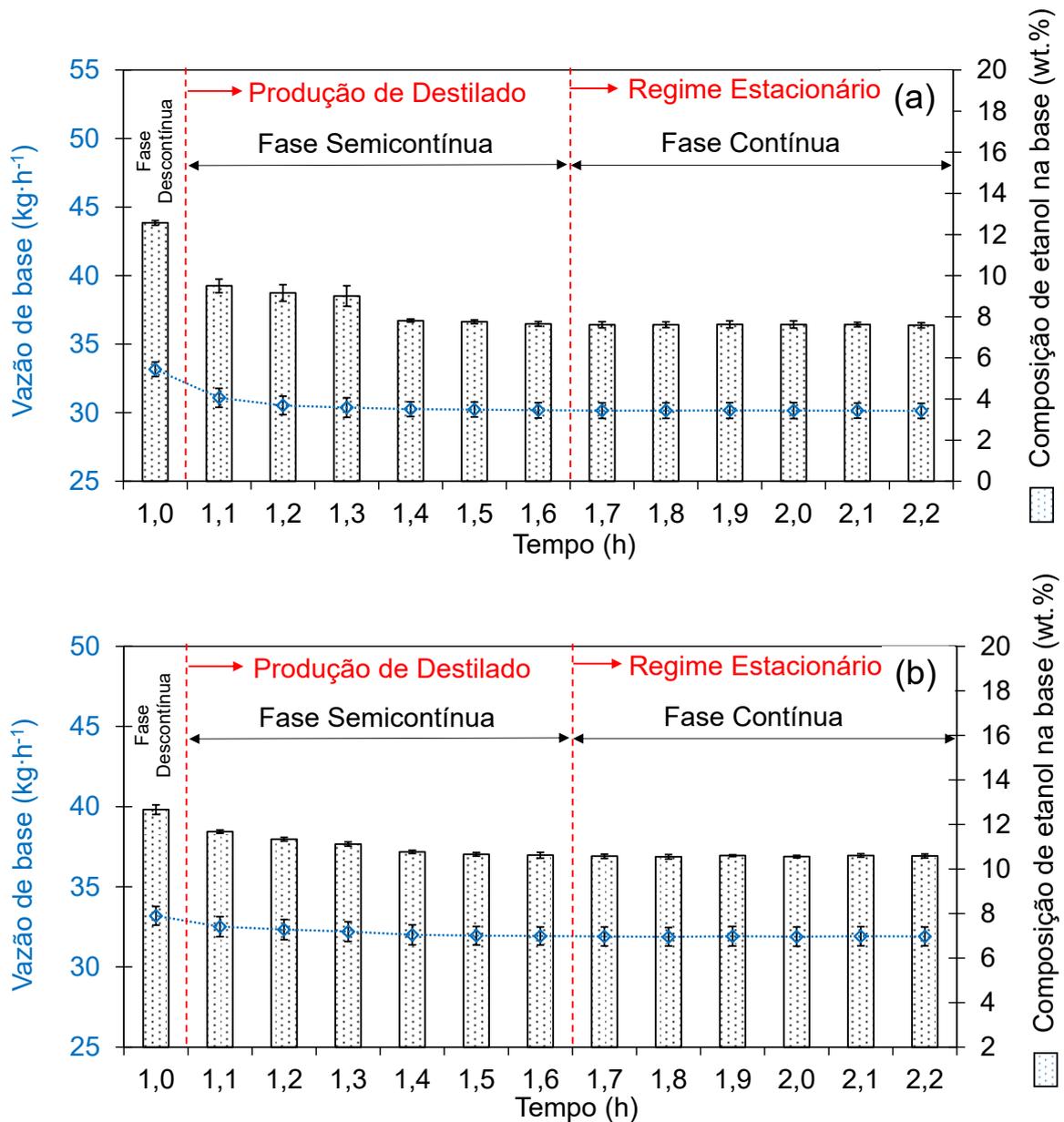


Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Na Figura 4-7 são apresentados os comportamentos da vazão mássica de base e composição mássica de etanol na base em função do tempo para a unidade de destilação

Unitubular referentes às configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Como esperado, o comportamento observado contraponha-se ao apresentando na Figura 4-6.

Figura 4-7 – Comportamento da vazão mássica de base e composição mássica de etanol na base em função do tempo para a unidade de destilação Unitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Constam na Tabela 4-1 os valores médios ( $\pm$  desvio padrão) de tempo requerido e consumo energético, referentes a cada etapa da partida da coluna de destilação Unitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. A fase descontínua foi caracterizada por uma região inicial de aquecimento altamente linear seguido por um aquecimento lento e progressivo, conforme demonstrado nas Figuras Figura 4-2 e Figura 4-3 e cerca de 47-49% do tempo total foi utilizado para o aquecimento da coluna de destilação Unitubular, onde a formação de produto de topo (destilado) determinou o fim da fase descontínua (um período ligeiramente inferior a 1,10 h).

Tabela 4-1 – Tempo requerido e o consumo energético (CE) para cada etapa da partida da coluna de destilação Unitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).

<b>Unidade de destilação Unitubular</b>						
<b>ISO</b>				<b>PERFIL</b>		
<b>Etapa</b>	<b>CE (kWh)</b>	<b>Tempo (h)</b>	<b>CE<sub>Fase</sub> (kW)</b>	<b>CE (kWh)</b>	<b>Tempo (h)</b>	<b>CE<sub>Fase</sub> (kW)</b>
1	1,00 $\pm$ 0,04	1,03 $\pm$ 0,03	1,03	0,86 $\pm$ 0,01	1,08 $\pm$ 0,03	0,92
2	1,72 $\pm$ 0,04	0,57 $\pm$ 0,03	0,98	1,07 $\pm$ 0,02	0,52 $\pm$ 0,03	0,56
3	1,72 $\pm$ 0,04	0,60 $\pm$ 0,00	1,03	1,07 $\pm$ 0,02	0,60 $\pm$ 0,00	0,64
Total	--	2,20	3,04	--	2,20	2,12

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Conforme apresentado na Tabela 4-1, verificou-se que, independentemente da configuração de aquecimento empregada, a partir de 1,6 h, a unidade de destilação Unitubular por filme descendente alcançou uma situação estável, que caracterizou o fim da fase semicontínua, que é descrita como uma etapa de transição que termina com o estabelecimento do regime estacionário nos valores desejados. Comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, independentemente da fase avaliada durante a operação de partida, a diferença de tempo não foi relevante. Contudo, quando se analisa demanda energética, verificou-se que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura se apresentou mais vantajosa energeticamente que a configuração de aquecimento isotérmico durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular por filme descendente, principalmente durante a Fase Semicontínua e Fase-Contínua.

Verifica-se também na Tabela 4-1 que, considerando-se a câmara de vapor sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, a redução para demanda energética foi da ordem de 10,5, 42,8 e 38,1% quando comparado com a unidade de destilação Unitubular operando com a câmara de vapor sob a configuração de aquecimento isotérmico, referente as fases semicontínua, contínua e descontínua, respectivamente. Uma demanda energética total de 2,12 kW foi necessária para a operação de partida da unidade de destilação Unitubular operando com a câmara de vapor sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, significando que uma redução de 30,3% foi alcançada em relação a configuração de aquecimento isotérmico. Essas observações são corroboradas pelos achados de Parisotto (2013), que avaliou, experimentalmente, o procedimento de partida do primeiro protótipo referente à unidade de destilação Unitubular por filme descendente construído em vidro borossilicato. Os resultados mostraram que o comportamento da partida é o mesmo independente da condição de operação da câmara. Contudo, destacou-se que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura demandou o menor consumo de energia elétrica em relação a configuração de aquecimento isotérmico.

Os valores médios ( $\pm$  desvio padrão) dos resultados experimentais obtidos a partir da coluna de destilação Unitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura são apresentados na Tabela 4-2. Observou-se que os valores de composição mássica de etanol no destilado foram relativamente próximos (diferença média menor que 1,6 wt.%); todavia, ao confrontar a recuperação de etanol sob cada configuração de aquecimento, observou-se que, apesar do maior consumo de energia elétrica, a configuração de aquecimento isotérmico foi mais vantajosa, pois resultou em uma recuperação de etanol 25,1% maior do que na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. A configuração de aquecimento isotérmico proporcionou maior vazão mássica de destilado, que se traduziu em um aumento significativo na recuperação de etanol, com conseqüente aumento no consumo de energia elétrica. Esse comportamento é comumente reportado para separação de misturas utilizando destilação por filme descendente assistida por termossifão, uma vez que a vazão de destilado e o consumo de energia se correlacionam positivamente, conforme observado por Pires *et al.* (2020) e Da Silva Filho *et al.* (2018). Ou seja, o aumento na taxa de evaporação, com conseqüente aumento na vazão mássica de destilado, é diretamente relacionado à quantidade de energia fornecida pelo evaporador.

Os resultados da Tabela 4-2 mostram que, com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico, obteve-se uma composição média de etanol no

destilado de  $62,75 \pm 0,62\%$  em massa, como também uma recuperação de etanol de  $44,80 \pm 1,38\%$  para uma vazão mássica de destilado de  $2,97 \pm 0,05 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ . Esses resultados são similares aos encontrados na literatura, utilizando-se a Unidade Unitubular aplicada à separação da mistura etanol-água, que apontaram uma recuperação de etanol de até  $46,37\%$  (MARANGONI *et al.*, 2019a), como também uma composição máxima de etanol no destilado de  $60,17\%$  em massa e vazão mássica de destilado no intervalo  $1,94\text{-}3,54 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$  (BATTISTI *et al.*, 2021) ambas as referências citadas, levando-se em conta as condições experimentais com temperaturas de alimentação próximas a  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  e temperaturas do evaporador próximas a  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ ). A diferença entre as temperaturas da base e do vapor rico em etanol foi de aproximadamente  $2,4 \text{ }^\circ\text{C}$ , que está em conformidade com a diferença de temperatura ( $2,34 \text{ }^\circ\text{C}$ ) obtida por Marangoni *et al.* (2019a) (levando-se em conta a condição com temperatura de alimentação em  $81,27 \text{ }^\circ\text{C}$  e temperatura do evaporador em  $100,10 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

Tabela 4-2 – Resultados experimentais (média  $\pm$  desvio padrão) obtidos a partir da coluna de destilação Unitubular por filme descendente na Fase Contínua, sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).

Aquecimento	ISO	PERFIL
<i>Condições de entrada</i>		
Temperatura de alimentação ( $^\circ\text{C}$ )	$78,64 \pm 0,55$	$78,22 \pm 0,25$
Temperatura na extremidade inferior da câmara de vapor ( $^\circ\text{C}$ )	$100,28 \pm 0,17$	$101,87 \pm 0,10$
Temperatura na extremidade superior da câmara de vapor ( $^\circ\text{C}$ )	$100,25 \pm 0,16$	$91,05 \pm 0,22$
Vazão mássica de alimentação ( $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ )	$33,16 \pm 0,52$	$33,19 \pm 0,59$
Composição mássica de etanol na alimentação (wt.%)	$12,57 \pm 0,12$	$12,67 \pm 0,22$
<i>Resultados experimentais</i>		
Temperatura da base ( $^\circ\text{C}$ )	$90,34 \pm 0,50$	$90,60 \pm 0,20$
Temperatura do vapor rico em etanol ( $^\circ\text{C}$ )	$88,12 \pm 0,62$	$86,55 \pm 0,18$
Vazão mássica de destilado ( $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ )	$2,97 \pm 0,05$	$1,29 \pm 0,03$
Vazão mássica de base ( $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ )	$30,19 \pm 0,56$	$31,90 \pm 0,59$
Composição mássica de etanol no destilado (wt.%)	$62,75 \pm 0,62$	$64,30 \pm 2,23$
Composição mássica de etanol na base (wt.%)	$7,62 \pm 0,14$	$10,58 \pm 0,09$
Recuperação de etanol (%)	$44,80 \pm 1,38$	$19,67 \pm 0,89$
Consumo de energia elétrica (kWh)	$1,73 \pm 0,02$	$1,07 \pm 0,02$

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

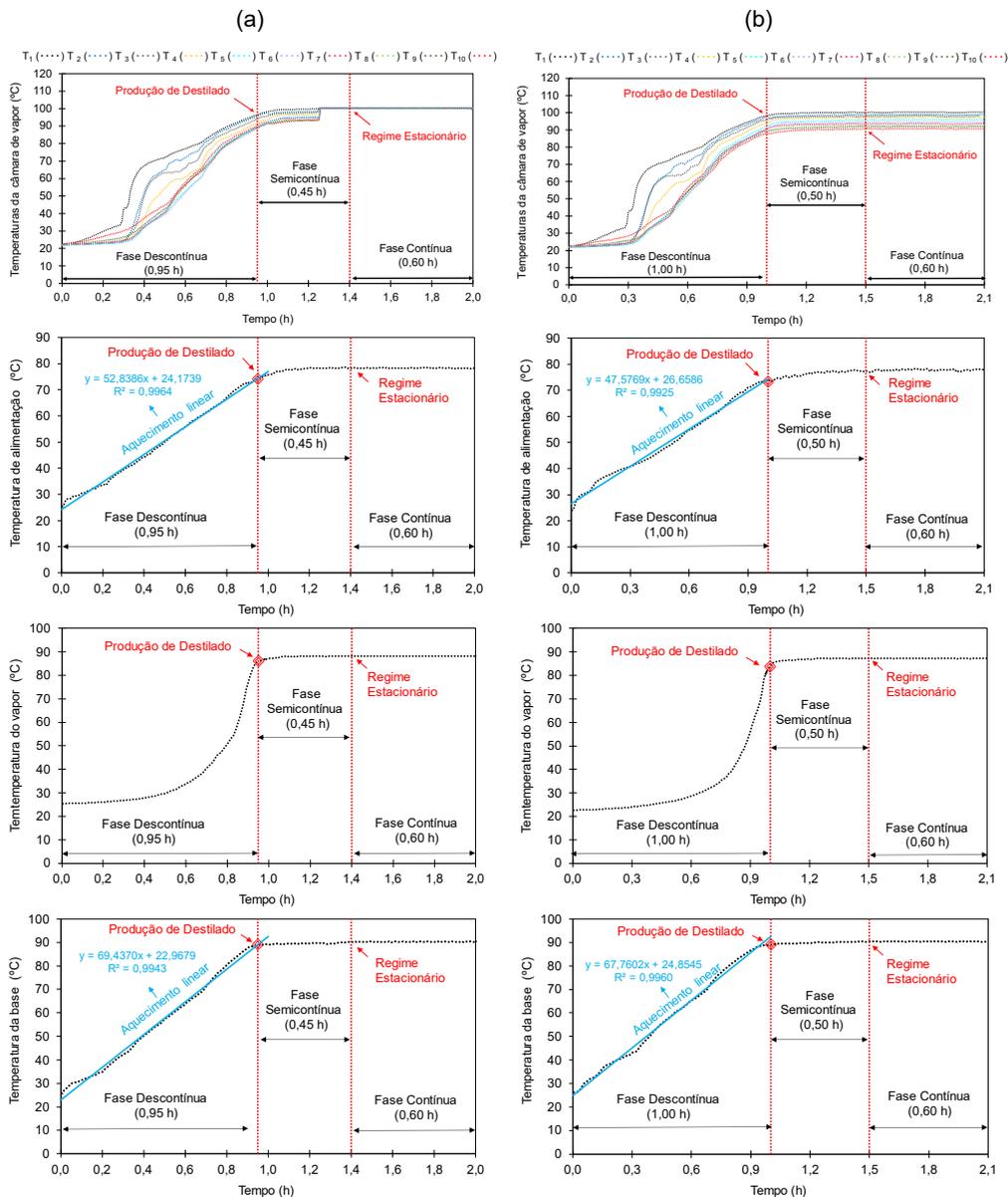
Observa-se, na Tabela 4-2, que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura proporcionou a maior composição média de etanol no destilado ( $64,30 \pm 2,23$  wt.%), como também a maior diferença entre as temperaturas da base e do vapor rico em etanol (aproximadamente  $4,05$  °C). Um comportamento similar para a Unidade Unitubular aplicada à separação da mistura etanol-água foi observado por Battisti *et al.* (2021), onde a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura se mostrou mais eficiente do que a configuração de aquecimento isotérmico, no que diz respeito a qualidade do destilado (maior composição média de etanol). Acredita-se que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura tenha como vantagem a possibilidade de geração de refluxo interno que favorece a separação. Marangoni *et al.* (2019b) reportou um valor similar ao obtido neste estudo para diferença entre as temperaturas da base e do vapor rico em etanol de aproximadamente  $4,86$  °C (levando-se em conta a condição com a temperatura do evaporador igual a  $101,14$  °C). No que diz respeito ao consumo de energia elétrica, a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura foi a mais vantajosa, uma vez que requereu a menor demanda de energia ( $1,07 \pm 0,02$  kWh). No estudo realizado por Pires *et al.* (2020), em que a Unidade Unitubular foi aplicada à separação da mistura MEG-água, concluiu-se que para condições de entrada semelhantes, variando-se apenas a configuração de aquecimento, o consumo de energia elétrica foi menor com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura em relação a configuração de aquecimento isotérmico. Os relatos da literatura acima citados corroboram os resultados experimentais obtidos neste estudo.

Conforme apresentado na Tabela 4-2, os menores valores médios de recuperação de etanol e vazão mássica de destilado foram reportados para a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura ( $19,67 \pm 0,89\%$  e  $1,29 \pm 0,03$  kg·h<sup>-1</sup>, respectivamente). O estudo realizado por Marangoni *et al.* (2019b), onde a Unidade Unitubular foi aplicada à separação da mistura etanol-água com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial, apontou uma recuperação de etanol de  $10,78\%$  para uma vazão mássica de destilado de  $0,49$  kg·h<sup>-1</sup> (levando-se em conta a condição com a temperatura do evaporador igual a  $101,14$  °C). Logo, os resultados experimentais obtidos neste estudo foram comparativamente superiores aos obtidos da literatura anteriormente mencionados.

#### 4.1.2 Partida para unidade de destilação Multitubular

O comportamento geral das temperaturas avaliadas em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, é apresentado na Figura 4-8. De maneira análoga à que ocorreu com a unidade de destilação Unitubular, três fases distintas foram identificadas, são elas: (1) fase descontínua; (2) fase semicontínua; e (3) fase contínua.

Figura 4-8 – Comportamento geral das temperaturas avaliadas em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.

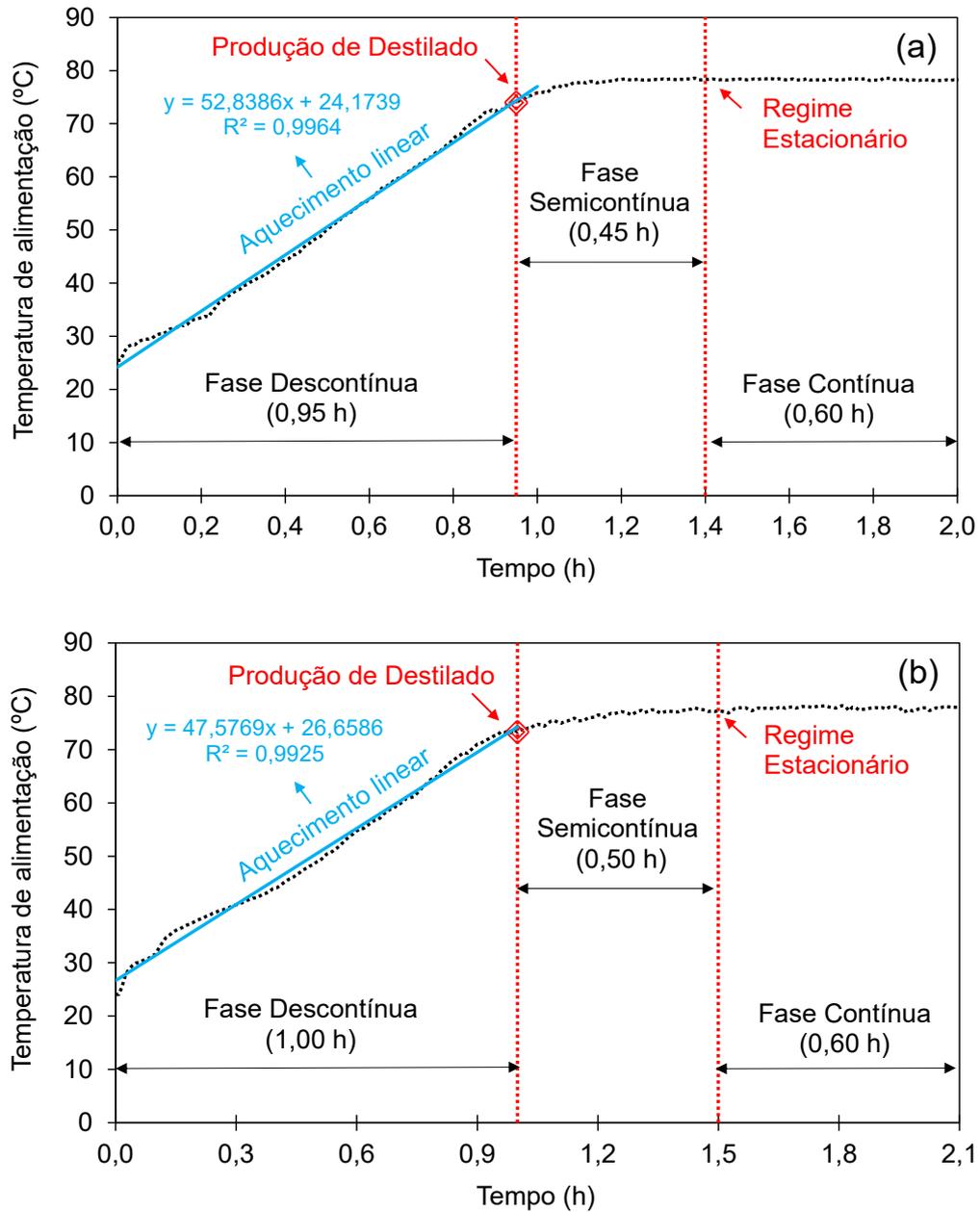


Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

O comportamento da temperatura de alimentação em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, é apresentado na Figura 4-9. Fazendo-se uso do banho termostático, em ambas as configurações de aquecimento, foi possível aumentar a temperatura da corrente de alimentação a partir da temperatura ambiente até o valor desejado (aproximadamente 78 °C). Percebe-se que a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico apresentou o maior coeficiente de inclinação da reta produzida a partir da equação gerada pela regressão linear dos dados de temperatura pertencentes à fase inicial de aquecimento. De acordo com Werle *et al.* (2009a) tem-se que quanto maior este é, o regime permanente é alcançado mais rapidamente. Com isso, infere-se que o regime permanente é alcançado mais rapidamente quando se utiliza a configuração de aquecimento isotérmico. A equação linear obtida, para qualquer uma das configurações de aquecimento, apresentou elevados valores de coeficiente de determinação ( $R^2$  próximos a 1), confirmando a característica linear da fase inicial de aquecimento. Convém destacar, também, que o comportamento dinâmico da temperatura de alimentação durante a operação de partida corresponde à tendência típica observada na coluna de destilação convencional, conforme pode ser visto em Werle *et al.* (2009a).

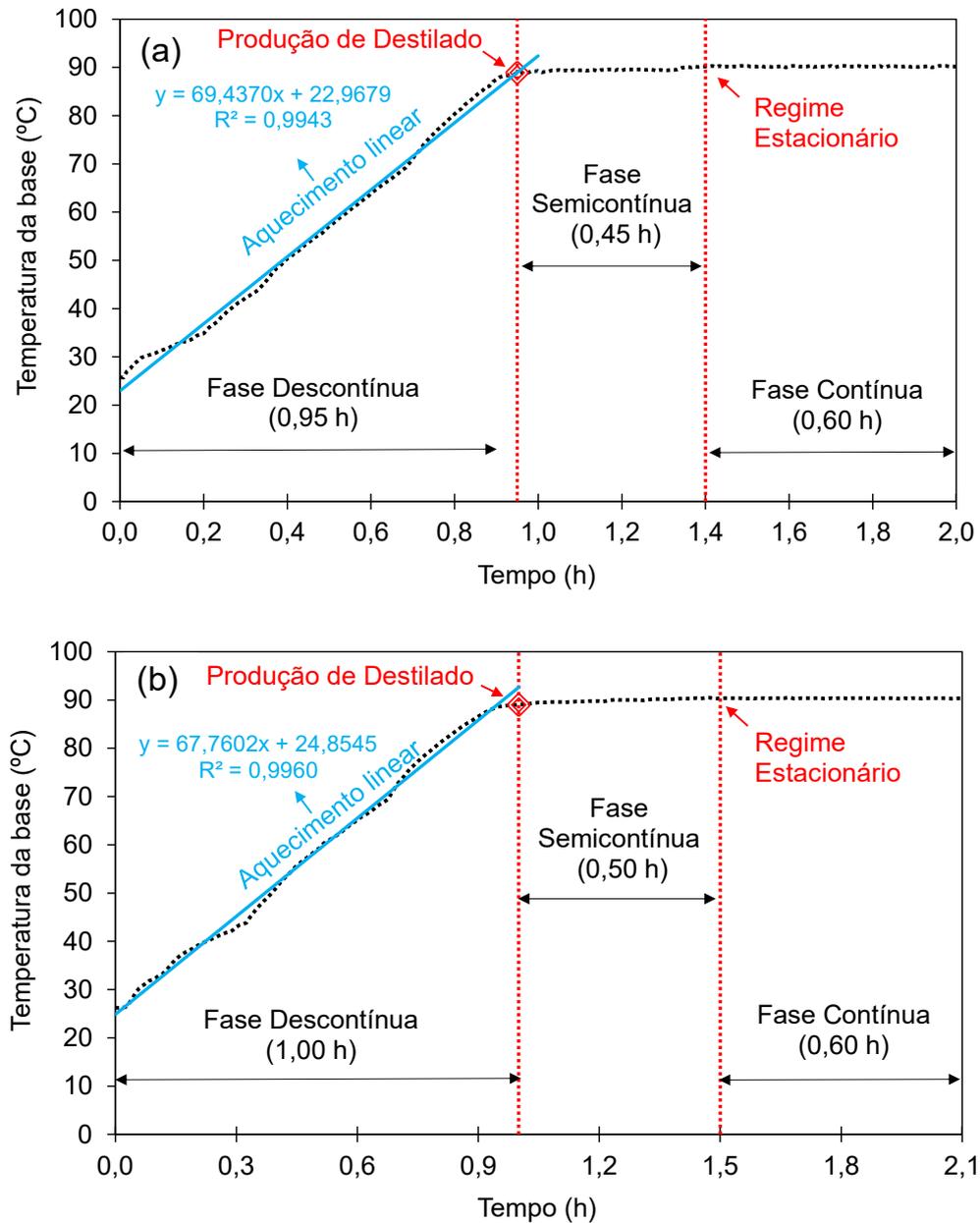
Consta na Figura 4-10, o comportamento da temperatura da base em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Pode ser visualizado uma região linear no comportamento dinâmico da temperatura da base, de maneira semelhante ao comportamento dinâmico da temperatura de alimentação. O comportamento dinâmico da temperatura da base apresentado é particular de colunas de destilação por filme descente, uma vez que colunas de destilação convencionais não apresentam a mesma característica, conforme observado no estudo realizado por Werle *et al.* (2009a).

Figura 4-9 – Comportamento da temperatura de alimentação em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-10 – Comportamento da temperatura da base em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

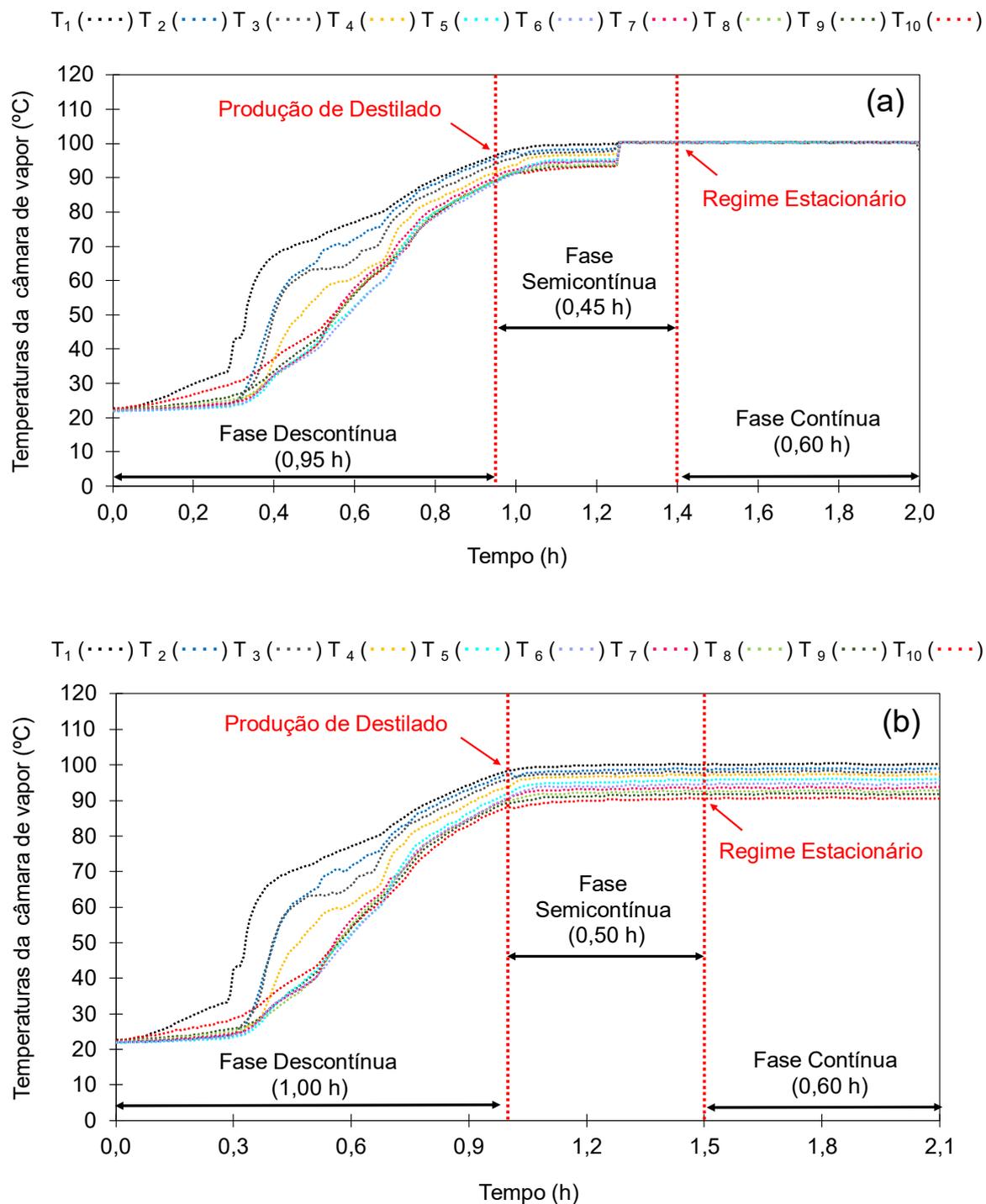
Conforme ilustrado na Figura 4-10, para qualquer uma das configurações de aquecimento, os coeficientes de determinação foram superiores a 0,99, mostrando que a fase inicial de aquecimento (Fase Descontínua) da temperatura da base é essencialmente linear. Com base no maior coeficiente de inclinação da reta produzida a partir do ajuste linear dos

dados de temperatura da base, observa-se, mais uma vez, que o regime permanente é alcançado mais rapidamente quando se utiliza a configuração de aquecimento isotérmico. Para qualquer uma das configurações de aquecimento, com o estabelecimento do regime estacionário (Fase Contínua) na unidade de destilação Multitubular, tem-se que o valor observado para a temperatura da base foi praticamente similar (em torno de 90,40 °C), assim como apontado por Alves *et al.* (2020a).

A Figura 4-11 corresponde ao comportamento das temperaturas da câmara de vapor em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular, contrastando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Quanto ao consumo de energia elétrica no regime estacionário (Fase Contínua), a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura foi a mais vantajosa, uma vez que proporcionou a unidade de destilação Multitubular o menor consumo horário de energia (cerca de 6,90 kWh), enquanto a configuração de aquecimento isotérmico demandou o maior consumo horário de energia (cerca de 11,05 kWh). Observação semelhante, com a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura mais vantajosa energeticamente, também foi apresentada por Parisotto (2013).

Conforme ilustrado na Figura 4-11 (a), após purgar o reservatório de gases, sendo este diretamente conectado com a câmara de vapor, confirma-se que a diferença variação da temperatura entre as extremidades inferiores e superiores da câmara de vapor foi inferior a 0,3 °C, validando a condição na qual o aquecimento dos nove tubos de destilação é realizado isotermicamente. Percebe-se que, a partir de 1,4 h, as temperaturas na extremidade inferior e superior da câmara de vapor alcançaram uma situação estável. Pode-se observar, na Figura 4-11 (b), a existência de uma diferença de temperatura entre as extremidades inferiores e superiores da câmara de vapor de aproximadamente 10 °C, confirmando a premissa que a câmara de vapor operou sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. Neste caso, verifica-se que, a partir de 1,5 h, as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor atingiram o regime permanente.

Figura 4-11 – Comportamento das temperaturas da câmara de vapor em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

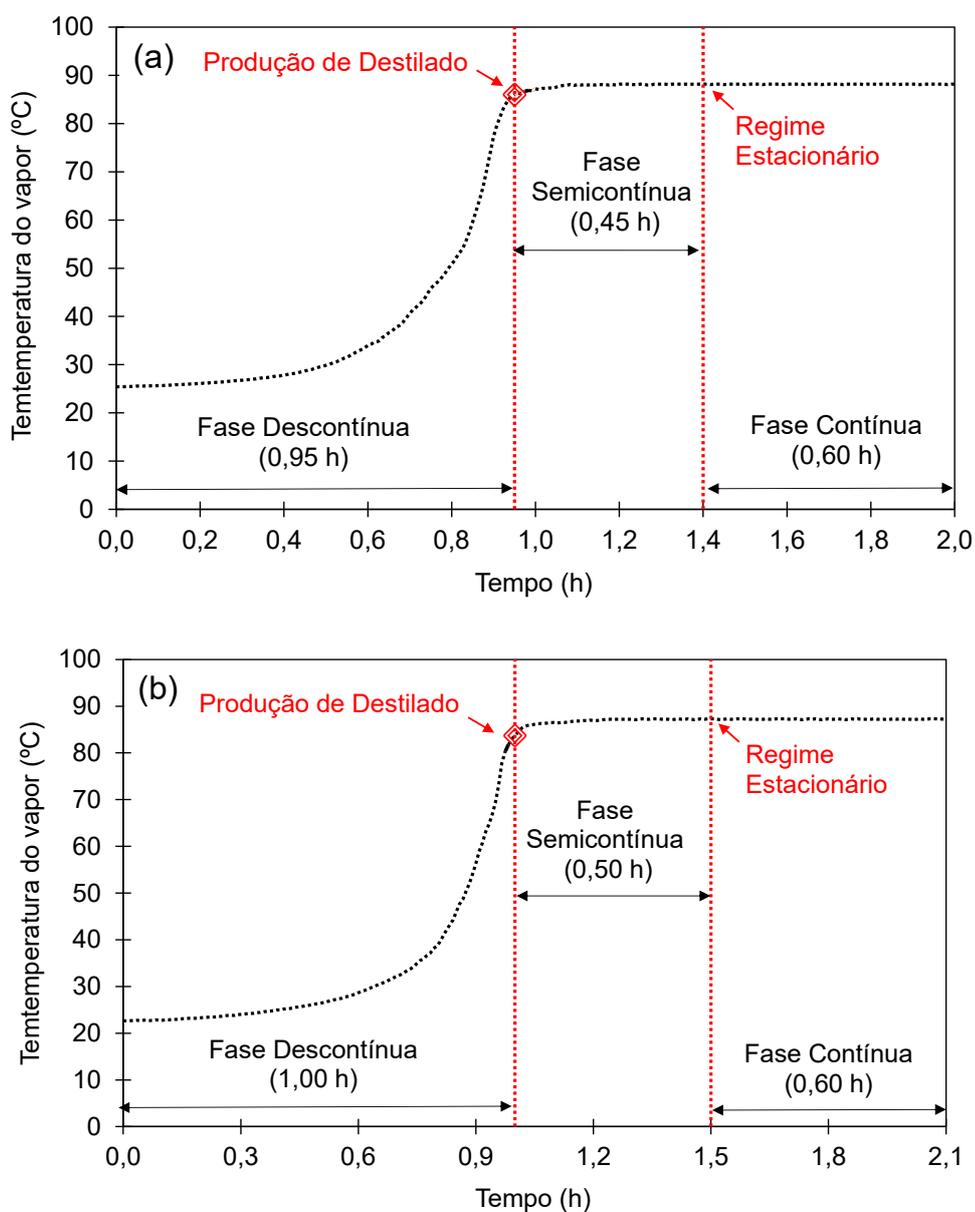
O comportamento da temperatura do vapor rico em etanol (topo) em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, é apresentado na Figura 4-12. Constata-se uma redução no tempo necessário para alcançar a formação de produto de destilado quando se utiliza a configuração de aquecimento isotérmico. De acordo com Battisti *et al.* (2020b), a presença dos gases não condensáveis (ar) próximos à película de condensação dentro da câmara de vapor reduz a taxa de troca térmica. Sustenta-se, com isso, que com a câmara de vapor operando com perfil axial de temperatura, a fase descontínua seja estabelecida mais lentamente. Considerando a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Figura 4-12 (b)), um maior intervalo de tempo foi necessário, levando em torno de 1,50 h para alcançar uma temperatura do vapor rico em etanol estável em relação ao tempo.

Conforme ilustrado na Figura 4-12, existe uma diferença no valor em regime estacionário alcançado para a temperatura do vapor rico em etanol. Enquanto na configuração de aquecimento isotérmico o valor alcançado em regime estacionário foi aproximadamente 88,20 °C, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura o valor alcançado em regime estacionário foi aproximadamente 87,20 °C. Cabe destacar que tal discrepância tem influência direta sobre o gradiente de temperatura entre a base e do vapor rico em etanol; este, por sua vez, determina a possibilidade de refluxo interno dentro dos tubos de destilação. Por fim, cabe destacar que a ocorrência de refluxo interno tem efeito positivo sobre a qualidade do destilado (composição mássica de etanol no destilado). Tem-se, assim, a maior diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol observada para a câmara de vapor operando com perfil axial de temperatura (aproximadamente 3,0 °C); enquanto na configuração de aquecimento isotérmico essa diferença de temperatura foi aproximadamente 2,2 °C.

O comportamento da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol nesta corrente em função do tempo referente à unidade de destilação Multitubular, e confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, encontra-se representado na Figura 4-13. Assim como observado na unidade de destilação Unitubular, na fase descontínua tem-se apenas a produção de produto de base. Observou-se que na configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-13 (a)), a unidade de destilação Multitubular gerou uma corrente com composição mássica de etanol praticamente constante desde o início da produção de destilado, comportando-se de maneira similar a um

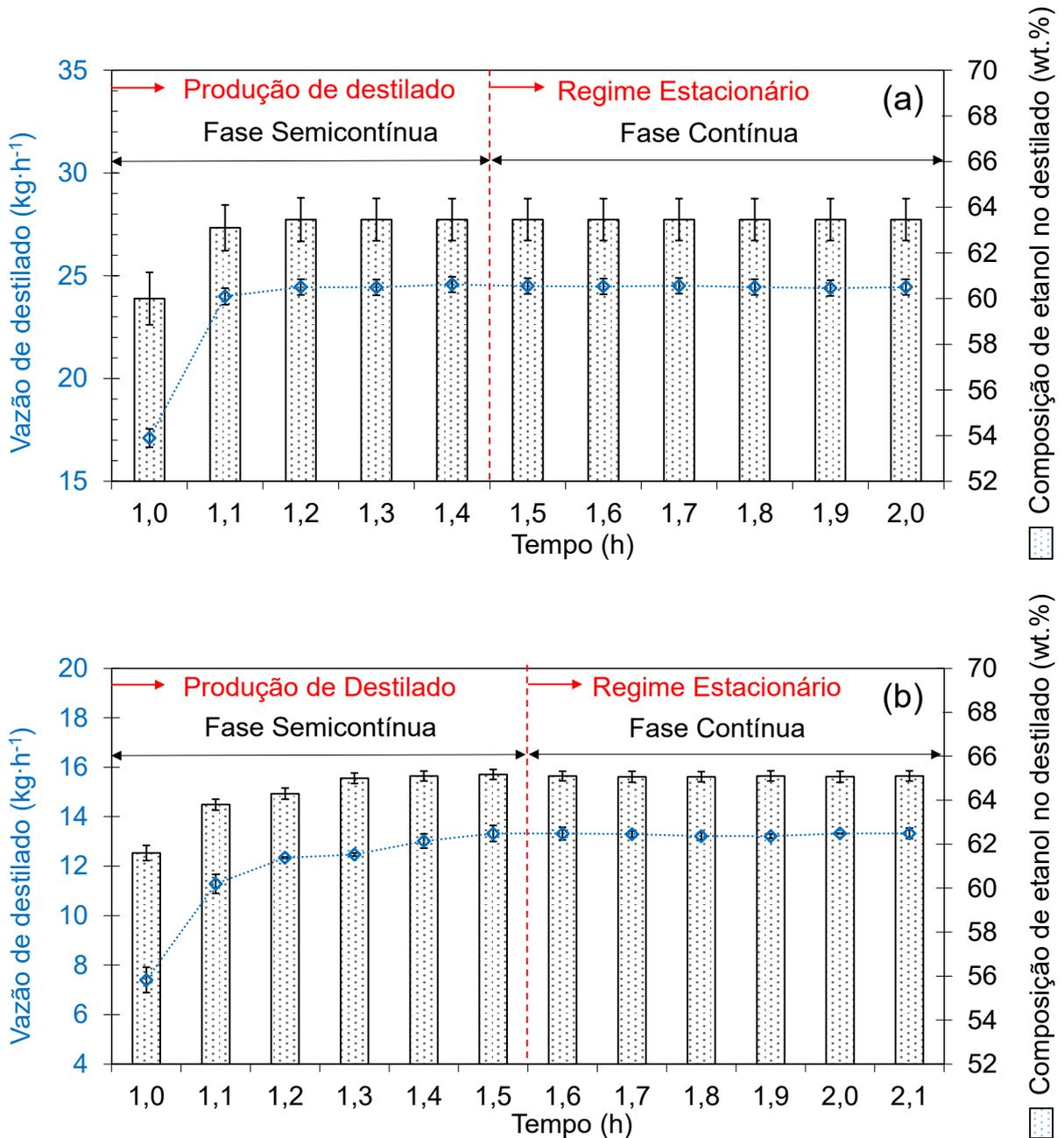
evaporador. Parisotto (2013), Peruzzo (2013) e Parra (2017) reportaram evidências nesta direção. Verifica-se que, a partir de 1,4 h, o comportamento da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol no destilado já atingiu uma situação estável em relação ao tempo.

Figura 4-12 – Comportamento da temperatura do vapor rico em etanol em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.



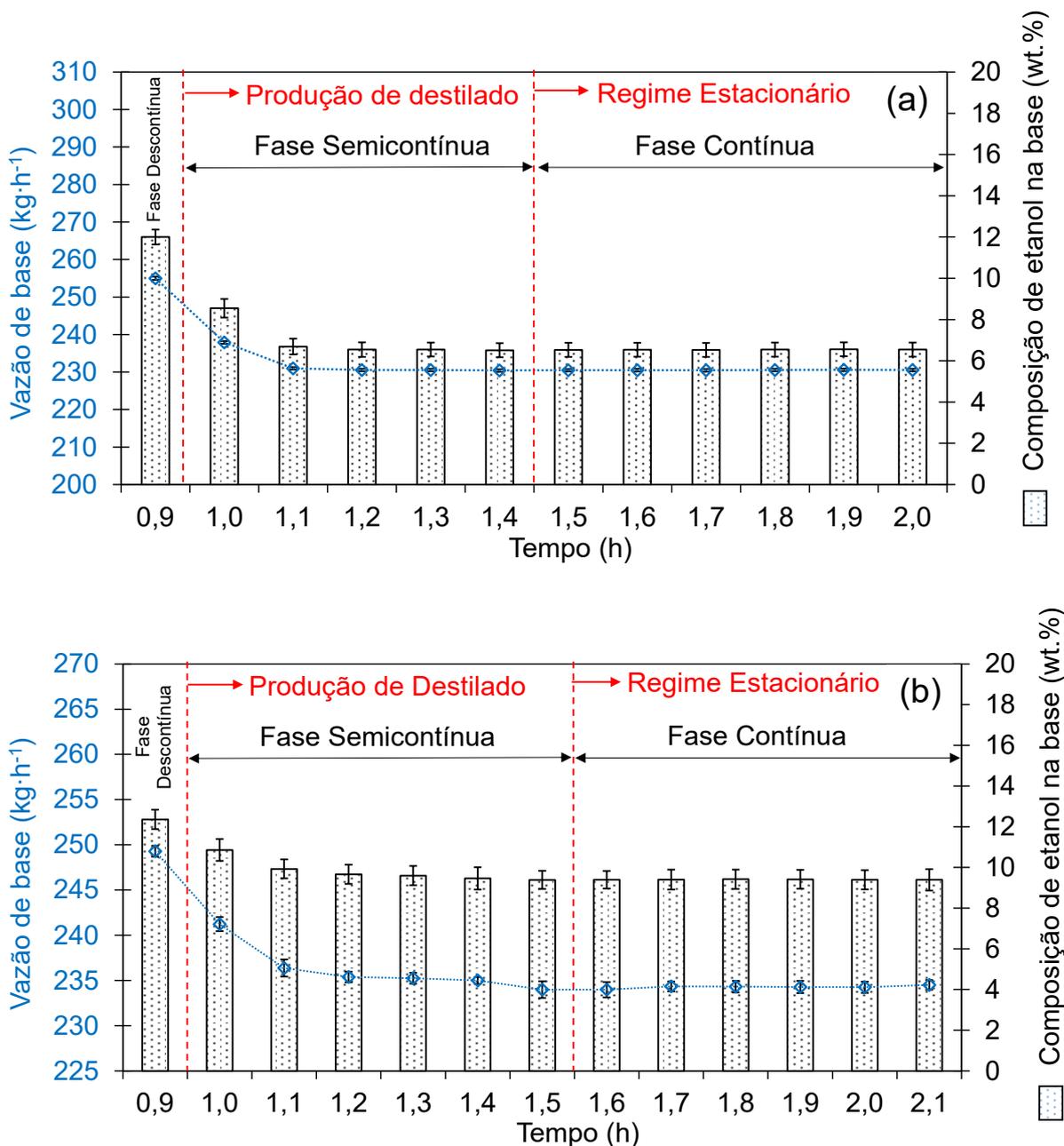
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-13 – Comportamento da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol no destilado em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-14 – Comportamento da vazão mássica de base e composição mássica de etanol na base em função do tempo durante a operação de partida da unidade de destilação Multitubular sob as configurações de aquecimento (a) isotérmico e (b) com perfil axial de temperatura.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

A maior diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol observada para a câmara de vapor operando com perfil axial de temperatura sugere a existência de refluxo interno no interior dos tubos de destilação. Tal suposição pode ser sustentada considerando evidências encontradas em estudos anteriores do grupo de pesquisas Destubcal

(PARISOTTO, 2013; PERUZZO, 2013; MARANGONI *et al.*, 2019a). Tem-se então que à medida que a formação de destilado vai ocorrendo, o refluxo interno promove o enriquecimento da composição mássica de etanol na corrente de destilado até o alcance do regime estacionário, explicando assim o comportamento dinâmico ilustrado na Figura 4-13 (b). Observações similares foram registradas anteriormente por Parisotto (2013), que avaliou, preliminarmente, a operação de partida de uma coluna de destilação por filme descente, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Além disso, percebe-se que, a partir de 1,5 h, o comportamento da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol no destilado já é constante e os acréscimos observados são lentos e pequenos, não sendo caracterizados como desvios relevantes em relação ao regime estacionário. O comportamento da vazão mássica de base e composição mássica de etanol na base em função do tempo (Figura 4-14) corrobora esta observação.

Referente à configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-13 (a)), verifica-se um aumento percentual de aproximadamente 43% (a partir de  $t = 1,20$  h) em relação à vazão mássica de destilado inicial (em  $t = 1,00$  h). Quanto à composição mássica de etanol no destilado, começando em 60,00 wt.% (em  $t = 1,0$  h), a composição mássica de etanol no destilado é aumentada em 3,46 wt.% (a partir de  $t = 1,2$  h). Comportamento que é similar ao reportado durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular.

Percebe-se na Figura 4-13 (b) referente à configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, que o valor da vazão mássica de destilado é incrementado, desde o valor inicial de  $7,40 \pm 0,51$  kg·h<sup>-1</sup> (em  $t = 1,0$  h) para  $13,28 \pm 0,16$  kg·h<sup>-1</sup> (a partir de  $t = 1,6$  h), ou seja, um aumento percentual de quase 80%, que é comparável ao observado durante a operação de partida da unidade de destilação Unitubular (vide Seção 4.1.1). Quanto à composição mássica de etanol no destilado, começando em  $61,60 \pm 0,35$  wt.% (em  $t = 1,0$  h), a composição mássica de etanol no destilado é acrescida em 3,50 wt.% (a partir de  $t = 1,6$  h).

Na Tabela 4-3 sumariza-se os valores médios ( $\pm$  desvio padrão) de tempo requerido e consumo energético, referentes a cada etapa da partida da coluna de destilação Multitubular por filme descendente, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. No que diz respeito ao tempo requerido para cada etapa da partida da coluna de destilação Multitubular por filme descendente, verifica-se que a configuração de aquecimento isotérmico favorece uma inicialização ligeiramente mais rápida. Uma demanda energética total de 11,2 kW foi necessária para a operação de partida da coluna de destilação Multitubular equipada com a câmara de vapor sob a configuração de aquecimento com perfil

axial de temperatura, significando que uma redução de aproximadamente 17% foi alcançada em relação a configuração de aquecimento isotérmico. Conforme a literatura, a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura também se apresenta como a mais vantajosa energeticamente (PARISOTTO, 2013).

Tabela 4-3 – Tempo requerido e o consumo energético (CE) para cada etapa da partida da coluna de destilação Multitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).

<b>Unidade de destilação Multitubular</b>						
Etapa	ISO			PERFIL		
	CE (kWh)	Tempo (h)	CE <sub>Fase</sub> (kW)	CE (kWh)	Tempo (h)	CE <sub>Fase</sub> (kW)
1	3,65 ± 0,03	0,95 ± 0,02	3,48	3,62 ± 0,05	1,00 ± 0,02	3,62
2	7,51 ± 0,06	0,45 ± 0,02	3,35	6,89 ± 0,30	0,50 ± 0,02	3,45
3	11,05 ± 0,12	0,60 ± 0,00	6,63	6,89 ± 0,30	0,60 ± 0,00	4,13
Total	--	2,00	13,47	--	2,10	11,20

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Os valores médios ( $\pm$  desvio padrão) dos resultados experimentais obtidos a partir da coluna de destilação Multitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura são apresentados na Tabela 4-4. Observa-se que, com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico, obteve-se uma composição média de etanol no destilado de  $63,45 \pm 0,92$  wt.%, como também uma recuperação de etanol de 50,22 para uma vazão mássica de destilado de  $24,22 \pm 0,38$  kg·h<sup>-1</sup>. De forma análoga ao cenário descrito para Unidade Unitubular, observa-se, na Tabela 4-4, que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura proporcionou a maior composição média de etanol no destilado ( $65,10 \pm 0,23$  em massa), como também a maior diferença entre as temperaturas da base e do vapor rico em etanol (aproximadamente 3,0 °C). Por fim, destaca-se que, em média, os valores de composição mássica de etanol no destilado encontrados para a unidade de destilação Multitubular são ligeiramente superiores aos encontrados para a unidade de destilação Unitubular. Tal observação vai de encontro aos achados de Da Silva Filho (2018), que mencionou que a unidade de destilação Multitubular é mais eficiente do que a unidade de destilação Unitubular frente à separação da mistura etanol-água.

Tabela 4-4 – Resultados experimentais (média  $\pm$  desvio padrão) obtidos a partir da coluna de destilação Multitubular por filme descendente na Fase Contínua, sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).

Aquecimento	ISO	PERFIL
<i>Condições de entrada</i>		
Temperatura de alimentação ( $^{\circ}$ C)	78,56 $\pm$ 0,23	78,35 $\pm$ 0,19
Temperatura na extremidade inferior da câmara de vapor ( $^{\circ}$ C)	100,35 $\pm$ 0,13	100,49 $\pm$ 0,15
Temperatura na extremidade superior da câmara de vapor ( $^{\circ}$ C)	100,20 $\pm$ 0,13	90,35 $\pm$ 0,15
Vazão mássica de alimentação ( $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ )	255,00 $\pm$ 0,42	249,88 $\pm$ 0,61
Composição mássica de etanol na alimentação (wt.%)	12,00 $\pm$ 0,42	12,36 $\pm$ 0,47
<i>Resultados experimentais</i>		
Temperatura da base ( $^{\circ}$ C)	90,35 $\pm$ 0,39	90,38 $\pm$ 0,33
Temperatura do vapor rico em etanol ( $^{\circ}$ C)	88,10 $\pm$ 0,20	87,30 $\pm$ 0,15
Vazão mássica de destilado ( $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ )	24,22 $\pm$ 0,38	13,28 $\pm$ 0,16
Vazão mássica de base ( $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ )	230,78 $\pm$ 0,34	236,60 $\pm$ 0,71
Composição mássica de etanol no destilado (wt.%)	63,45 $\pm$ 0,92	65,10 $\pm$ 0,23
Composição mássica de etanol na base (wt.%)	6,60 $\pm$ 0,34	9,61 $\pm$ 0,46
Recuperação de etanol (%)	50,22	26,41
Consumo de energia elétrica (kWh)	11,05 $\pm$ 0,12	6,89 $\pm$ 0,30

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

No estudo realizado por Da Silva Filho (2018), em que a Unidade Multitubular foi aplicada à separação da mistura etanol-água, concluiu-se que para condições de entrada semelhantes, variando-se apenas a configuração de aquecimento, a vazão mássica de destilado foi maior com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico em relação a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. O referido autor também observou uma maior recuperação de etanol sob a configuração de aquecimento isotérmico. Os achados do referido autor corroboram os resultados experimentais obtidos a partir da Unidade Multitubular. A partir desta constatação, os resultados médios alcançados no regime estacionário (Fase Contínua) sob a configuração aquecimento isotérmico foram escolhidos para fins de comparação entre a unidade de destilação Multitubular e uma coluna de destilação convencional.

### 4.1.3 Análise comparativa das etapas iniciais de operação entre as unidades de destilação Unitubular e Multitubular

Na Tabela 4-5 são apresentados os valores obtidos experimentalmente (tempo requerido e a demanda energética) para cada uma das etapas iniciais de operação da coluna de destilação Unitubular por filme descendente em comparação com a coluna de destilação Multitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Confrontando-se as unidades de destilação Unitubular e Multitubular, independentemente da fase avaliada durante a operação de partida, não se revelaram diferenças relevantes entre estas quanto ao tempo requerido para estabelecimento de cada fase.

Tabela 4-5 – Tempo requerido e o consumo energético (CE) para cada etapa da partida da coluna de destilação Unitubular por filme descendente (UNI) em comparação com a coluna de destilação Multitubular por filme descendente (MULTI).

<b>Aquecimento isotérmico</b>						
UNI				MULTI		
Etapa	CE (kWh)	Tempo (h)	CE <sub>Fase</sub> (kW)	CE (kWh)	Tempo (h)	CE <sub>Fase</sub> (kW)
1	1,00	1,03	1,03	3,65	0,95	3,48
2	1,72	0,57	0,98	7,51	0,45	3,35
3	1,72	0,60	1,03	11,05	0,60	6,63
Total	--	2,20	3,04	--	2,00	13,47
<b>Aquecimento com perfil axial de temperatura</b>						
UNI				MULTI		
Etapa	CE (kWh)	Tempo (h)	CE <sub>Fase</sub> (kW)	CE (kWh)	Tempo (h)	CE <sub>Fase</sub> (kW)
1	0,86	1,08	0,92	3,62	1,00	3,62
2	1,07	0,52	0,56	6,89	0,50	3,45
3	1,07	0,60	0,64	6,89	0,60	4,13
Total	--	2,20	2,12	--	2,10	11,20

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

De forma a ser possível comparar os resultados obtidos em ambas as colunas de destilação Destubcal em termos do consumo de energia, calculou-se o consumo energético normalizado com a vazão mássica de destilado, seguindo-se recomendação feita por Da Silva Filho (2018). Primeiramente, considera-se que ao se confrontar as unidades de destilação Unitubular e Multitubular, para mesma configuração de aquecimento, as diferenças entre a composição mássica de etanol na corrente de destilado não é relevante. Dessa forma, analisando-se configuração de aquecimento isotérmico, Tem-se que a demanda energética necessária na unidade de destilação Unitubular foi  $576,12 \text{ W}\cdot\text{kg}^{-1}$ , enquanto a unidade de destilação Multitubular consumiu  $456,23 \text{ W}\cdot\text{kg}^{-1}$ . Quanto à configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, a demanda energética necessária na unidade de destilação Unitubular foi  $829,46 \text{ W}\cdot\text{kg}^{-1}$ , enquanto a unidade de destilação Multitubular consumiu  $518,83 \text{ W}\cdot\text{kg}^{-1}$ .

Com isso, tem-se que a unidade de destilação Multitubular demandou menos energia para produzir uma quantidade similar de vazão de destilado em relação à unidade de destilação Unitubular. Comprova-se que unidade de destilação Multitubular é capaz de aliar aumento na produtividade com menor requerimento energético. Da Silva Filho (2018) chegou a mesma conclusão ao comparar as unidades de destilação Unitubular e Multitubular aplicadas à separação da mistura etanol e água.

#### **4.1.4 Análise comparativa das etapas iniciais de operação entre a unidade de destilação Multitubular e uma coluna de destilação convencional**

Na Tabela 4-6 são apresentados os valores obtidos experimentalmente (tempo requerido e a demanda energética) para cada uma das etapas iniciais de operação da coluna de destilação Multitubular por filme descendente em comparação com uma coluna de destilação convencional. Convém salientar que as condições de alimentação empregadas na coluna de destilação convencional são praticamente similares as condições utilizadas na unidade de destilação Multitubular. Para fins de comparação, foram utilizados os resultados médios alcançados em regime estacionário (Fase Contínua) sob a configuração aquecimento isotérmico. Estes foram escolhidos por apresentarem os maiores valores de vazão mássica de destilado e recuperação de etanol.

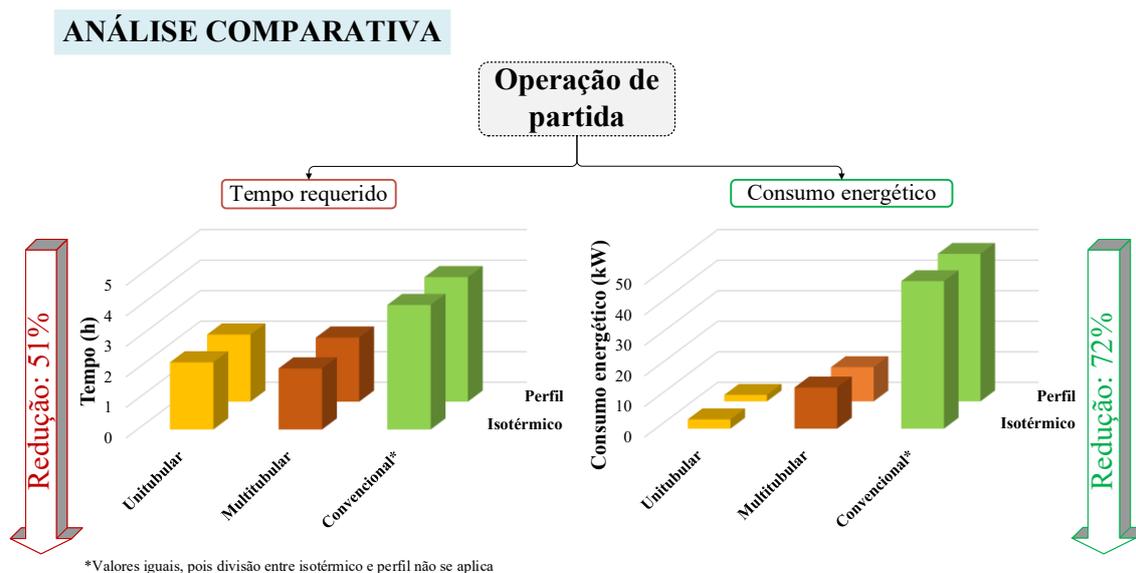
Tabela 4-6 – Tempo requerido e o consumo energético (CE) para cada etapa da partida da coluna de destilação Multitubular por filme descendente (CDMFD) em comparação com uma coluna de destilação convencional (CDC).

Etapa	CDMFD <sup>1</sup>			CDC <sup>2</sup>		
	CE (kWh)	Tempo (h)	CE <sub>Fase</sub> (kW)	CE (kWh)	Tempo (h)	CE <sub>Fase</sub> (kW)
1	3,65	0,95	3,48	10,00	1,53	15,30
2	7,51	0,45	3,35	10,00	1,05	10,50
3	11,05	0,60	6,63	15,00	1,50	22,50
Total	--	2,00	13,47	--	4,08	48,30

Fonte: <sup>1</sup>Autor (2021); <sup>2</sup>Werle *et al.* (2009b).

Para as três etapas da partida (Tabela 4-6), a redução do tempo foi relevante quando comparado a coluna de destilação convencional operando em condições experimentais semelhantes (WERLE *et al.*, 2009a), sendo da ordem de 38, 57 e 60%, respectivamente. Na Figura 4-15 pode-se visualizar uma ilustração que resume os principais resultados alcançados a partir da avaliação da operação de partida, com destaque para as reduções obtidas no tempo requerido e consumo energético.

Figura 4-15 – Principais resultados alcançados a partir da avaliação da operação de partida para as duas unidades de destilação Destubcal.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Uma demanda energética total de 13,47 kW foi necessária para a operação de partida da coluna de destilação de filme descendente, significando que uma redução de 72,1% foi alcançada em relação a coluna de destilação convencional. Presume-se que, o uso da tecnologia de destilação de filme descendente energeticamente intensificada favorece uma inicialização mais rápida, uma vez que não existe o atraso hidráulico causado pela soma do tempo morto de cada estágio de separação que é uma característica do sistema convencional de destilação.

#### **4.1.5 Análise comparativa do desempenho na Fase Contínua entre a unidade de destilação Multitubular e uma coluna de destilação convencional**

Adicionalmente, o desempenho em regime estacionário da coluna de destilação multitubular por filme descendente sob a configuração de aquecimento isotérmico foi comparado com o desempenho de uma coluna de destilação convencional, em termos de capacidade de separação e requerimento energético, utilizando dados experimentais encontrados em Werle *et al.* (2009b). Para tanto, definiu-se como referência os resultados médios obtidos em regime estacionário (Fase Contínua) sob a configuração aquecimento isotérmico, onde obteve-se os maiores valores de composição mássica de etanol no destilado e recuperação de etanol. Os parâmetros operacionais e de desempenho da coluna de destilação Multitubular por filme descendente energeticamente intensificada em comparação com uma coluna de destilação convencional (composta por 13 pratos) são apresentados na Tabela 4-7.

Convém lembrar que essas tecnologias diferem principalmente no que diz respeito à forma de como o aquecimento é fornecido. O fornecimento de calor por termossifão bifásico para a coluna de destilação Multitubular por filme descendente caracteriza-se pela distribuição uniforme de calor ao longo dos nove tubos de destilação. Na coluna de destilação convencional, o fornecimento de calor ocorre apenas na extremidade inferior da coluna de destilação por meio da ação do refeedor, resultando em uma considerável degradação de energia ao longo da altura da coluna de destilação. Assim, para a coluna de destilação convencional utilizada nesta análise comparativa, o valor do consumo de energia elétrica foi obtido a partir do refeedor, que fornece o calor utilizado para a separação em colunas de destilação de pratos.

Tabela 4-7 – Parâmetros operacionais e de desempenho da coluna de destilação Multitubular por filme descendente energeticamente intensificada (MULTI) em comparação com uma coluna de destilação convencional (CDC).

Sistema de destilação	MULTI <sup>1</sup>	CDC <sup>2</sup>
<i>Condições de entrada</i>		
Temperatura de alimentação (°C)	78,56 ± 0,23	76,50
Vazão mássica de alimentação (kg·h <sup>-1</sup> )	255,00 ± 0,42	294,02
Composição mássica de etanol na alimentação (wt.%)	12,00 ± 0,42	11,27
<i>Resultados experimentais</i>		
Temperatura da base (°C)	90,35 ± 0,39	98,50
Temperatura do vapor rico em etanol (°C)	88,10 ± 0,20	80,40
Vazão mássica de destilado (kg·h <sup>-1</sup> )	24,22 ± 0,38	11,03
Composição mássica de etanol no destilado (wt.%)	63,45 ± 0,92	83,11
Recuperação de etanol (%)	50,22	27,67
Razão de refluxo externo	0,00	5,00
Altura da coluna (m)	1,00	2,70
Consumo de energia elétrica (kWh)	11,05 ± 0,12	15,00

Fonte: <sup>1</sup>Alves *et al.* (2020a); <sup>2</sup>Werle *et al.* (2009b).

Visando realizar uma comparação energética entre a coluna de destilação Multitubular por filme descendente com uma coluna de destilação convencional, é necessário que ambos os consumos de energia elétrica sejam normalizados pela vazão mássica de alimentação correspondente, definindo-se, assim, o parâmetro de potência mássica para avaliação, conforme realizado por Pires *et al.* (2020). Dessa forma, a quantidade total de energia necessária no refeedor foi 51,02 W·kg<sup>-1</sup>, enquanto o termossifão bifásico consumiu 43,33 W·kg<sup>-1</sup>. No que diz respeito ao consumo de energia, a destilação de filme descendente intensificada representou uma melhor opção em que uma economia de energia de 15,06% pode ser alcançada para o enriquecimento de etanol em comparação com uma coluna de destilação convencional. Jouhara *et al.* (2017) enfatizam que as vantagens, em termos de economia de energia, da utilização de um termossifão bifásico como fonte de calor podem ser atribuídas aos coeficientes de transferência de calor mais significativos, alta uniformidade de distribuição de calor dentro da câmara de vapor e alta recuperação de energia.

Dejanovic, Matijasevic e Olujic (2010) destacam que o efeito de refluxo externo também contribui para a baixa eficiência energética em colunas de destilação convencionais. Uma vez que o funcionamento das colunas de destilação Destubcal não requer o uso do refluxo externo, a demanda energética é minimizada. No entanto, a ausência de refluxo de líquido de volta à zona de aquecimento restringe o enriquecimento de etanol na corrente de destilado. Diante desse fato, a coluna de destilação Multitubular por filme descendente foi capaz de enriquecer a corrente de etanol em aproximadamente 64 wt.%; neste grau alcoólico, o destilado obtido seria usado como álcool medicinal; normalmente, o grau alcoólico exigido para fins de desinfecção está próximo de 70% (MEUKAM *et al.*, 2004). Uma etapa subsequente seria, portanto, necessária para produzir etanol hidratado enriquecido com uma concentração próxima ao azeótropo binário etanol-água (95,63% em massa de etanol). Assim, por enquanto, a tecnologia de destilação de filme descendente pode atuar como um destilador mais econômico em energia para a pré-concentração de etanol no setor sucroalcooleiro.

Ao analisar os valores de recuperação de etanol, apresentados na Tabela 4-7, observou-se que a aplicação da coluna de destilação Multitubular por filme descendente apresentou um valor maior de recuperação de etanol (50,22%) em relação a coluna de destilação convencional (27,67%). Portanto, um grau de recuperação satisfatório foi obtido usando uma coluna relativamente compacta (apenas 1,00 m de altura). Um importante resultado de projeto é que a coluna de destilação Multitubular por filme descendente apresentou vantagens em relação a coluna de destilação convencional, em que pode ser obtida uma redução de 62,96% na altura do equipamento de destilação. Do ponto de vista industrial, a segurança geral do processo pode ser significativamente melhorada pela aplicação de colunas de destilação Destubcal, uma vez que essa tecnologia utiliza equipamentos de destilação com uma menor área de processo ocupada e com uma relevante economia de energia.

## 4.2 AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DAS PERTURBAÇÕES APLICADAS NA UNIDADE DE DESTILAÇÃO UNITUBULAR

As diferenças entre a resposta transiente da unidade piloto de destilação UNITUBULAR em relação as duas diferentes configurações de fornecimento de calor (aquecimento isotérmico e aquecimento não-isotérmico) foram verificadas e comparadas. Conforme mencionado anteriormente, a resposta transiente da unidade piloto de destilação UNITUBULAR foi avaliada em termos da composição mássica de etanol na corrente de destilado ( $X_{\text{EtOH,D}}$ , wt.%), da temperatura da base ( $T_B$ , °C) e da temperatura do vapor rico em etanol ( $T_V$ , °C) a partir da aplicação de perturbações positivas do tipo degrau na composição mássica de etanol na corrente de alimentação em aproximadamente 8,00 wt.%, na potência fornecida para o evaporador em aproximadamente 10,00%, na vazão de alimentação em aproximadamente 20,00 kg·h<sup>-1</sup>, e na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação em aproximadamente 10,00 °C.

É importante notar que as derivadas de primeira ordem das temperaturas do processo em função do tempo foram calculadas a partir de curvas ajustadas aos dados experimentais pela função *sigmoidal*. Tal procedimento foi adotado para minimizar flutuações normais do processo de destilação, seguindo-se recomendação de Marangoni *et al.* (2016), e, a partir disso, torna-se possível identificar o estabelecimento dos novos estados estacionários quando os valores das derivadas são próximos de zero.

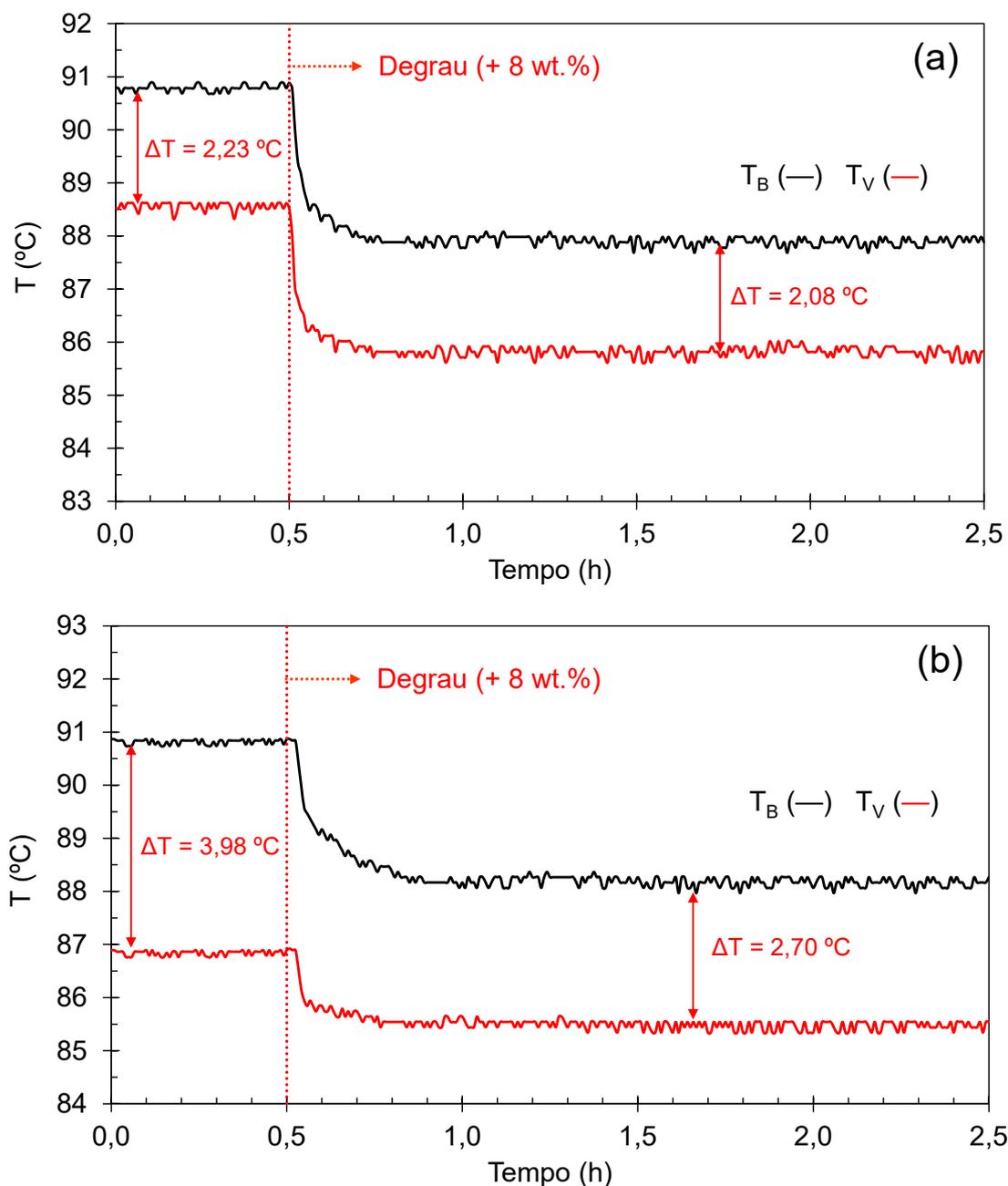
#### 4.2.1 Período transiente para perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação

Ressalta-se que uma perturbação na composição da corrente de alimentação é o tipo de perturbação mais severo encontrado nas colunas de destilação convencionais, pois resulta sempre em um longo tempo de transição que, por sua vez, é economicamente indesejável (MARANGONI *et al.*, 2013). Neste trabalho, a perturbação realizada na composição mássica de etanol na corrente de alimentação foi um degrau positivo de aproximadamente 8,00 wt.%, ou seja, a composição mássica de etanol na corrente de alimentação aumentou de aproximadamente 12 wt.% (condição de referência) para em torno de 20 wt.%, em ambas as configurações de aquecimento. Sendo que, a magnitude da perturbação realizada foi definida seguindo o estudo realizado por Marangoni *et al.* (2013).

Na Figura 4-16 apresenta-se as respostas da temperatura da base e do vapor rico em etanol em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Foi constatado que, com a introdução do degrau positivo na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, as temperaturas da base e do vapor rico em etanol diminuíram em relação ao seu regime estacionário inicial por conta da perturbação aplicada. Em ambas as configurações de aquecimento, o decréscimo verificado para a temperatura da base foi praticamente similar (entre 2,63 e 2,89 °C). Destaca-se, contudo, que existe uma diferença na magnitude provocada pela perturbação na temperatura do vapor rico em etanol. Enquanto na configuração de aquecimento isotérmico provocou um decréscimo de 2,74 °C, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura provocou um decréscimo de 1,36 °C. Na configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-16 (a)), observa-se, também, que o sistema respondeu imediatamente após a aplicação da perturbação. Contudo, observa-se na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Figura 4-16 (b)), a existência de um atraso de tempo nas respostas observadas em torno de 2 min.

Comparando ambas as respostas da temperatura da base e do vapor rico em etanol (Figura 4-16) é possível observar que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura proporcionou a maior diferença entre as temperaturas da base e do vapor rico em etanol tanto antes quanto depois da perturbação. Destaca-se, contudo, que existe uma ligeira diminuição na diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol provocada pela perturbação, em ambas as configurações de aquecimento.

Figura 4-16 – Respostas das temperaturas da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Unitubular) em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).

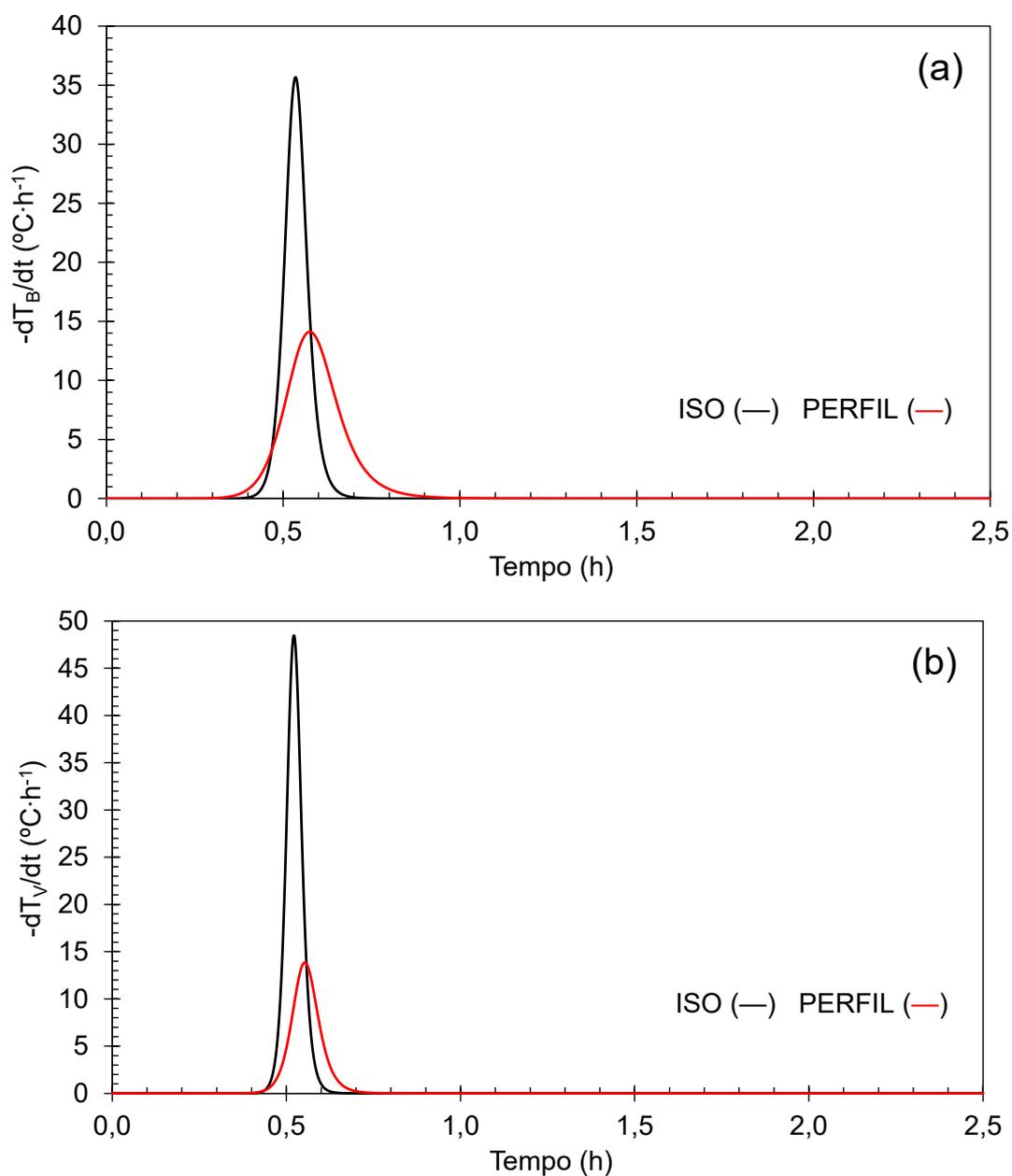


Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

As derivadas da temperatura da base e do vapor rico em etanol em relação ao tempo, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, encontram-se representadas na Figura 4-17. Em relação ao estabelecimento do

novo regime estacionário para as temperaturas da base e do vapor rico em etanol, a configuração de aquecimento isotérmico demandou cerca de 0,25 horas (após a perturbação); enquanto a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura demandou cerca de 0,40 horas (após a perturbação).

Figura 4-17 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Unitubular) em relação ao tempo para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

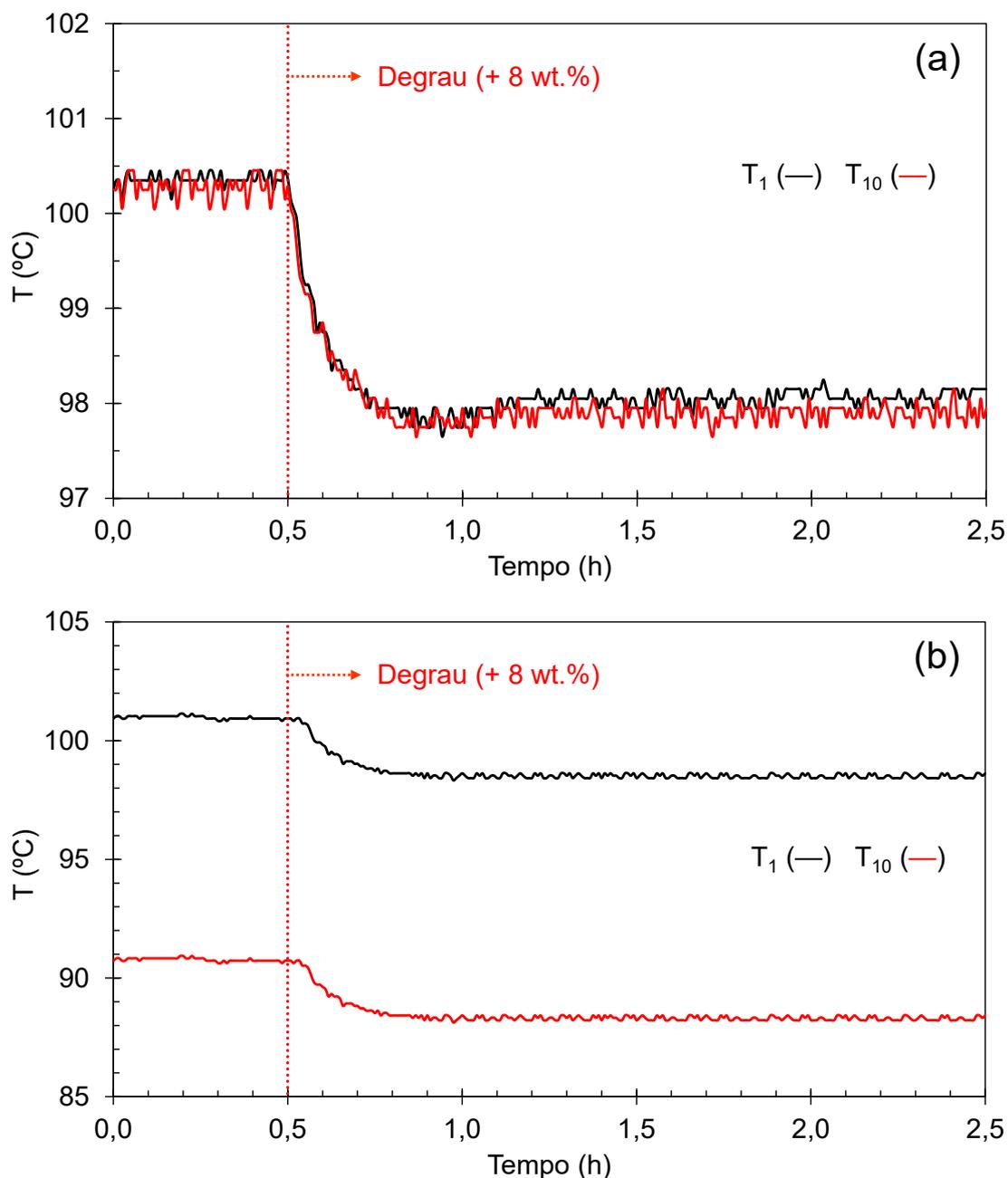
As respostas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, comparando-se as duas configurações de aquecimento, são apresentadas na Figura 4-18. Pode-se observar que essas duas variáveis são acopladas e apresentam uma interação negativa. Em outras palavras, para um degrau positivo de aproximadamente 8,00 wt.% na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor mudaram e diminuíram cerca de 2,40 °C. Observa-se, na Figura 4-18 (a), que a variação da temperatura entre as extremidades inferiores e superiores da câmara de vapor foi menor que 0,3 °C, confirmando a premissa que toda a câmara de vapor operou à mesma temperatura, ou seja, de forma isotérmica. Consta-se, também, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Figura 4-18 (b)), a existência de um atraso de tempo nas respostas em torno de 2 min.

Marangoni (2005) realizou um estudo com o objetivo de implementar uma estratégia de controle com ação distribuída em uma coluna de destilação convencional aplicada à separação da mistura etanol-água. Em seu estudo, a referida autora reportou que uma perturbação positiva na composição mássica de etanol na corrente de alimentação promoveu o acréscimo da composição de etanol na fase vapor no interior da coluna de destilação, que resultou no aumento da energia de vaporização e, conseqüentemente, a energia necessária para evaporar a quantidade extra de etanol faz com que as temperaturas da coluna de destilação migrem para novos valores inferiores ao estado de referência (inicial). Essas observações podem ser estendidas para este estudo, explicando assim o comportamento das temperaturas da base, do vapor rico em etanol e da câmara de vapor.

As derivadas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em relação ao tempo são apresentadas na Figura 4-19. Avaliando-se a configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-19 (a)), o novo regime estacionário para as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor foi alcançado em 0,40 horas (após a perturbação). Considerando a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Figura 4-19 (b)), um período maior de transição foi necessário, levando em torno de 0,50 h (após a perturbação) para alcançar uma resposta estável em relação ao tempo. Tal comportamento pode ser explicado pela maior resistência à transferência de calor associada com a câmara de vapor operando com perfil axial de temperatura, uma vez que os gases não condensáveis (ar) próximos à película de condensação

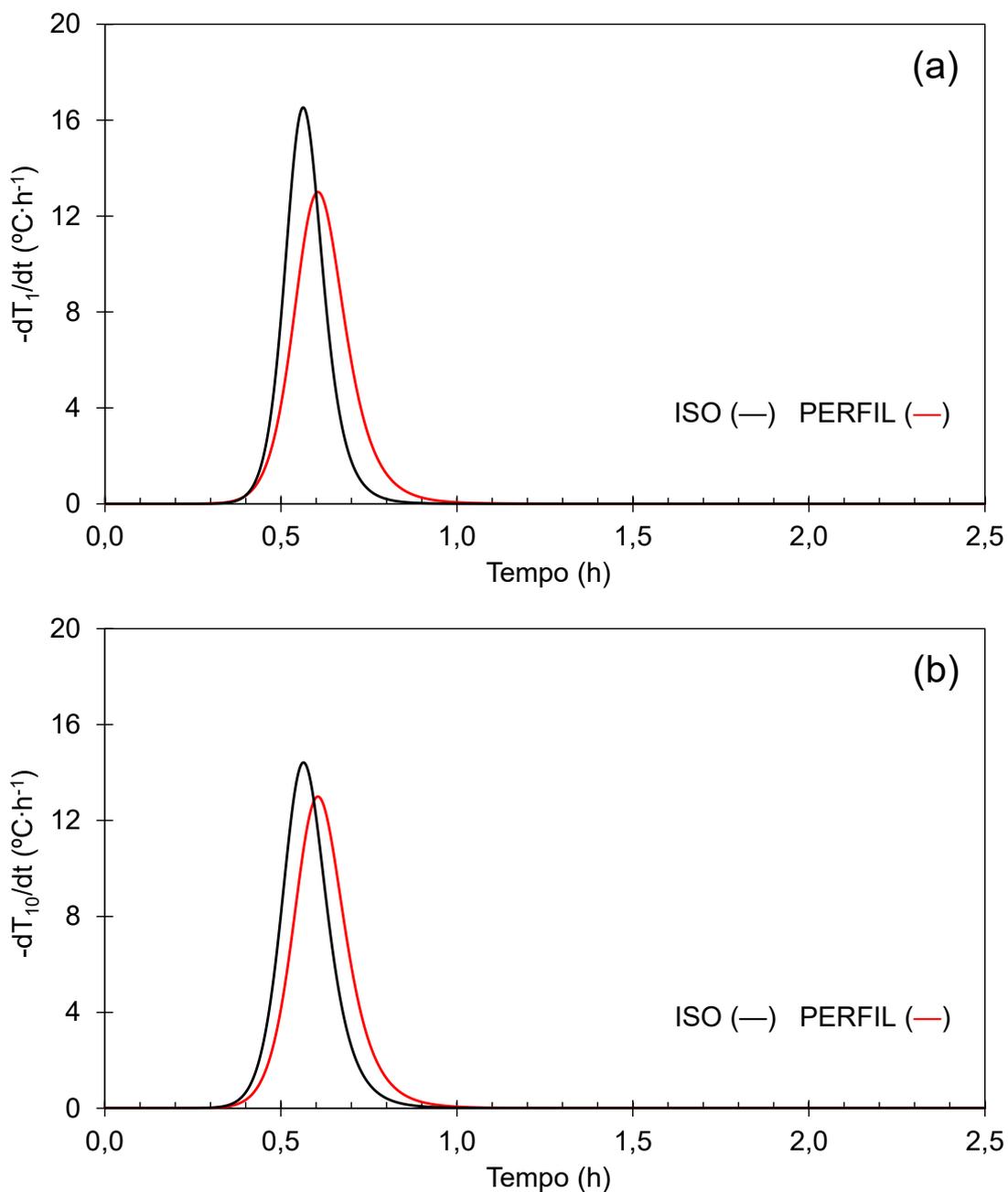
atuam como uma resistência extra à transferência de calor, fato que reduz a taxa de troca térmica (BATTISTI *et al.*, 2020b). Com uma menor taxa de troca térmica, presume-se que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura propicia dinâmicas mais lentas.

Figura 4-18 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-19 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação ao tempo para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Na Figura 4-20 demonstram-se as respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado frente à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, comparando-se as duas configurações de

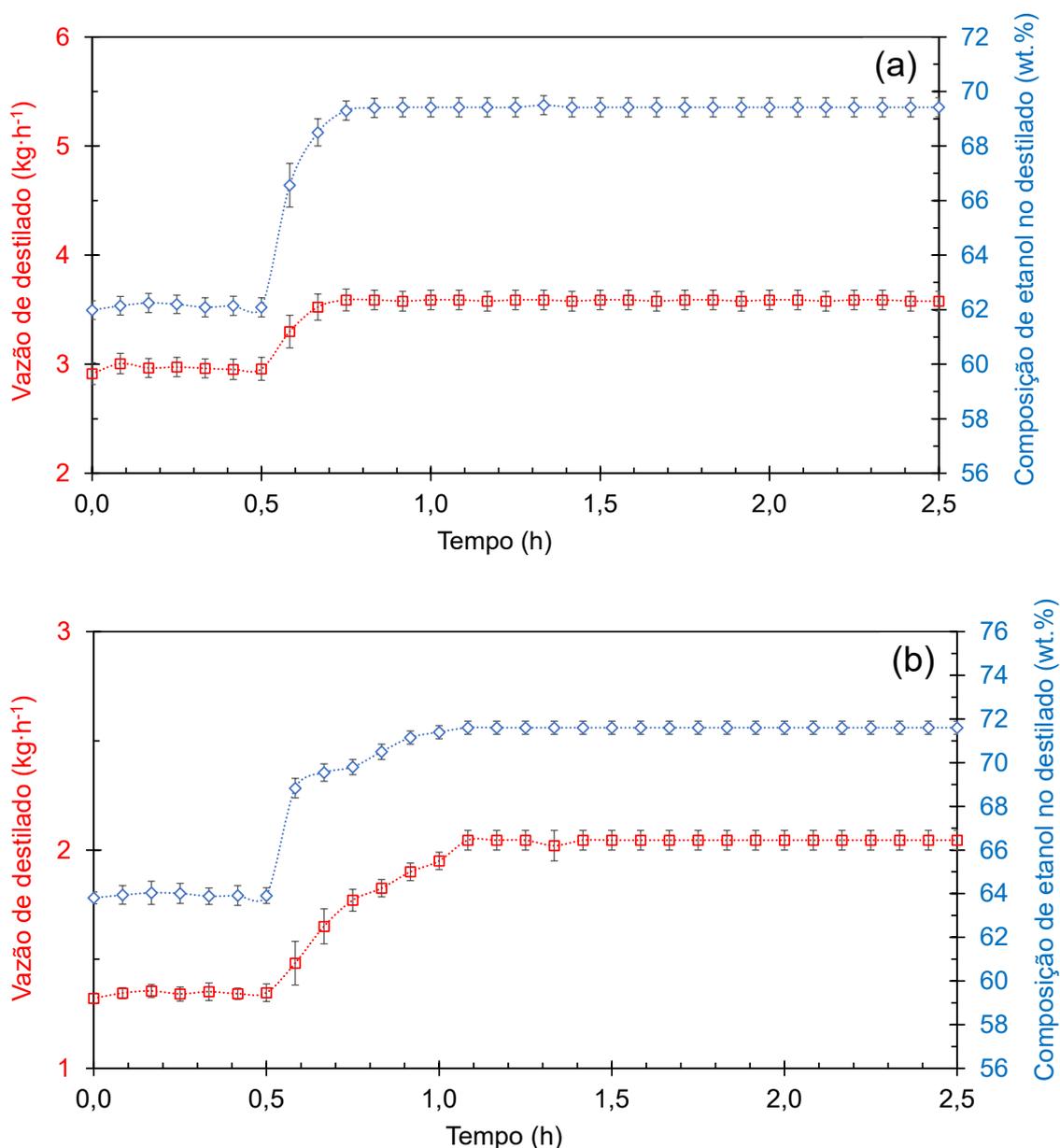
aquecimento. Observou-se que, na Figura 4-20, as respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado diferiram entre si para as duas configurações de aquecimento. Apoiando-se na Figura 4-20, de um modo geral, a coluna de destilação Unitubular respondeu, com favorecimento da composição mássica de etanol na corrente de destilado e da produção de destilado, à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação. Observa-se na literatura resultados parecidos; no estudo realizado por Marangoni (2005), em que uma coluna de destilação convencional foi submetida à uma perturbação positiva na composição mássica de etanol na corrente de alimentação com a mesma magnitude ao aplicado nesse estudo, reportou-se um acréscimo no valor da composição mássica de etanol na corrente de destilado quando comparada com a condição inicial.

Avaliando-se a configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-20 (a)), um curto período de transição foi necessário para alcançar respostas estáveis da vazão mássica de destilado e da composição mássica de etanol na corrente de destilado em relação ao tempo, demandando em torno de 0,35 h após a perturbação. Referente à configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Figura 4-20 (b)), um novo regime estacionário para vazão mássica de destilado e da composição mássica de etanol na corrente de destilado foi alcançado em aproximadamente 0,60 h após a perturbação.

Examinando-se, a configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-20 (a)), uma linearidade pôde ser identificada nas respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado. Sugere-se assim, que nesta configuração de aquecimento, a unidade de destilação Unitubular se comportou como um evaporador, e não como um destilador, uma vez que esta promoveu um comportamento quase constante em relação a vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado. No caso da câmara de vapor operando com perfil axial de temperatura (Figura 4-20 (b)), devido, em grande parte, à existência de refluxo interno, observa-se uma leve tendência ao enriquecimento de etanol na corrente de destilado até o momento em que se estabelece o novo regime estacionário. Tal fato foi anteriormente observado por Parisotto (2013), corroborando as respostas transientes observadas.

Com base em todas as evidências encontradas, sugere-se que a unidade de destilação Unitubular acoplada com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico permitiu atingir um novo regime estacionário mais rapidamente frente à uma perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação.

Figura 4-20 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Unitubular) em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Nas tabelas a seguir apresenta-se os principais resultados em regime estacionário obtidos antes e após a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação referentes a coluna de destilação Unitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico (Tabela 4-8) e com perfil axial de temperatura

(Tabela 4-9). Os resultados em regime estacionário reportados após a aplicação da perturbação foram definidos como a média aritmética com desvio padrão dos valores dentro do intervalo de  $t = 1,2$  h até  $t = 2,50$  h. No que diz respeito à temperatura do destilado, para qualquer uma das configurações de aquecimento, a perturbação aplicada não acarretou mudanças relevantes para esta variável.

Tabela 4-8 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,38	20,38	33,48	33,48	78,43	78,34
	± 0,12	± 0,00	± 0,41	± 0,41	± 0,28	± 0,21
Base	7,55	14,50	30,52	29,89	90,79	87,90
	± 0,23	± 0,25	± 0,49	± 0,49	± 0,16	± 0,25
Destilado	62,13	69,42	2,96	3,59	18,67	18,33
	± 0,64	± 0,26	± 0,09	± 0,09	± 0,58	± 0,58

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Tabela 4-9 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,52	20,38	33,24	33,24	78,27	78,19
	± 0,08	± 0,00	± 0,09	± 0,09	± 0,10	± 0,15
Base	10,35	17,03	31,90	31,20	90,81	88,18
	± 0,12	± 0,09	± 0,07	± 0,08	± 0,13	± 0,17
Destilado	63,98	71,59	1,34	2,04	22,52	22,67
	± 0,41	± 0,20	± 0,03	± 0,05	± 0,51	± 0,58

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Referente à configuração de aquecimento isotérmico (Tabela 4-8), após a aplicação da perturbação, verifica-se um acréscimo de aproximadamente 21% em relação à vazão mássica de destilado inicial (a partir de  $2,96 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$  para  $3,59 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ ), também se reportou um acréscimo no valor de 7,30 wt.% em relação à composição mássica de etanol na corrente de destilado quando comparada com a condição de referência. Quanto à configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Tabela 4-9), observa-se um aumento percentual de aproximadamente 52% em relação à vazão mássica de destilado inicial (a partir de  $1,34 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$  para  $2,04 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ ), bem como um acréscimo no valor de 7,66 wt.% em relação à composição mássica de etanol na corrente de destilado quando comparada com a condição de referência.

#### **4.2.2 Período transiente para perturbação na potência fornecida para a seção de evaporação**

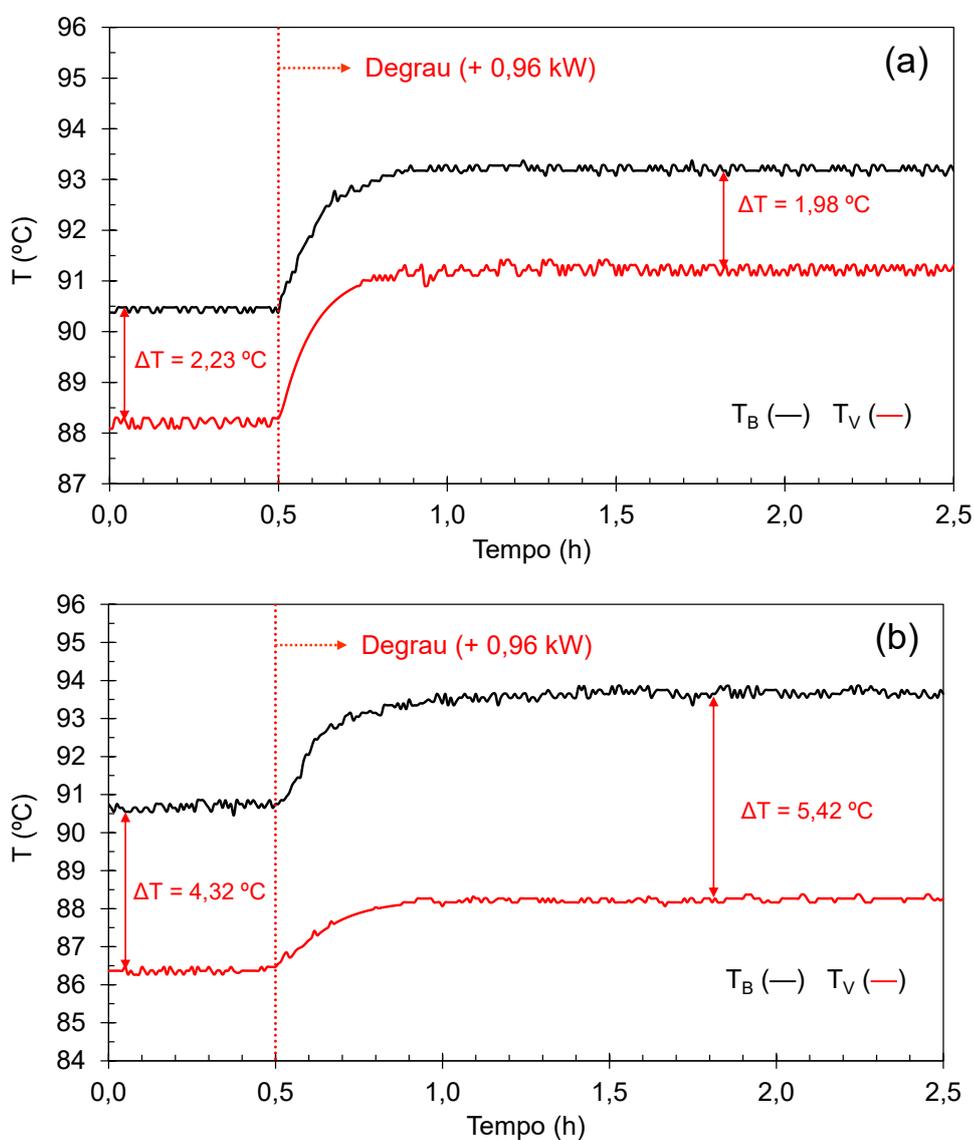
A perturbação realizada na potência fornecida para a câmara de vapor foi um degrau positivo de aproximadamente 10,00% (ou 0,96 kW), ou seja, a potência fornecida para a câmara de vapor aumentou de aproximadamente 18,00% (1,73 kW) para em torno de 28,00% (2,69 kW) (configuração de aquecimento isotérmico), enquanto aumentou de aproximadamente 11,00% (1,06 kW) para em torno de 21,00% (2,02 kW) (configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura).

As respostas das temperaturas da base e do vapor rico em etanol em relação a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor referentes à coluna de destilação Unitubular por filme descendente, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, encontram-se representadas graficamente na Figura 4-21. Como esperado, houve aumento das temperaturas da base e do vapor rico em etanol. Indiretamente, através da condução de calor na parede, o aumento na potência fornecida para a câmara de vapor (com conseqüente aumento da temperatura da câmara de vapor) resulta em temperaturas mais elevadas no tubo de destilação. Tal comportamento também é verificado em estudos anteriores do grupo de pesquisa Destubcal (PERUZZO, 2013; DA SILVA FILHO *et al.*, 2018; MARANGONI *et al.*, 2019a).

No que diz respeito à diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol, o importante a se notar, é que referente a configuração de aquecimento isotérmico, com a aplicação da perturbação houve uma redução nesta diferença de temperatura. Quanto à relação

a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, com a aplicação da perturbação houve um ligeiro acréscimo na diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol. Devido ao aumento da temperatura na câmara de vapor, tais comportamentos já haviam sido observados anteriormente na literatura especializada (MARANGONI *et al.*, 2019a, 2019b), ressaltando que nos estudos citados o aumento de temperatura na câmara de vapor é conseguido com o aumento da potência fornecida.

Figura 4-21 – Respostas das temperaturas da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Unitubular) em relação a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



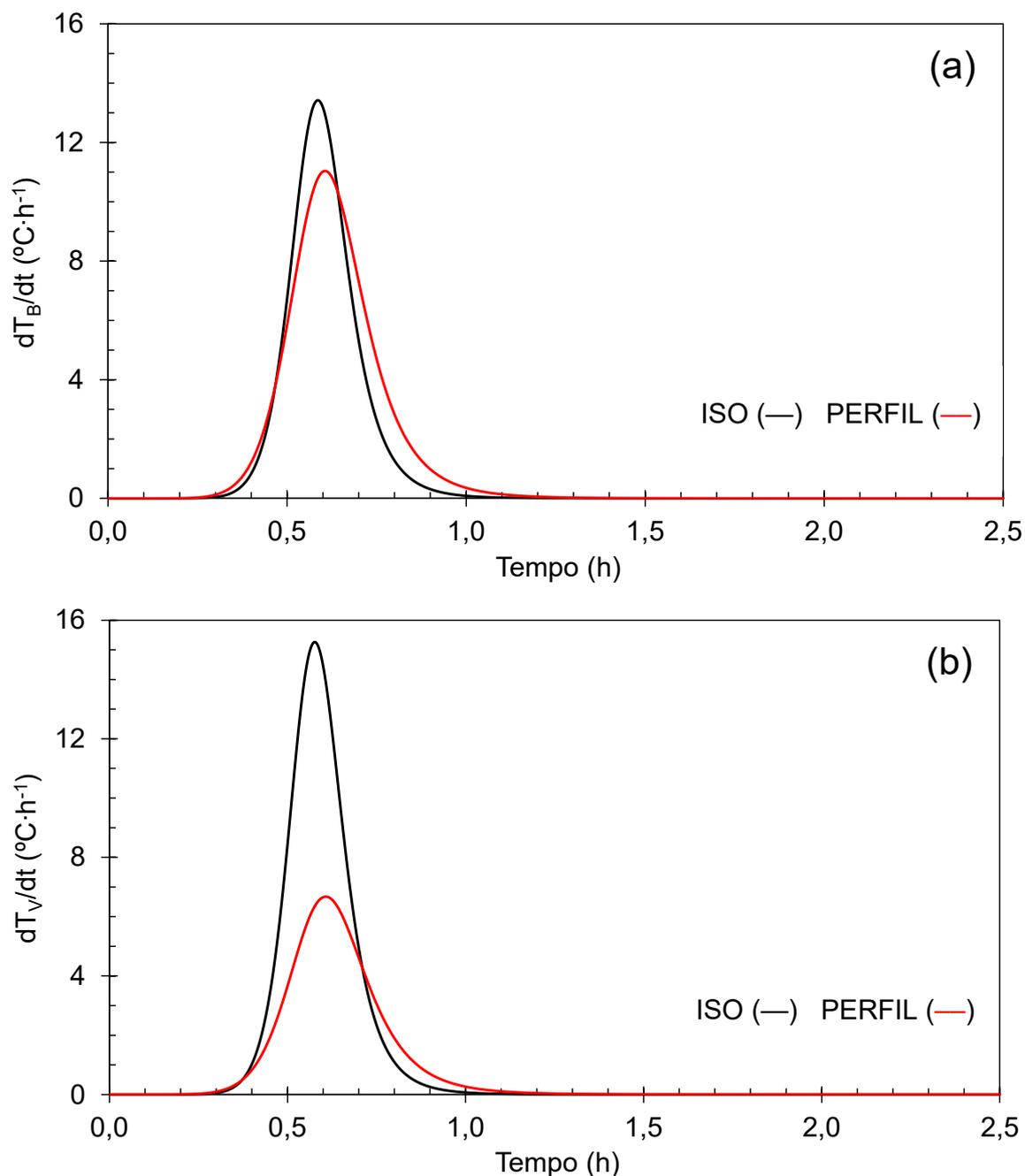
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Visualiza-se, na Figura 4-21, que o acréscimo para a temperatura da base foi praticamente similar (entre 2,77 e 2,96 °C), em ambas as configurações de aquecimento. Contudo, ressalta-se que existe uma diferença na magnitude provocada pela perturbação na temperatura do vapor rico em etanol. Enquanto na configuração de aquecimento isotérmico a perturbação provocou um acréscimo de 3,02 °C, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura foram acrescidos 1,86 °C. Ressalta-se também que o sistema respondeu imediatamente após a aplicação da perturbação, considerando a configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-21 (a)). Contudo, considerando-se a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Figura 4-21 (b)), obteve-se um atraso de tempo nas respostas observadas em torno de 1,5 min.

As derivadas das temperaturas da base e do vapor rico em etanol em relação ao tempo são apresentadas na Figura 4-22. Visualiza-se que na configuração de aquecimento isotérmico, o novo regime estacionário para as temperaturas da base e do vapor rico em etanol foi alcançado em 0,50 horas (após a perturbação). Já em relação a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, o tempo necessário para estabilização das temperaturas da base e do vapor rico em etanol foi estendido para até 0,60 h (após a perturbação). Ou seja, constatou-se, mais uma vez, a configuração de aquecimento isotérmico propiciou dinâmicas mais rápidas.

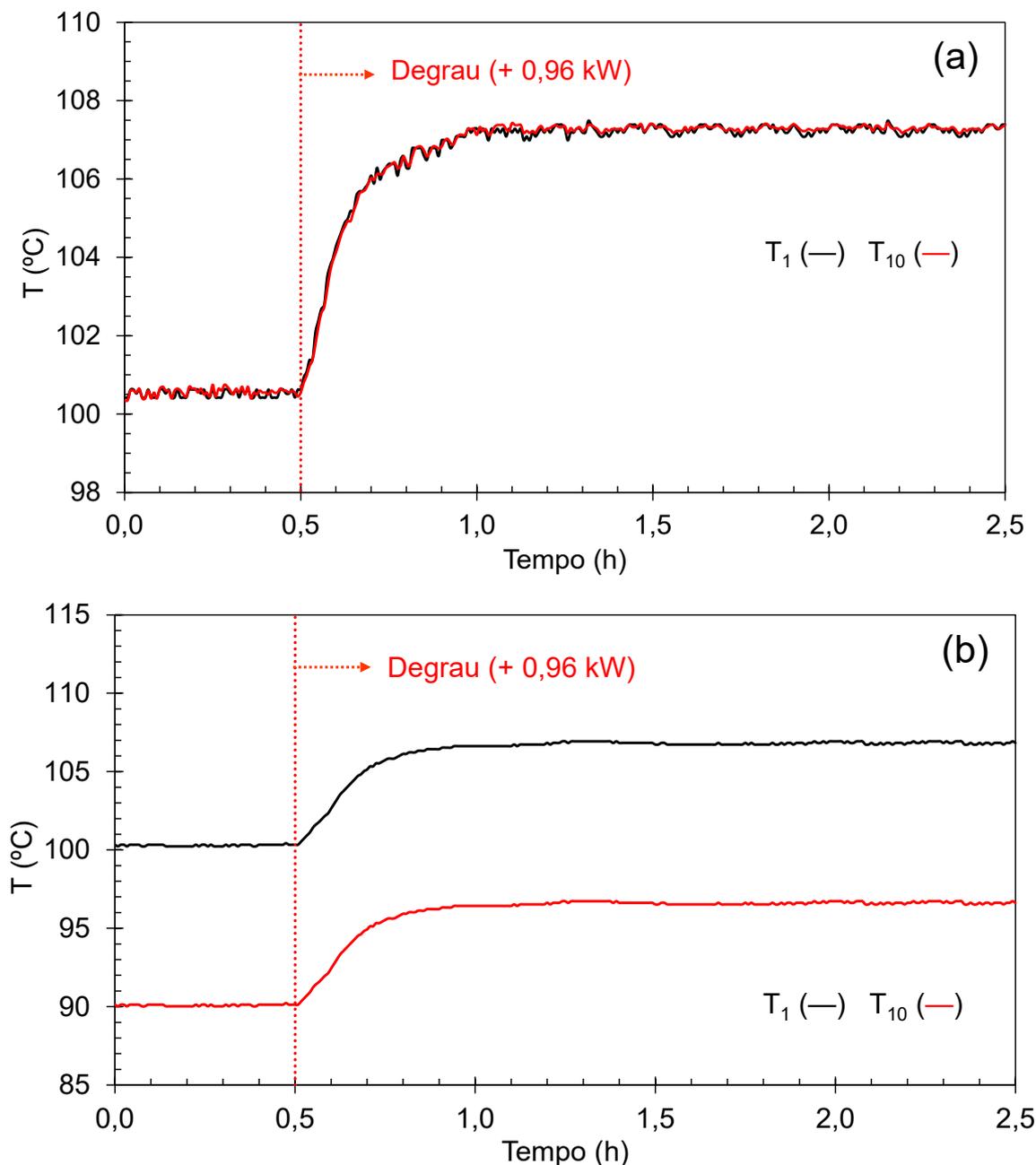
Seguem ilustradas, na Figura 4-23, as respostas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador, contrastando-se as duas configurações de aquecimento. Para um degrau positivo de aproximadamente 10,00% (ou 0,96 kW) potência fornecida para o evaporador, observou-se um acréscimo na temperatura média da câmara de vapor mudou e aumentou cerca de 6,72 °C, considerando-se a configuração de aquecimento isotérmico. Já em relação a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, o acréscimo nas temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor foi cerca de 6,50 °C. Confirma-se, na Figura 4-23 (a), a premissa que toda a câmara de vapor operou de forma isotérmica, uma vez que a variação da temperatura entre as extremidades inferiores e superiores da câmara de vapor foi inferior a 0,3 °C. Por outro lado, comprova-se na Figura 4-23 (b), a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura de cerca de 10 °C. Em ambas as configurações de aquecimento, ressalta-se que o sistema respondeu de imediato à aplicação da perturbação.

Figura 4-22 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Unitubular) em relação ao tempo para a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

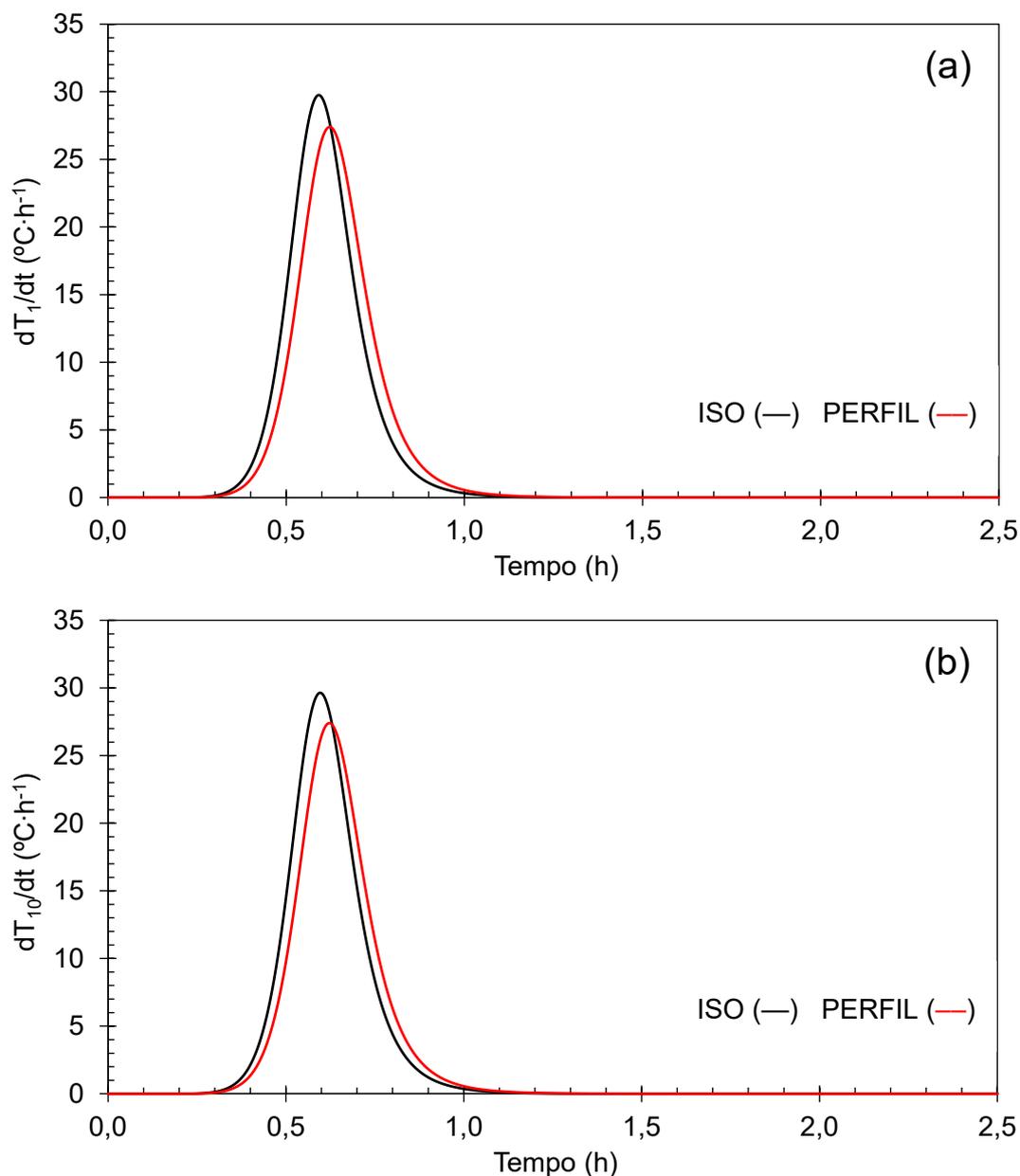
Figura 4-23 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Seguem ilustradas, na Figura 4-24, as derivadas de primeira ordem das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em relação ao tempo frente à perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor, contrastando-se as duas configurações de aquecimento.

Figura 4-24 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação ao tempo frente à a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Considerando-se a configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-24 (a)), a partir de 0,50 h (após a perturbação) as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor se encontravam praticamente estabilizadas em relação ao tempo. Já em relação a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Figura 4-24 (b)), o tempo

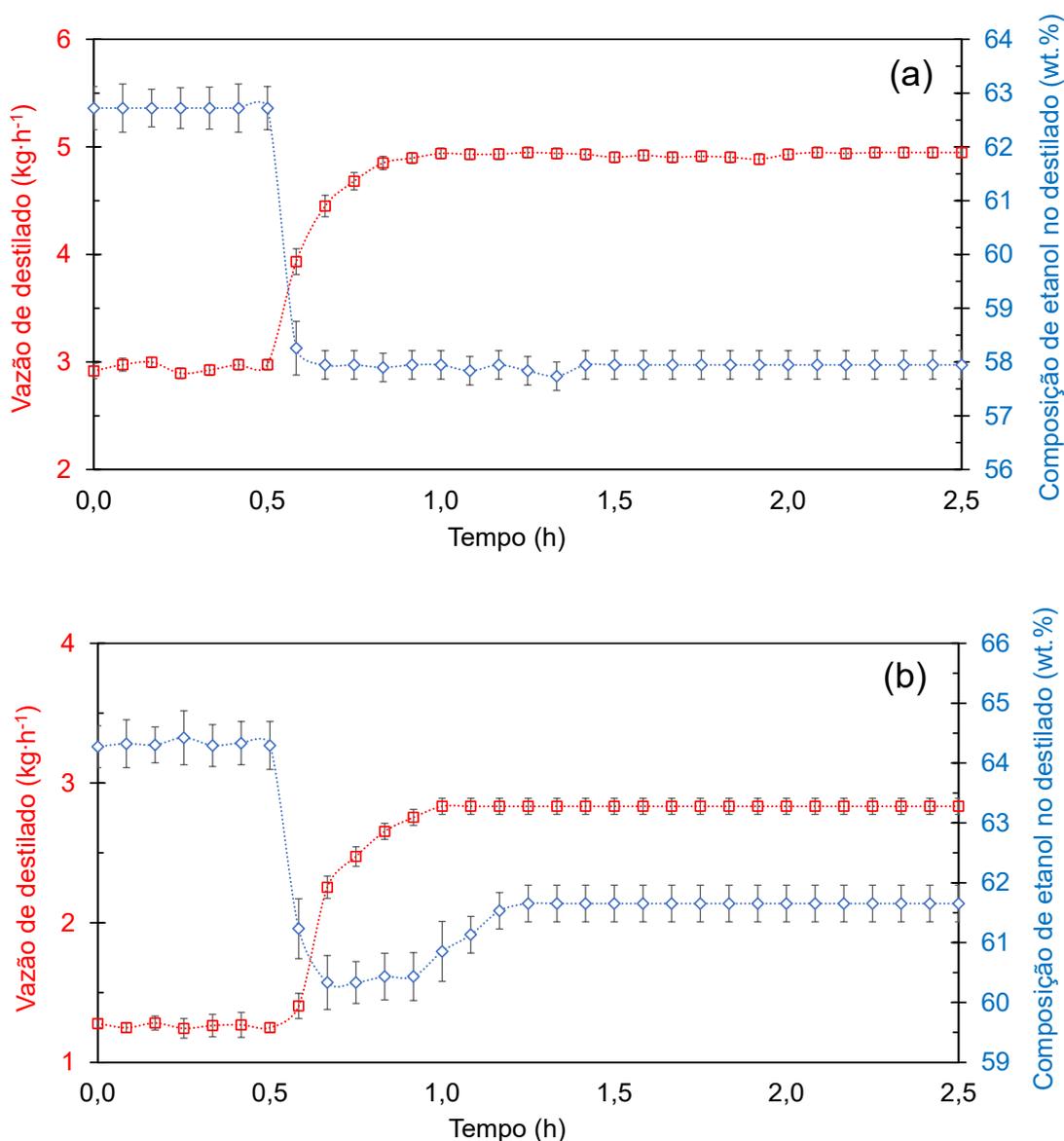
necessário para estabilização das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor foi estendido para até 0,60 h (após a perturbação). Sabe-se que, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, a presença dos gases não condensáveis (ar) próximos à película de condensação dentro da câmara de vapor induz uma maior resistência à transferência de calor (BATTISTI *et al.*, 2020b). Modificando assim, mais lentamente as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor.

Têm-se ilustradas, na Figura 4-25, as respostas das da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado em função do tempo frente à perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor, comparando-se as duas configurações de aquecimento. Observou-se que ambas as configurações de aquecimento, apresentaram comportamento semelhante, registrando um acréscimo para vazão de destilado e um decréscimo no valor da composição mássica de etanol na corrente de destilado, após a perturbação realizada. Tais efeitos foram semelhantes aos observados por Pires *et al.* (2020) e Da Silva Filho *et al.* (2018), os quais reportaram que, para qualquer uma das configurações de aquecimento, houve um acréscimo para vazão de destilado e um decréscimo no valor da composição mássica de etanol na corrente de destilado com o aumento da temperatura da câmara de vapor. De acordo com Marangoni *et al.* (2019b), a potência fornecida para o evaporador é positivamente correlacionada com a vazão de destilado, indicando que um aumento na potência fornecida resulta em aumento do fluxo de calor advindo da câmara de vapor na direção do tubo de destilação, o que acaba por favorecer o aumento da vazão de destilado. O decaimento na composição mássica de etanol no destilado obtida com o aumento da temperatura da câmara de vapor pode ser explicado pelo arraste do componente mais pesado (água) pela corrente de vapor ascendente. Este comportamento é comumente reportado em estudos anteriores do grupo de pesquisa Destubcal (PIRES, 2016; QUERINO, 2018; MARANGONI *et al.*, 2019a).

Considerando-se a configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-25 (a)), a partir de 0,40 h (após a perturbação) as respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado se encontravam praticamente estabilizadas em relação ao tempo. Visualiza-se, além disso, um aumento percentual em torno de 70% em relação ao valor de referência para vazão de destilado. O incremento obtido é ligeiramente superior ao encontrado por Battisti *et al.* (2021), em experimento conduzido com a Unidade Unitubular aplicada à separação da mistura etanol-água com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico, reportou um acréscimo de 63% para vazão de

destilado, ao aumentar-se a temperatura do evaporador em aproximadamente 4 °C (considerando condições de alimentação próximas ao utilizado neste trabalho).

Figura 4-25 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Unitubular) em relação a perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Avaliando-se a configuração com perfil axial de temperatura (Figura 4-25 (b)), os valores de vazão de destilado e um decréscimo no valor da composição mássica de etanol na

corrente de destilado permanecem constantes a partir de aproximadamente 0,75 h (após a perturbação). Neste caso, verifica-se um aumento percentual em torno de 125% em relação ao valor de referência para vazão de destilado.

Atentando-se para a configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-25 (a)), obteve-se, após a perturbação aplicada, um comportamento quase constante em relação a vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado. Tal comportamento evidencia que a unidade de destilação Unitubular respondeu à perturbação aplicada como um evaporador, e não como um destilador. Quanto à câmara de vapor operando com perfil axial de temperatura (Figura 4-25 (b)), devido à ocorrência de refluxo interno, têm-se uma ligeira tendência ao enriquecimento de etanol na corrente de destilado até o estabelecimento do novo regime estacionário. Observações encontradas na literatura, especificamente no estudo realizado por Parisotto (2013), sustentam as respostas transientes observadas neste estudo.

As tabelas a seguir resumizam os principais resultados em regime estacionário obtidos antes e após a aplicação da perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor, referentes a coluna de destilação Unitubular por filme descendente, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico (Tabela 4-10) e com perfil axial de temperatura (Tabela 4-11). Em ambas as configurações de aquecimento, têm-se uma ligeira tendência de aumento nas temperaturas da base e da corrente de destilado.

Tabela 4-10 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor sob a configuração de aquecimento isotérmico.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,41	12,41	33,15	33,15	78,62	78,84
	± 0,23	± 0,23	± 0,17	± 0,17	± 0,19	± 0,23
Base	7,50	4,46	30,20	28,22	90,44	93,21
	± 0,17	± 0,21	± 0,22	± 0,25	± 0,08	± 0,12
Destilado	62,72	57,92	2,95	4,93	25,67	26,17
	± 0,40	± 0,27	± 0,05	± 0,05	± 0,58	± 0,76

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Tabela 4-11 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,42	12,42	33,55	33,55	78,22	78,35
	± 0,08	± 0,08	± 0,28	± 0,28	± 0,19	± 0,22
Base	10,38	7,88	32,29	30,72	90,69	93,65
	± 0,10	± 0,20	± 0,26	± 0,29	± 0,10	± 0,15
Destilado	64,06	61,58	1,26	2,83	22,67	23,17
	± 0,37	± 0,32	± 0,05	± 0,06	± 0,58	± 0,76

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Conforme apresentado na Tabela 4-11, para a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, verifica-se um aumento percentual em torno de 2,25 vezes para vazão de destilado em relação ao regime estacionário inicial. Resultado semelhante foi encontrado por Marangoni *et al.* (2019b) ao estudar a separação da mistura etanol-água usando a Unidade Unitubular equipada com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico, ao aumentar-se a temperatura da câmara da vapor de 110,53 para 117,15 °C (com a temperatura da alimentação e a vazão de alimentação fixadas em 81 °C e 28 L·h<sup>-1</sup>, respectivamente), apontou-se um acréscimo de 2,2 vezes para vazão de destilado, ao aumentar-se a temperatura da câmara da vapor de 110,53 para 117,15 °C. Observou-se ainda na Tabela 4-11, um decréscimo de 2,74 wt.% (diferença) no valor da composição mássica de etanol na corrente de destilado em relação ao regime estacionário inicial. No estudo anteriormente mencionado, reportou-se também um decréscimo no valor da composição mássica de etanol na corrente de destilado com o aumento da temperatura da câmara de vapor, corroborando o resultado apresentado.

Quando comparada com câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, foram encontradas evidências que sugerem que a unidade de destilação Unitubular acoplada com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico propicia o estabelecimento de um novo regime estacionário mais rapidamente frente à uma perturbação na potência fornecida para a câmara de vapor.

### 4.2.3 Período transiente para perturbação na vazão de alimentação

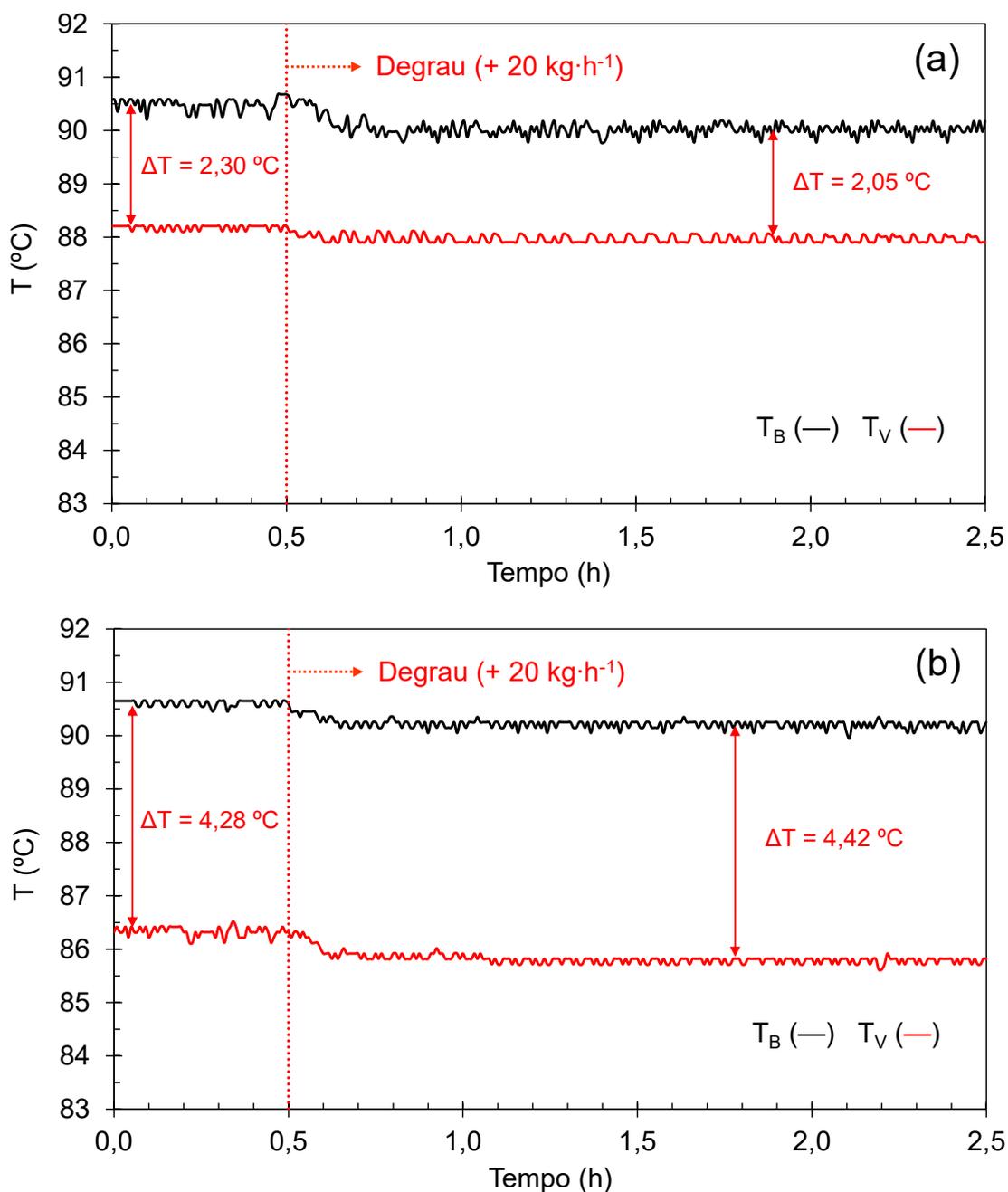
A perturbação realizada na vazão mássica de alimentação, deu-se como um degrau positivo de aproximadamente  $20,00 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , passando assim o valor da vazão mássica de alimentação de  $33,00$  para  $53,00 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , em ambas as configurações de aquecimento. Em relação ao efeito da perturbação na vazão de alimentação, têm-se ilustradas, na Figura 4-26, as respostas da temperatura da base e do vapor rico em etanol em função do tempo, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Verificou-se que, com a introdução do degrau positivo na vazão mássica de alimentação, as temperaturas da base e do vapor rico em etanol diminuíram em relação ao seu regime estacionário inicial. Em ambas as configurações de aquecimento, a ligeira tendência a um decréscimo de temperatura verificada para a temperatura da base foi praticamente similar (entre  $0,40$  e  $0,47 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Da mesma forma, referente à temperatura do vapor rico em etanol, observou-se uma ligeira tendência a um decréscimo de temperatura com valores próximos entre si (entre  $0,22$  e  $0,55 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Destaque-se, também, que a diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol (topo da unidade) não sofreu alterações relevantes após a perturbação. Vale destacar que a incerteza de medição associada a cada sensor de temperatura (termopar) instalado é de  $\pm 0,80 \text{ }^\circ\text{C}$ , conforme indicado por Battisti *et al.* (2020b).

Destaca-se que a vazão de alimentação está relacionada com o tempo de residência dentro da unidade de destilação e tem-se que quanto menor este é (em vazões maiores), transferência de calor da câmara de vapor para o tubo de destilação não é suficiente para manter as temperaturas da coluna de destilação, migrando para novos valores inferiores ao estado de referência (inicial) (MARANGONI *et al.*, 2019b; PIRES *et al.*, 2020). Esta observação explica a ligeira diminuição nas temperaturas da base, do vapor rico em etanol e da câmara de vapor após a introdução da perturbação na vazão de alimentação.

Representaram-se graficamente, na Figura 4-27, as derivadas da temperatura da base e do vapor rico em etanol em relação ao tempo frente à perturbação na vazão de alimentação, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Analisando-se a configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-27 (a)), percebe-se que a partir de aproximadamente  $0,30 \text{ h}$  (após a perturbação) não existem desvios elevados em relação ao novo regime estacionário para as temperaturas da base e do vapor rico em etanol. Já na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Figura 4-27 (b)), verifica-

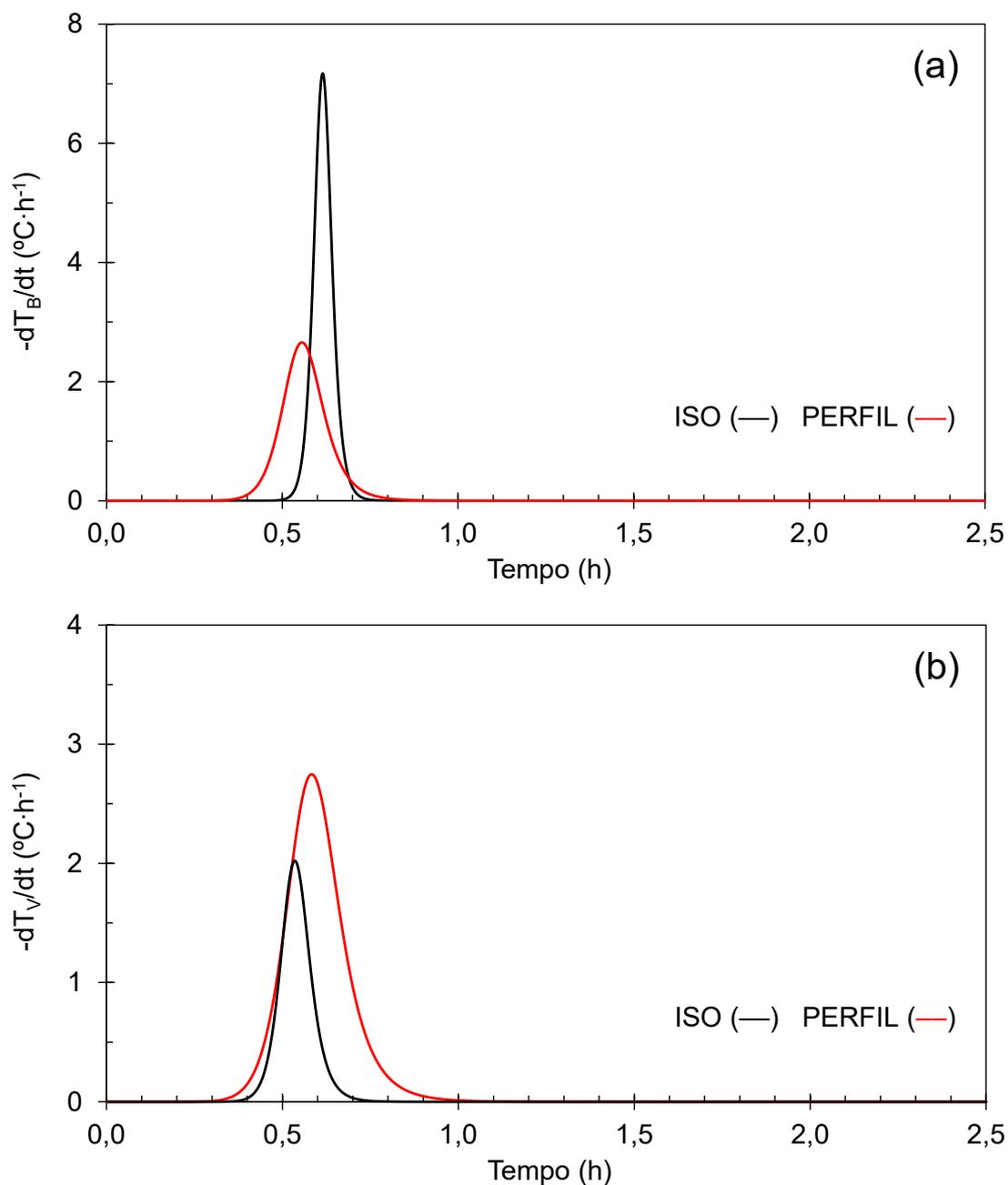
se que o estabelecimento do novo regime estacionário para as temperaturas da base e do vapor rico em etanol foi alcançado a partir de 0,50 h (após a perturbação).

Figura 4-26 – Respostas das temperaturas da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Unitubular) em relação a perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-27 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Unitubular) em relação ao tempo para a perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).

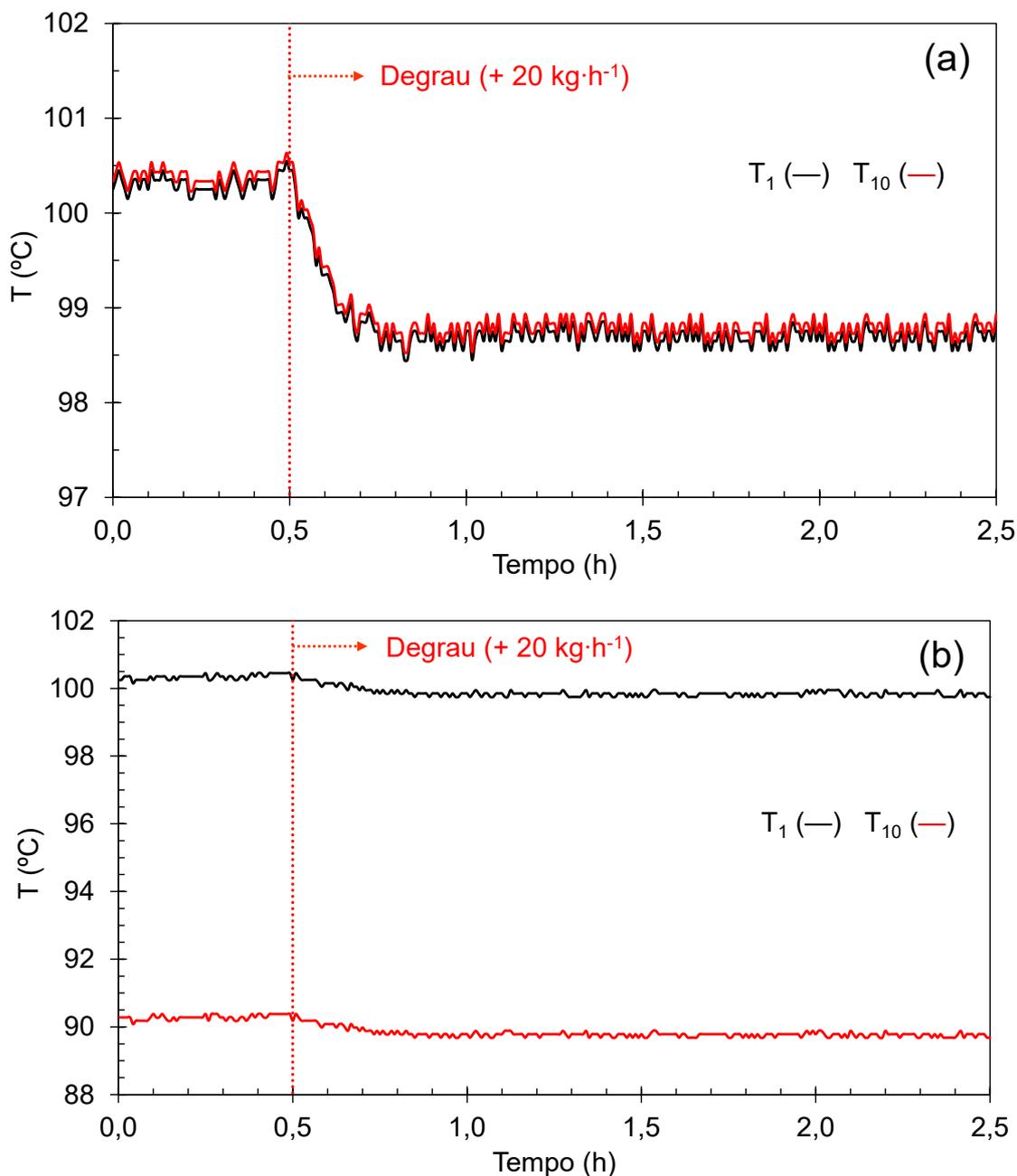


Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

As respostas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) frente à perturbação na vazão de alimentação, comparando-

se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, seguem ilustradas na Figura 4-28.

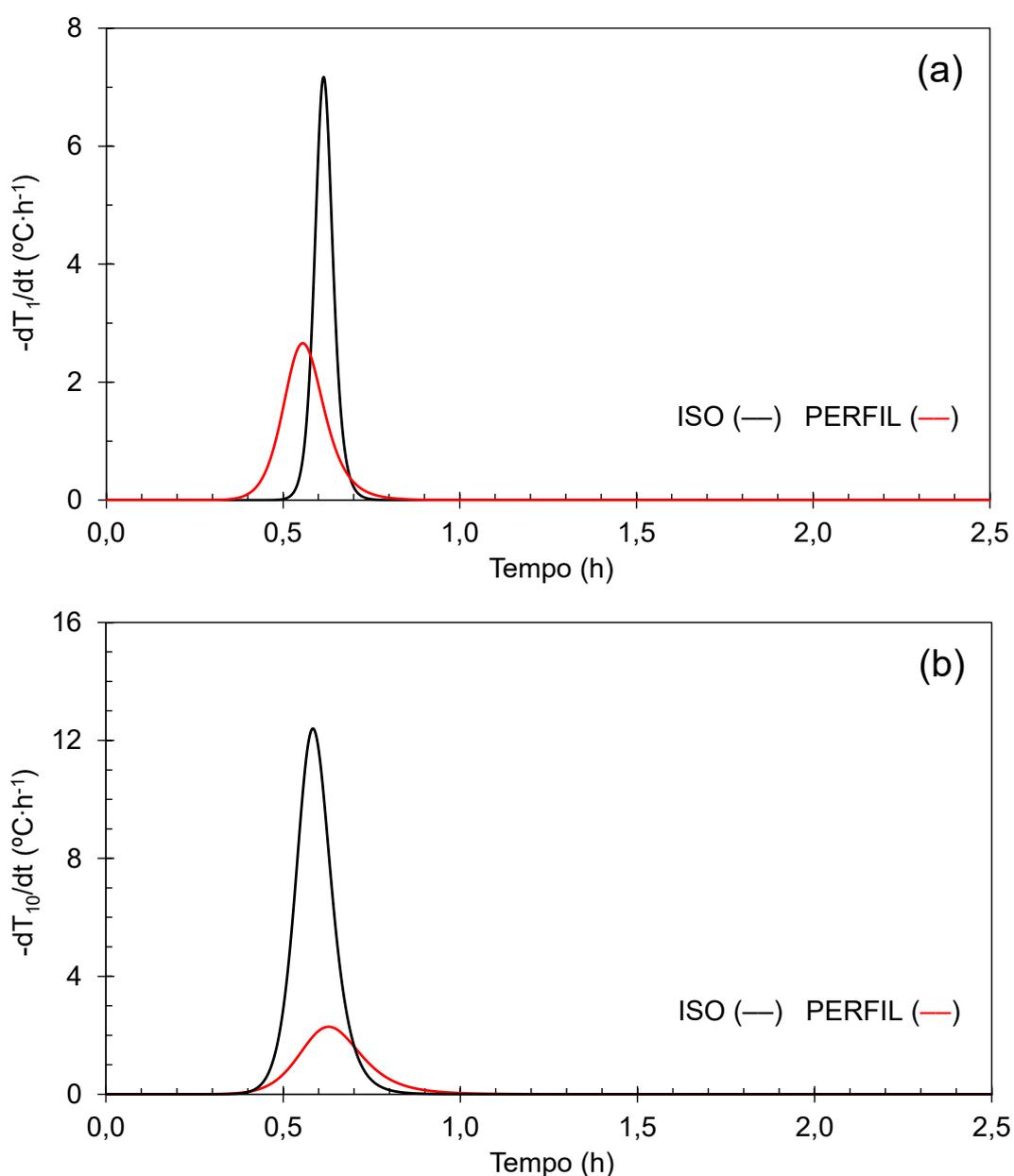
Figura 4-28 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Unitubular) frente à perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Em relação ao efeito da perturbação na vazão de alimentação, têm-se representadas, na Figura 4-29, as derivadas de primeira ordem das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente), confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura.

Figura 4-29 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação ao tempo frente à perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



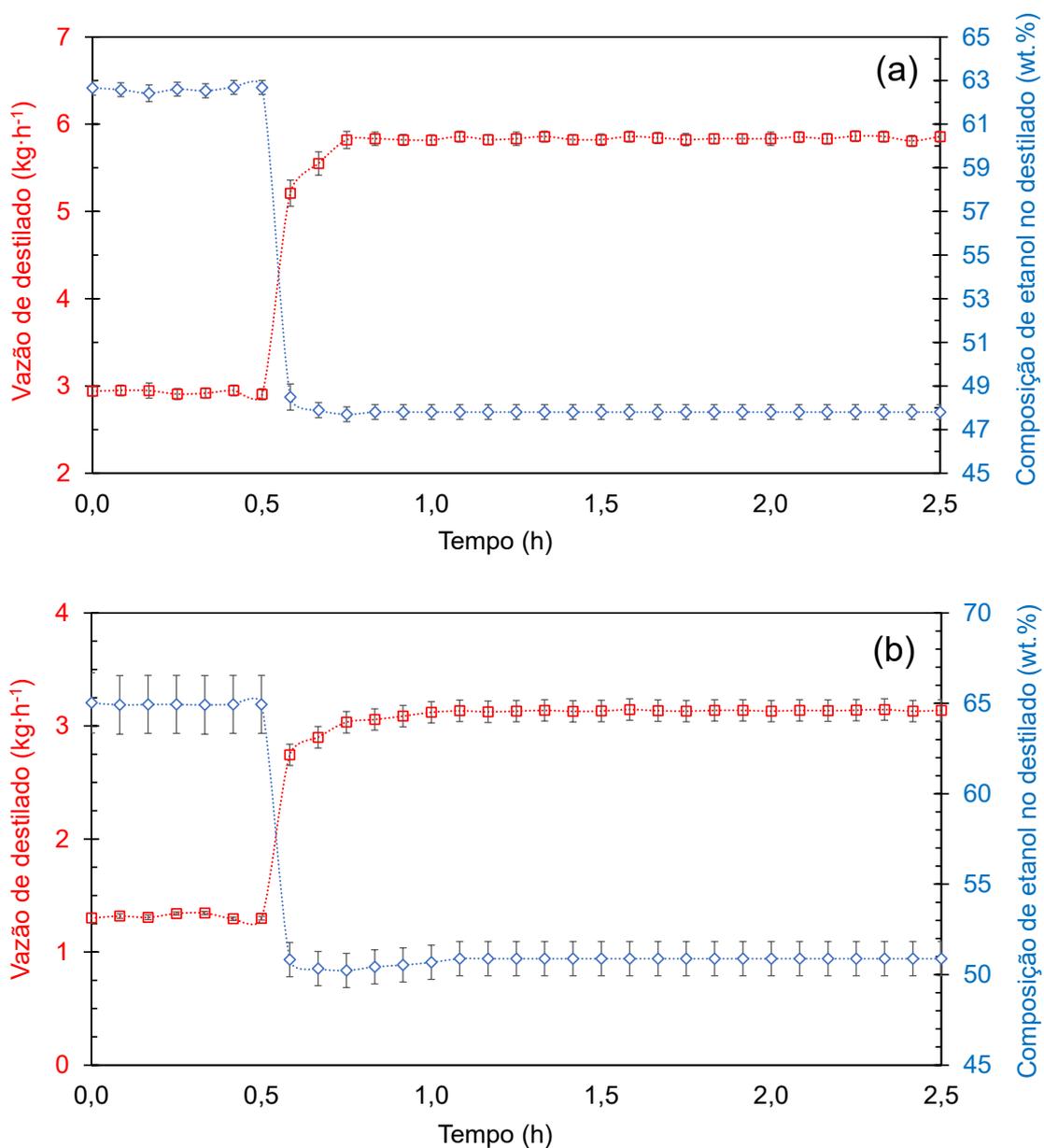
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Conforme ilustrado na Figura 4-28, para um degrau positivo de aproximadamente  $20,00 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$  na vazão mássica de alimentação, obteve-se como resultado um decaimento das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor, podendo-se notar que o decaimento mais relevante ocorreu com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico (cerca de  $1,61 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Já na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, o decaimento de temperatura foi em torno de  $0,52 \text{ }^\circ\text{C}$ . Percebe-se que, na configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-29 (a)), a partir de aproximadamente  $0,3 \text{ h}$  (após a perturbação) não existem desvios elevados em relação ao novo regime estacionário para as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor. Como pode ser observado na Figura 4-29 (b), o estabelecimento do novo do regime estacionário para a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura se deu a partir de  $0,45 \text{ h}$  (após a perturbação). Segundo Battisti *et al.* (2020b) a presença dos gases não condensáveis (ar) próximos à película de condensação dentro da câmara de vapor reduz a taxa de troca térmica. Sustenta-se, com isso, que com a câmara de vapor operando com perfil axial de temperatura, as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor sejam modificadas mais lentamente.

Outra característica interessante é que as respostas obtidas após a perturbação na vazão de alimentação ocorreram quase que instantaneamente, como resultado das características particulares das unidades de destilação Destubcal, principalmente o baixo tempo de residência e o fornecimento de calor que é disponibilizado ao longo de toda área do tubo de destilação.

Em relação aos efeitos da perturbação na vazão de alimentação, têm-se representadas, na Figura 4-30, as respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado em função do tempo, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. De modo geral, percebeu-se que a perturbação positiva na vazão de alimentação favoreceu a produção de destilado, enquanto desfavoreceu ligeiramente a qualidade do destilado. O efeito positivo do aumento na vazão de alimentação sobre a produção de destilado foi mencionado anteriormente por Marangoni *et al.* (2019a). Soma-se a isso, o estudo realizado por, em que pode ser visto o efeito negativo do aumento na vazão de alimentação sobre a qualidade do destilado. Em ambos os estudos mencionados, utilizou-se a unidade de destilação Unitubular aplicada à separação da mistura etanol-água, corroborando assim os efeitos observados neste estudo.

Figura 4-30 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Unitubular) frente à perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

De acordo com a Figura 4-30 (a), a coluna de destilação Unitubular equipada com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico respondeu, de forma aproximadamente linear (com ligeiros desvios ao novo regime estacionário), à perturbação realizada, sendo visualizada a estabilização das respostas da vazão mássica de destilado e

composição mássica de etanol na corrente de destilado a partir de 0,35 h (após a perturbação). Por outro lado, como pode ser visualizado na Figura 4-30 (b), constatou-se a coluna de destilação Unitubular equipada com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura respondeu, com uma ligeira tendência ao enriquecimento de etanol na corrente de destilado até o estabelecimento do novo regime estacionário, podendo ser explicado pelo processo de refluxo interno, comportamento corroborado por Parisotto (2013). Dessa forma, foi necessário um maior intervalo de tempo para estabilização das respostas obtidas (cerca de 0,60 h, após a perturbação).

As tabelas abaixo apresentam os principais resultados em regime estacionário obtidos antes e após a aplicação da perturbação na vazão de alimentação, referentes a coluna de destilação Unitubular por filme descendente, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico (Tabela 4-10) e com perfil axial de temperatura (Tabela 4-11). Os resultados em regime estacionário obtidos após a aplicação da perturbação são valores médios, isto é, calculados como a média aritmética com desvio padrão dos valores dentro do intervalo de tempo de  $t = 1,00$  h até  $t = 2,50$  h. Com a diminuição da transferência de calor da câmara de vapor para o tubo de destilação, explica-se o efeito negativo do aumento da vazão de alimentação sobre a qualidade do destilado (especificamente a composição mássica de etanol na corrente de destilado). Conforme mostra a Tabela 4-10, considerando-se a configuração de aquecimento isotérmico, o valor da vazão mássica de destilado para o novo regime estacionário foi quase duas vezes maior que o valor da condição de referência; quanto à composição mássica de etanol na corrente de destilado, observou-se um decréscimo de 14,78 wt.% (diferença) em relação à condição de referência. Tais resultados são corroborados pelo estudo realizado por Battisti *et al.* (2021), em que a Unidade Unitubular foi aplicada à separação da mistura etanol-água com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico. Os autores reportaram um acréscimo de aproximadamente 83% para vazão de destilado e um decréscimo de 14,6 wt.% (diferença) no valor da composição mássica de etanol na corrente de destilado, ao aumentar-se a vazão de alimentação de 14 para 32 L·h<sup>-1</sup> (com as temperaturas da alimentação e da câmara de vapor fixadas em 80 °C e 100 °C, respectivamente). Quanto à configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Tabela 4-11), observou-se um acréscimo de aproximadamente 140% para vazão de destilado e um decréscimo em torno de 14 wt.% (diferença) no valor da composição mássica de etanol na corrente de destilado. Similarmente, Marangoni *et al.* (2019b) também encontrou um efeito positivo do aumento na vazão de alimentação sobre a produção de destilado.

Tabela 4-12 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na vazão de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,55	12,55	33,56	53,43	78,32	76,67
	± 0,18	± 0,18	± 0,30	± 0,25	± 0,18	± 0,16
Base	7,76	8,22	30,63	47,59	90,61	90,20
	± 0,30	± 0,21	± 0,34	± 0,19	± 0,13	± 0,13
Destilado	62,60	47,81	2,93	5,84	26,00	26,67
	± 0,33	± 0,35	± 0,06	± 0,06	± 1,00	± 0,58

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Tabela 4-13 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na vazão de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,75	12,75	33,22	53,35	78,31	76,70
	± 0,16	± 0,16	± 0,20	± 0,17	± 0,18	± 0,16
Base	10,60	10,37	31,90	50,21	90,48	90,01
	± 0,13	± 0,18	± 0,20	± 0,26	± 0,07	± 0,08
Destilado	64,95	50,87	1,31	3,13	25,83	26,50
	± 1,62	± 0,95	± 0,02	± 0,09	± 0,76	± 0,50

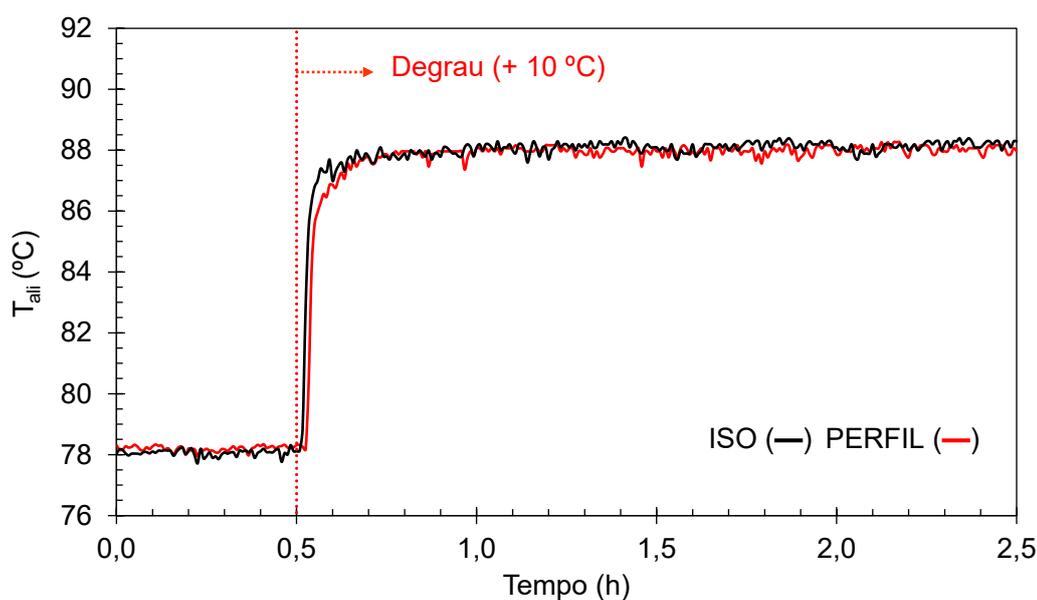
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Por fim, infere-se que a coluna de destilação Unitubular equipada com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico respondeu, com respostas transientes mais rápidas (do que as respostas obtidas com configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura), à perturbação positiva aplicada na vazão de alimentação.

#### 4.2.4 Período transiente para perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação

A perturbação realizada na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação foi um degrau positivo de aproximadamente 10,00 °C, ou seja, a temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação aumentou de aproximadamente 82 °C (condição de referência) para em torno de 92 °C, em ambas as configurações de aquecimento. De acordo com o descrito na seção 3.2, a temperatura da corrente de alimentação é controlada manipulando-se a temperatura do fluido de pré-aquecimento. Contudo, a temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação apresenta um ligeiro desvio em relação a temperatura da corrente de alimentação, haja vista que a perturbação foi realizada aquecendo-se o fluido de aquecimento no interior do banho termostático e, em seguida, o fluido aquecido circula internamente a um trocador de calor de placas que troca calor com a corrente de alimentação, aquecendo a mesma até o valor desejado. Em ambas as configurações de aquecimento, o comportamento da temperatura de alimentação em relação ao tempo frente à perturbação realizada foi praticamente igual, conforme ilustrado na Figura 4-31.

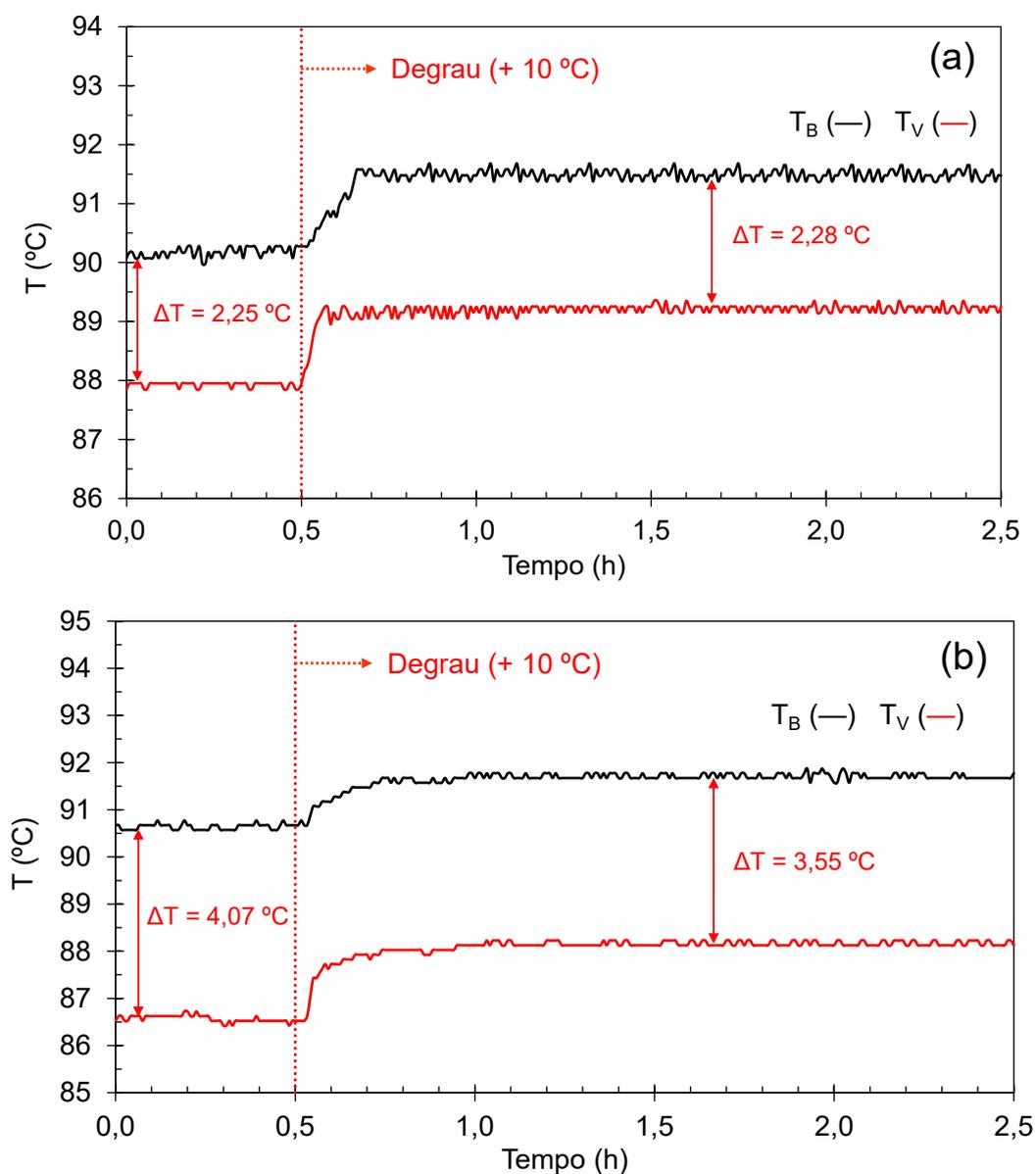
Figura 4-31 – Comportamento da temperatura de alimentação (unidade Unitubular) em função do tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

As respostas da temperatura da base e do vapor rico em etanol em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação referentes à coluna de destilação Unitubular por filme descendente, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, encontram-se representadas graficamente na Figura 4-32.

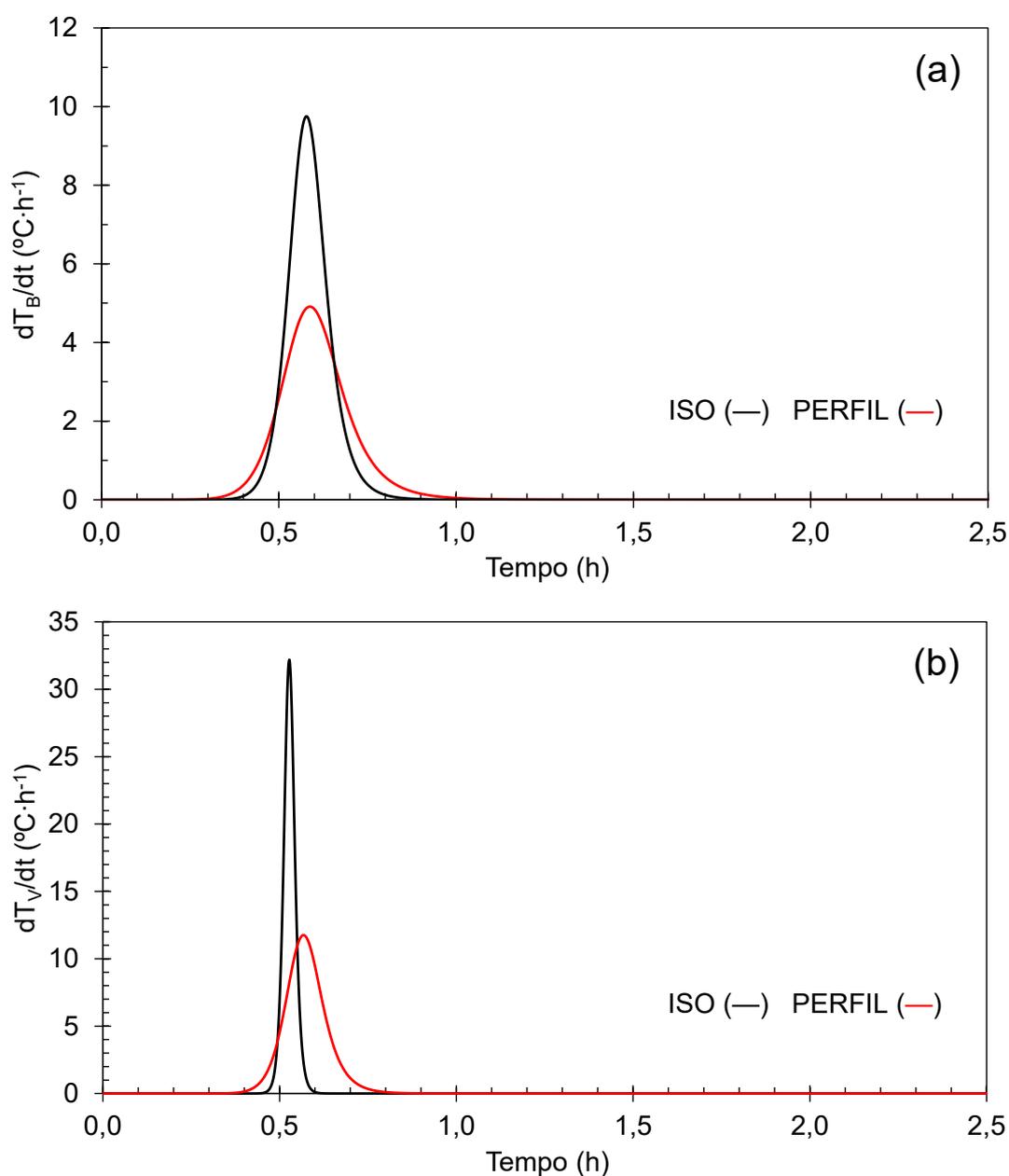
Figura 4-32 – Respostas das temperaturas da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Unitubular) em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Têm-se ilustradas, na Figura 4-33, as derivadas de primeira ordem das temperaturas da base e do vapor rico em etanol em relação ao tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura.

Figura 4-33 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Unitubular) em relação ao tempo para a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

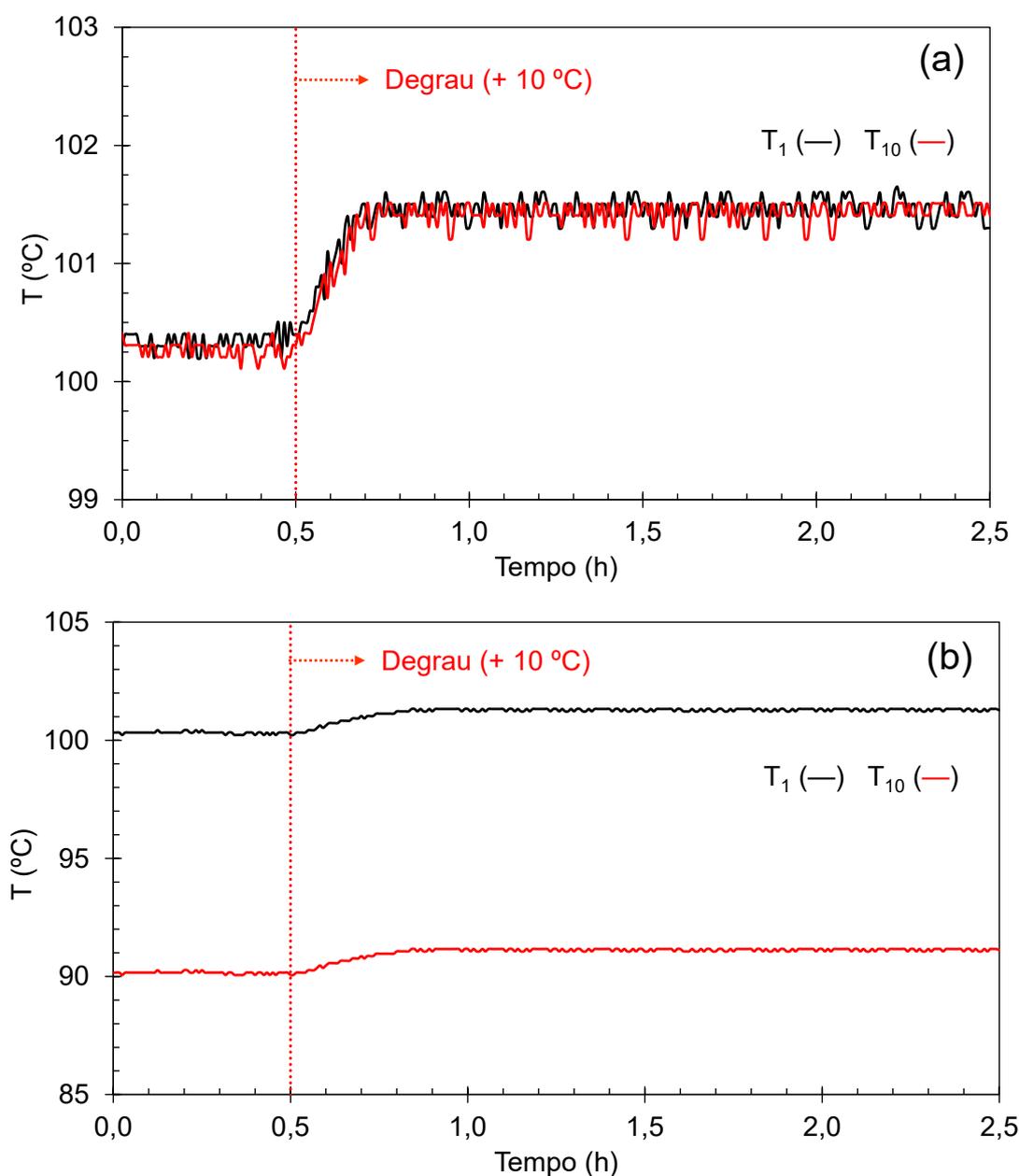
De acordo com a Figura 4-32, a unidade Unitubular respondeu à aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação com um ligeiro aumento nas temperaturas da base e do vapor rico em etanol. O ganho de temperatura obtido para a temperatura do vapor rico em etanol (entre 1,3 e 1,6 °C) foi ligeiramente maior que o obtido para a temperatura da base (entre 1,1 e 1,3 °C). Portanto, infere-se que a perturbação aplicada teve maior influência sobre a temperatura do vapor rico em etanol em relação a temperatura da base. Tal comportamento é corroborado por estudos anteriores (BATTISTI *et al.*, 2020b; PIRES *et al.*, 2020), que fornecem indícios da existência de uma interação relevante entre variáveis da alimentação (incluindo a temperatura) e a temperatura do vapor rico em etanol (topo da unidade), por se situarem fisicamente próximos na parte superior da coluna de destilação por filme descente. Observa-se também, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Figura 4-32 (b)), a existência de um atraso de tempo nas respostas de aproximadamente 2 min.

Observa-se, na Figura 4-33, que houve diferença também no intervalo de tempo para a completa estabilização das temperaturas da base e do vapor rico em etanol, em que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura demandou aproximadamente 0,50 h (após a perturbação), enquanto para a configuração de aquecimento isotérmico foi necessário um menor intervalo de tempo (cerca de 0,35 h, após a perturbação). Observou-se, também, que as respostas obtidas para a temperatura do vapor rico em etanol se estabilizaram mais rapidamente que as obtidas para a temperatura da base.

Representaram-se graficamente, na Figura 4-34, as respostas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Quando se aplicou um degrau positivo de aproximadamente 10 °C na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, obteve-se como resultado um acréscimo nas temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor, o que pode ser visto na Figura 4-34. Assim, confirma-se que existe um grau de acoplamento no que diz respeito à temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação e a temperatura da câmara de vapor, apresentando uma interação positiva. Nota-se que o acréscimo mais relevante ocorreu com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico (cerca de 1,15 °C), enquanto com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura foi em torno de 0,97 °C. Verifica-se também, na configuração de aquecimento com perfil axial

de temperatura (Figura 4-34 (b)), a existência de um atraso de tempo nas respostas obtidas de aproximadamente 2,5 min.

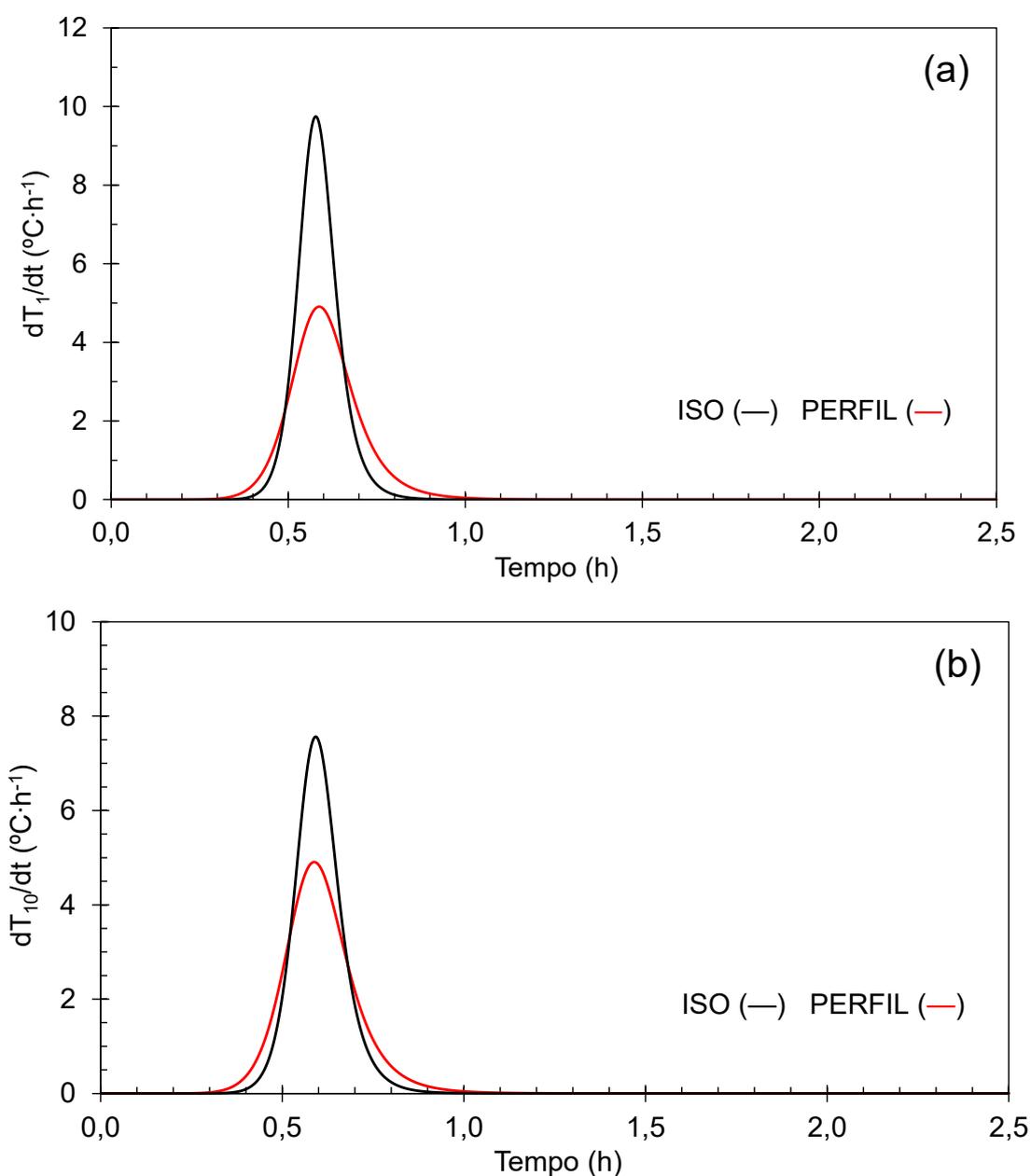
Figura 4-34 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Unitubular) frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Seguem ilustradas, na Figura 4-35, as derivadas de primeira ordem das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em relação ao tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, contrastando-se as duas configurações de aquecimento.

Figura 4-35 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Unitubular) em relação ao tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

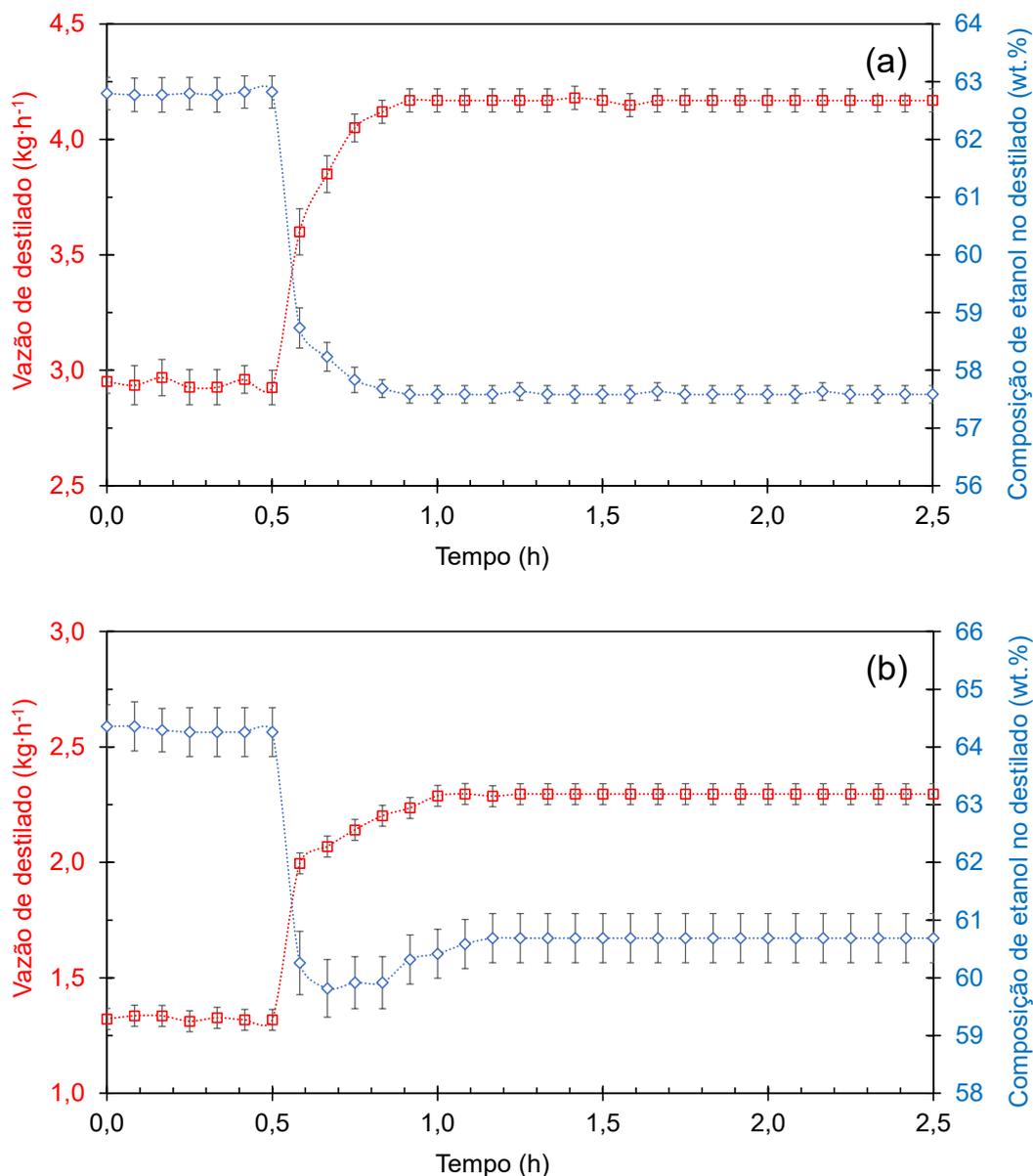
Tomando como exemplo a configuração de aquecimento isotérmico, notou-se ainda, um decréscimo considerável na diferença de temperatura entre a corrente de alimentação e a câmara de vapor a partir de 22,1 °C para 13,3 °C; porém, a diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol (topo da unidade) não sofreu alterações relevantes após a aplicação da perturbação. Tal fato sugere que a diferença de temperatura dentro do tubo destilação é considerada predominantemente formada pelo fluxo de calor a partir da câmara de vapor. Em um recente estudo, Marangoni *et al.* (2019a) também encontra achados similares. No estudo citado, avaliando-se a unidade Unitubular aplicada à separação da mistura etanol-água sob a configuração de aquecimento isotérmico, com o aumento da temperatura da alimentação de 82,0 °C para 91,6 °C (com a vazão de alimentação e temperatura da câmara de vapor fixadas em 27 L·h<sup>-1</sup> e 96 °C, respectivamente), observou-se um decréscimo na diferença de temperatura entre a corrente de alimentação e a câmara de vapor partir de 14 °C para 3,71 °C, e sem alterações evidentes na diferença de temperatura dentro do tubo destilação ( $T_B - T_V$ ); corroborando o comportamento mencionado anteriormente.

Observa-se, na Figura 4-35, que houve diferença também no intervalo de tempo para a completa estabilização das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor, em que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura demandou aproximadamente 0,50 h (após a perturbação), enquanto para a configuração de aquecimento isotérmico foi necessário um menor intervalo de tempo (cerca de 0,35 h, após a perturbação). Confirma-se, mais uma vez, que a configuração de aquecimento isotérmico permitiu atingir um novo regime estacionário mais rapidamente.

Seguem representadas, na Figura 4-36, as respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado em função do tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. De modo geral, a unidade Unitubular respondeu à aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação com o aumento na vazão mássica de destilado, bem como a redução da composição mássica de etanol na corrente de destilado. O favorecimento da produção de destilado com aumento da temperatura da corrente de alimentação foi mencionado anteriormente por Marangoni *et al.* (2019a) e Battisti *et al.* (2021). Soma-se a isso, os estudos realizados por Da Silva Filho (2018) e Battisti *et al.* (2021), em que foi observado o efeito negativo do aumento da temperatura da corrente de alimentação sobre a qualidade do

destilado. Nos estudos citados, empregou-se a unidade de destilação Unitubular aplicada à separação da mistura etanol-água, corroborando assim os efeitos observados neste estudo.

Figura 4-36 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Unitubular) frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Conforme mostra a Figura 4-36 (a), considerando-se a configuração de aquecimento isotérmico, a partir de 0,45 h (após a perturbação) as respostas da vazão mássica de destilado e

composição mássica de etanol na corrente de destilado mantiveram-se estabilizadas em relação ao novo regime estacionário. Referente à configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura foi necessário um maior intervalo de tempo (cerca de 0,70 h, após a perturbação) para a completa estabilização das respostas analisadas, o que pode ser visto na Figura 4-36 (b). Nesta, percebe-se claramente, que há uma ligeira variação nas respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado, resultante do processo de refluxo interno.

Os principais resultados em regime estacionário obtidos antes e após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, referentes a coluna de destilação Unitubular por filme descendente, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, são apresentados na Tabela 4-14 e na Tabela 4-15, respectivamente. Considerando o intervalo de tempo de  $t = 1,20$  h até  $t = 2,50$  h, onde estabeleceu-se o novo regime estacionário após a aplicação da perturbação, os resultados reportados são valores médios com desvio padrão. A Tabela 4-14 mostram que, com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico, obteve-se após a aplicação da perturbação, em média, uma composição mássica de etanol no destilado de  $57,59 \pm 0,15$  wt.%, o que significa um decréscimo de 5,20 wt.% (diferença) em relação ao regime estacionário de referência. Resultado semelhante foi obtido no estudo realizado por Da Silva Filho (2018).

Tabela 4-14 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,60	12,60	33,10	33,10	78,06	88,12
	$\pm 0,10$	$\pm 0,10$	$\pm 0,15$	$\pm 0,15$	$\pm 0,13$	$\pm 0,15$
Base	7,70	6,12	30,16	28,93	90,18	91,49
	$\pm 0,10$	$\pm 0,12$	$\pm 0,20$	$\pm 0,18$	$\pm 0,08$	$\pm 0,11$
Destilado	62,79	57,59	2,94	4,17	20,50	22,30
	$\pm 0,29$	$\pm 0,15$	$\pm 0,07$	$\pm 0,05$	$\pm 0,50$	$\pm 0,55$

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Tabela 4-15 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Unitubular) antes e após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,61	12,61	32,95	32,95	78,20	88,00
	± 0,03	± 0,03	± 0,18	± 0,18	± 0,21	± 0,25
Base	10,45	9,02	31,63	30,66	90,64	91,71
	± 0,06	± 0,09	± 0,14	± 0,17	± 0,08	± 0,10
Destilado	64,29	60,67	1,32	2,29	24,17	25,00
	± 0,41	± 0,43	± 0,05	± 0,08	± 0,29	± 0,50

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Observa-se, na Tabela 4-15, referente a configuração de aquecimento com perfil axial, que o valor médio de composição de etanol no destilado obtido após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, foi de  $60,67 \pm 0,43$  wt.%, o que significa um decréscimo de 3,62 wt.% (diferença) em relação ao regime estacionário de referência. Após a aplicação da perturbação, ambas as configurações de aquecimento apresentaram um aumento da vazão mássica de destilado, tendo sido este mais acentuado na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (cerca de 73%) e menos acentuado na configuração de aquecimento isotérmico (cerca de 42%). Resultado semelhante foi obtido no estudo realizado por Marangoni *et al.* (2019a), em que a unidade Unitubular foi aplicada à separação da mistura etanol-água sob a configuração de aquecimento isotérmico. No estudo citado, variando-se a temperatura da alimentação de 81 °C para 91 °C, reportou-se um aumento na vazão mássica de destilado de até 37%.

A unidade de destilação Unitubular equipada com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico é a que apresenta dinâmica mais rápida, o que pode ser explicado fundamentalmente pela coexistência de dois fatores: em primeiro lugar, uma coluna destilação de filme descendente com aquecimento isotérmico, devido à ausência de refluxo interno, se aproxima de um evaporador de filme descendente; em segundo lugar, uma coluna destilação de filme descendente com aquecimento isotérmico, devido à ausência de gases não-condensáveis, apresenta a maior taxa de troca térmica.

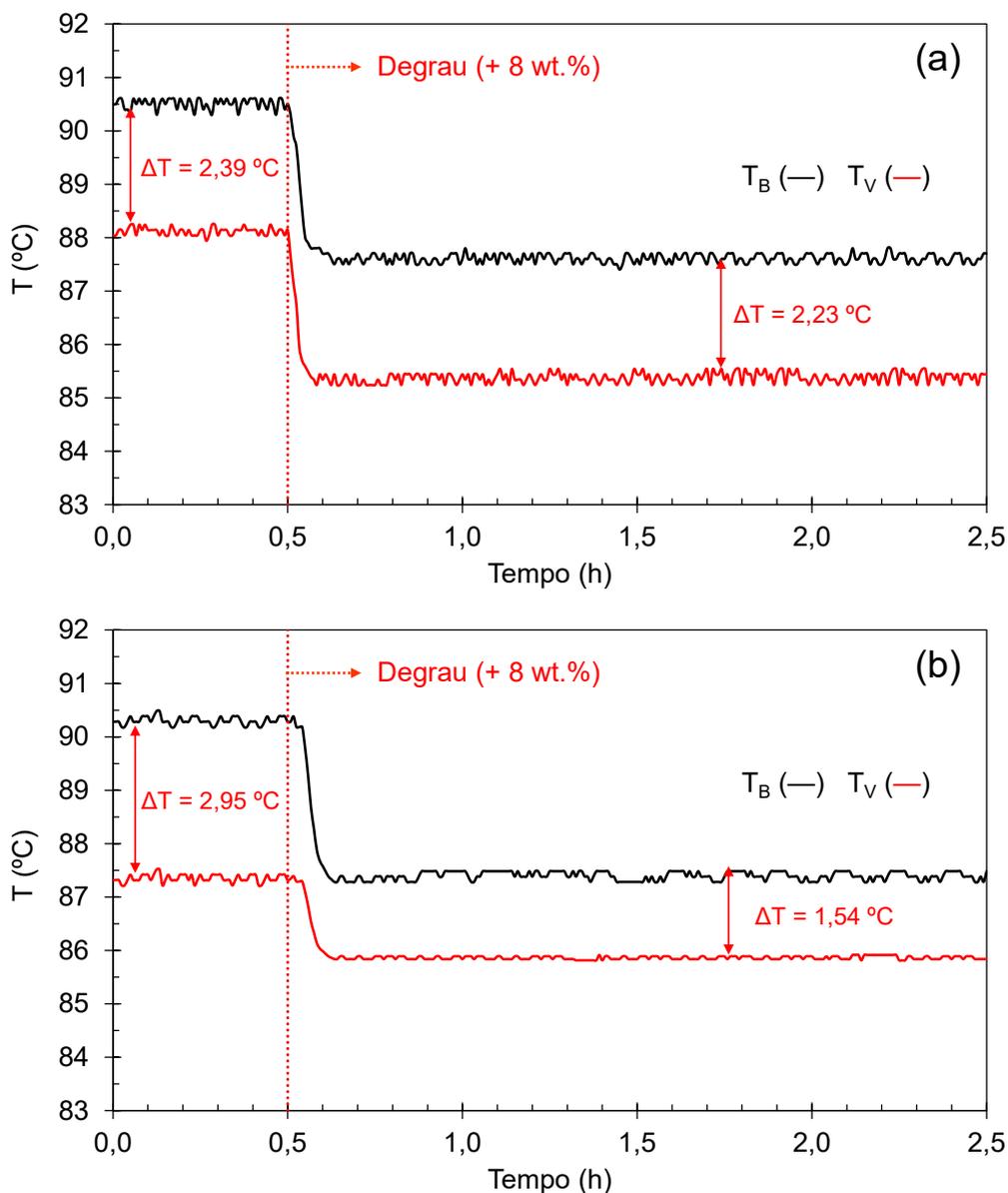
## 4.3 AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DAS PERTURBAÇÕES APLICADAS NA UNIDADE DE DESTILAÇÃO MULTITUBULAR

### 4.3.1 Período transiente para perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação

Vale mencionar que, da mesma forma que na unidade de destilação Unitubular, aplicou-se um degrau positivo de aproximadamente 8,00 wt.% na composição de etanol na corrente de alimentação, isto é, a composição mássica de etanol na corrente de alimentação aumentou de aproximadamente 12 wt.% (condição de referência) para em torno de 20 wt.%, em ambas as configurações de aquecimento, por meio da introdução de etanol hidratado (92,00 wt.% de pureza) aquecido no tanque pulmão.

As respostas das temperaturas da base e do vapor rico em etanol em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação referentes a coluna de destilação Multitubular por filme descendente, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, encontram-se representadas graficamente na Figura 4-37. Nesta observa-se que, com a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, para qualquer uma das configurações de aquecimento, houve uma diminuição nas temperaturas da base e do vapor rico em etanol. Independentemente da configuração de aquecimento, o decréscimo verificado para a temperatura da base foi praticamente o mesmo (cerca de 2,90 °C). Destaca-se ainda, que houve uma diferença no decréscimo provocado pela perturbação sobre a temperatura do vapor rico em etanol. Enquanto na configuração de aquecimento isotérmico provocou um decréscimo de 2,73 °C, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura provocou um decréscimo de 1,5 °C. Como descrito na seção 4.2.1, a unidade de destilação Unitubular quando submetida a uma perturbação positiva na composição mássica de etanol na corrente de alimentação de mesma magnitude ao aplicado na unidade de destilação Multitubular, apresentou um comportamento similar nas respostas obtidas. Este comportamento é comum também para colunas de destilação convencionais. Pode presumir-se que ao adicionar uma maior concentração do componente mais volátil (etanol) a energia de vaporização aumenta significativamente, o que significa que a energia requerida para a evaporação da quantidade adicional de etanol faz com que as temperaturas da coluna de destilação diminuam (MARANGONI, 2005).

Figura 4-37 – Respostas das temperaturas da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Multitubular) em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).

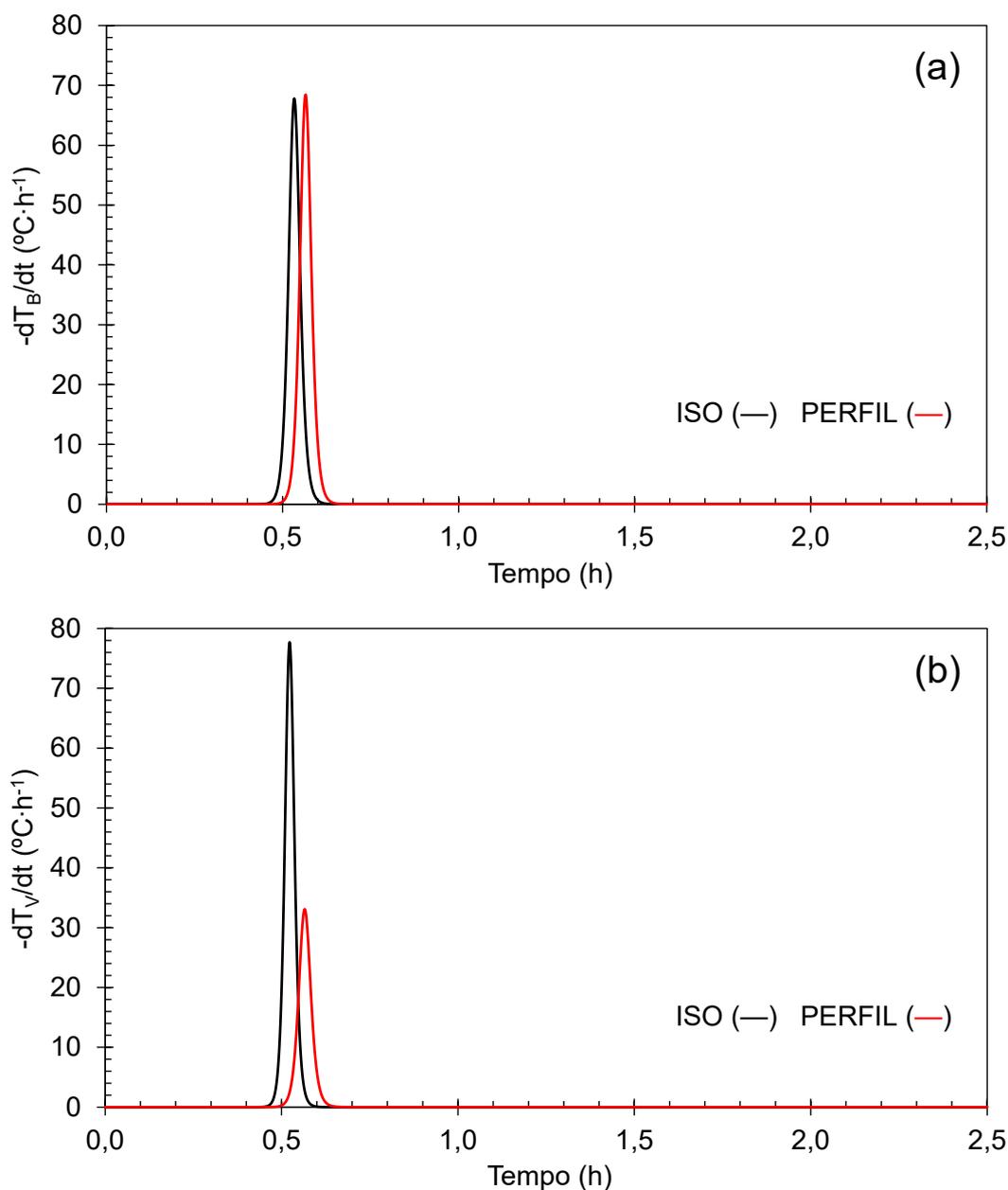


Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Representaram-se graficamente, na Figura 4-38, as derivadas de primeira ordem das temperaturas da base e do vapor rico em etanol em relação ao tempo frente à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, contrastando-se as duas configurações de aquecimento. Verifica-se que as temperaturas da base e do vapor rico em etanol permanecem constantes a partir de aproximadamente 0,10 h, considerando-se a configuração de aquecimento

isotérmico; enquanto, na configuração com perfil axial de temperatura, o tempo necessário foi ligeiramente maior (cerca de 0,20 h). Neste último, também se percebe um atraso de tempo de aproximadamente 2,5 min para as respostas das temperaturas da base e do vapor rico em etanol.

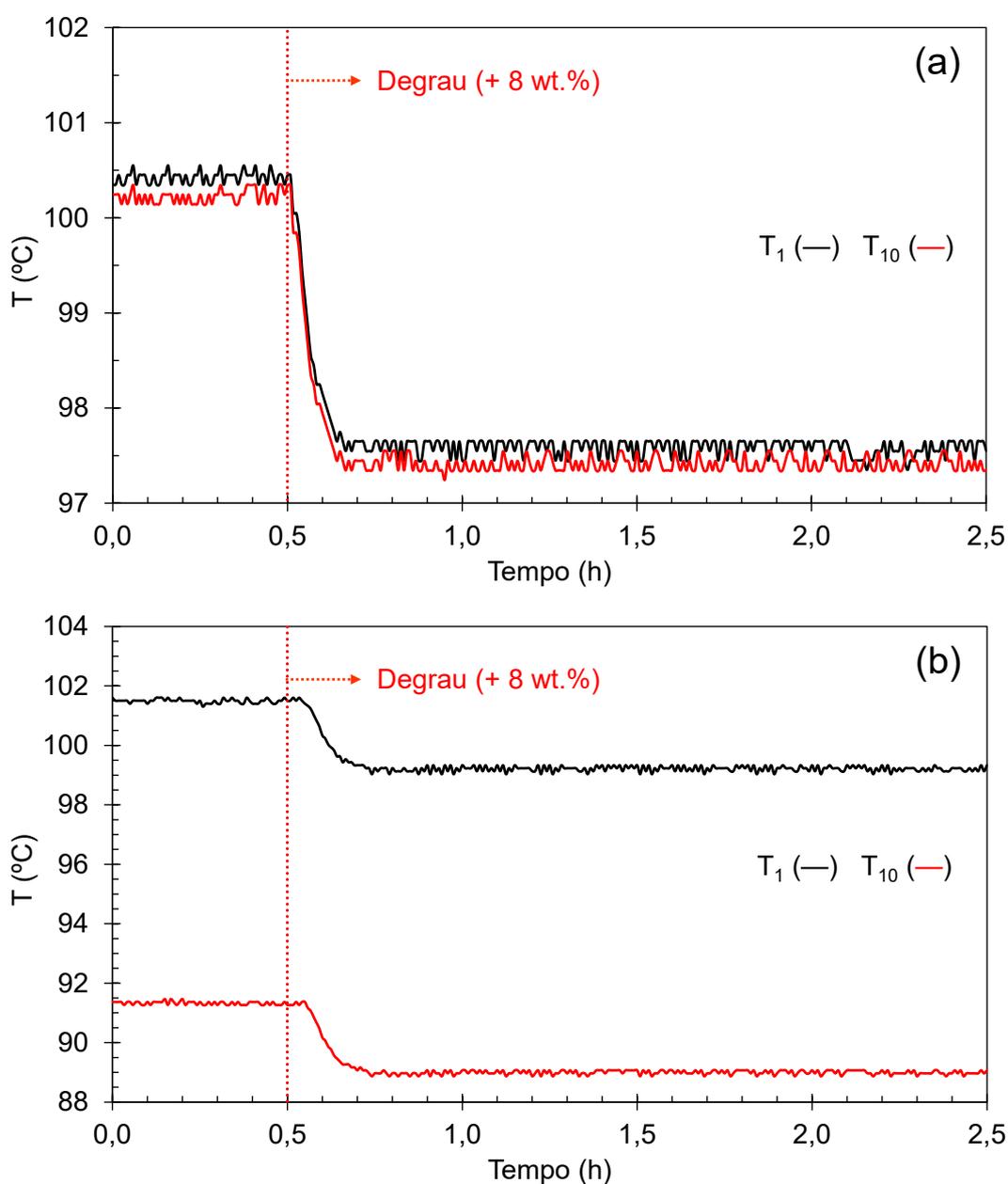
Figura 4-38 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Multitubular) em relação ao tempo para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Representaram-se graficamente, na Figura 4-39, as respostas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em função do tempo para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, comparando-se as duas configurações de aquecimento.

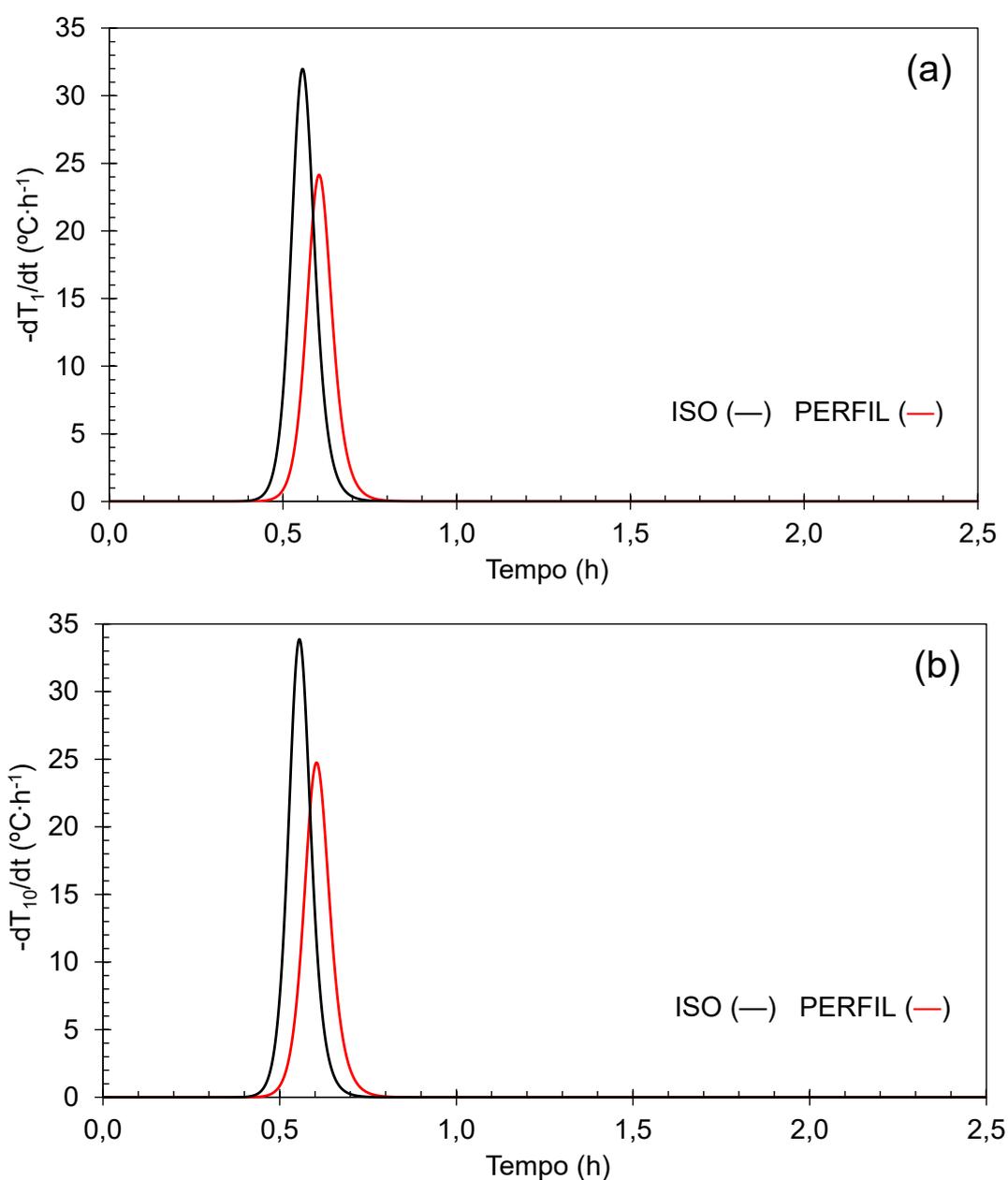
Figura 4-39 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

As derivadas de primeira ordem das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em relação ao tempo frente à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, contrastando-se as duas configurações de aquecimento, são apresentadas na Figura 4-40.

Figura 4-40 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação ao tempo frente à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



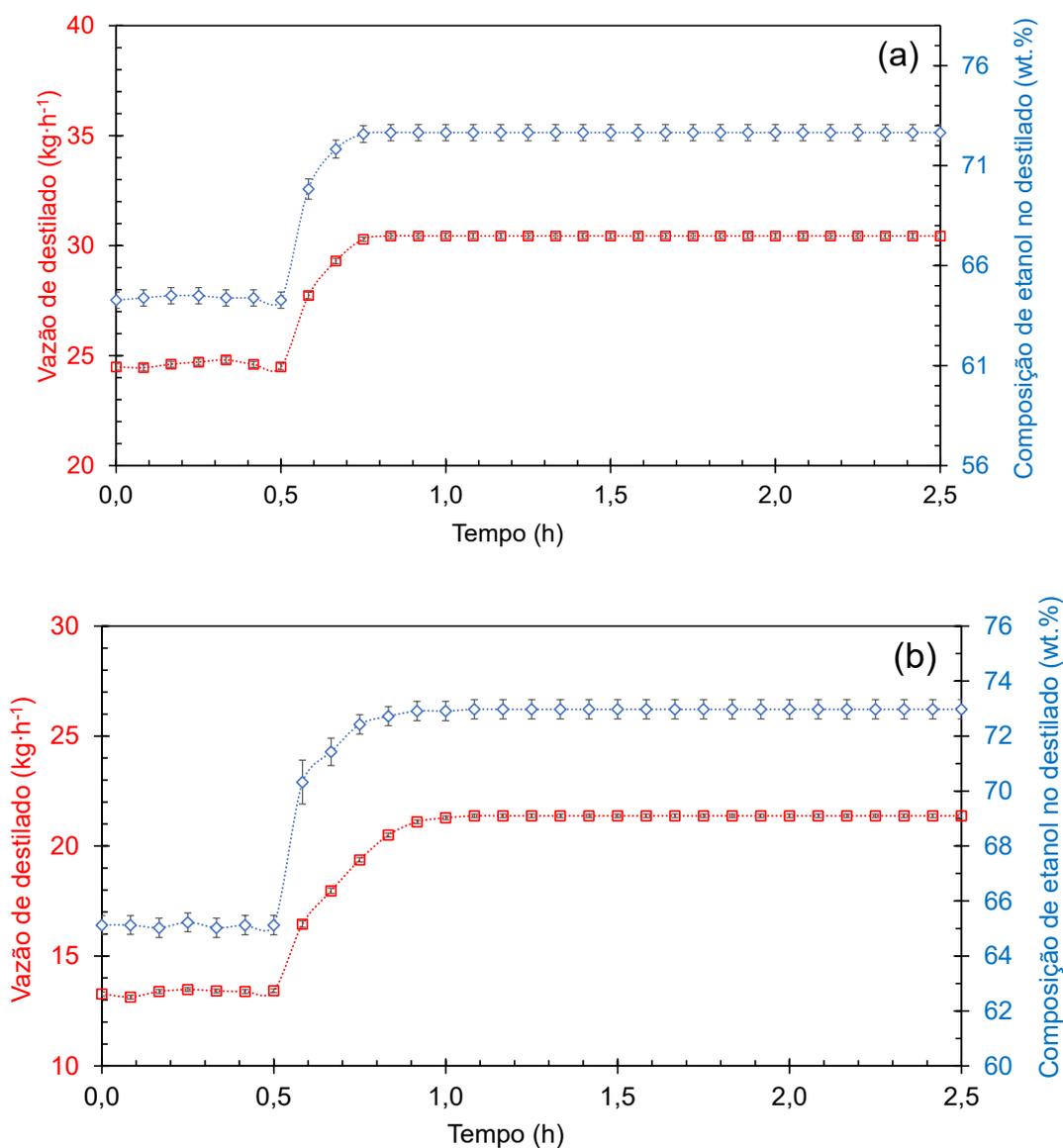
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Analisando-se a Figura 4-39, confirma-se que existe um grau de acoplamento no que diz respeito à composição mássica de etanol na corrente de alimentação e a temperatura da câmara de vapor, apresentando uma interação negativa. Resultados semelhantes também foram obtidos para esta característica para a unidade de destilação Unitubular quando submetida a uma perturbação positiva na composição mássica de etanol na corrente de alimentação (vide seção 4.2.1). Considerando-se a configuração de aquecimento isotérmico, observou-se um tempo morto de aproximadamente 0,5 min para temperatura média da câmara de vapor. Enquanto, avaliando-se a configuração com perfil axial de temperatura, encontrou-se um tempo morto de aproximadamente 3 min para as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor. Tem-se ainda que, ao aplicar uma perturbação positiva de aproximadamente 8,00 wt.% na composição de etanol na corrente de alimentação, a temperatura média da câmara de vapor diminuiu cerca de 2,83 °C (considerando-se a configuração de aquecimento isotérmico - Figura 4-39 (a)), enquanto as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) diminuíram cerca de 2,30 °C (considerando-se a configuração com perfil axial de temperatura - Figura 4-39 (b)). Estes valores estão em concordância com as respostas obtidas a partir da unidade de destilação Unitubular (vide seção 4.2.1).

Como pode ser observado na Figura 4-40 (a), a temperatura média da câmara de vapor permanece constante a partir de aproximadamente 0,20 h, considerando-se a configuração de aquecimento isotérmico. Enquanto, avaliando-se a configuração com perfil axial de temperatura Figura 4-40 (b), as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor permanecem constantes a partir de aproximadamente 0,30 h. Sendo assim, uma vez mais, destaca-se que a configuração de aquecimento isotérmico possui uma dinâmica mais rápida frente à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, embora essa configuração seja a que demande maior consumo energético.

Têm-se ilustradas, na Figura 4-41, as respostas das da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado em função do tempo frente à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, comparando-se as duas configurações de aquecimento. Como pode ser observado na Figura 4-41 (a), a vazão mássica de destilado e a composição mássica de etanol na corrente de destilado permanecem constantes a partir de aproximadamente 0,40 h após a perturbação, considerando-se a configuração de aquecimento isotérmico. Enquanto, na Figura 4-41 (b), avaliando-se a configuração com perfil axial de temperatura, as variáveis analisadas permaneçam constantes a partir de aproximadamente 0,60 h após a perturbação.

Figura 4-41 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Multitubular) frente à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

As tabelas a seguir apresentam os principais resultados em regime estacionário obtidos antes e após a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação referentes a coluna de destilação Multitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico (Tabela 4-16) e com perfil axial de temperatura (Tabela 4-17). Em ambas as configurações de aquecimento, após a aplicação da perturbação,

percebe-se um aumento da vazão mássica de destilado, tendo sido este mais acentuado na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (cerca de 60,1%) e menos acentuado configuração de aquecimento isotérmico (cerca de 23,8%). Valores semelhantes foram obtidos para a unidade Unitubular quando submetida a uma perturbação de mesma magnitude (vide seção 4.2.1).

Tabela 4-16 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,67	21,22	250,33	250,33	78,59	78,81
	± 0,14	± 0,00	± 0,47	± 0,47	± 0,08	± 0,15
Base	6,87	14,10	225,74	219,89	90,51	87,61
	± 0,21	± 0,08	± 0,34	± 0,43	± 0,10	± 0,13
Destilado	64,10	75,44	24,60	30,44	37,00	41,16
	± 0,41	± 0,45	± 0,14	± 0,12	± 1,00	± 1,00

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Tabela 4-17 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,08	20,38	250,16	250,16	78,36	78,50
	± 0,08	± 0,00	± 0,63	± 0,63	± 0,10	± 0,12
Base	9,09	15,47	236,80	228,79	90,30	87,40
	± 0,11	± 0,08	± 0,72	± 0,72	± 0,18	± 0,22
Destilado	65,11	72,97	13,36	21,37	22,50	26,50
	± 0,25	± 0,35	± 0,09	± 0,09	± 0,50	± 0,50

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Referente à configuração de aquecimento isotérmico (Tabela 4-16), após a aplicação da perturbação, o ganho na composição mássica de etanol na corrente de destilado apresentou um valor de 8,27 wt.% acima do valor médio de referência 64,39 wt.%, sendo este ligeiramente maior ao que observamos para o aquecimento com perfil axial de temperatura (Tabela 4-17). Como consequência da perturbação positiva na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, todas as temperaturas do processo foram reduzidas. A exceção é a temperatura do destilado em que se verifica um ligeiro aumento (em torno de 4 °C) em ambas as configurações de aquecimento.

Vale destacar que, para uma coluna de destilação convencional submetida à uma perturbação positiva na composição mássica de etanol na corrente de alimentação de mesma magnitude ao aplicado nesse estudo, Marangoni (2005) reportou que os novos valores de composição atingiram uma condição estável cerca de 1,50 h após a perturbação. Este valor foi cerca de três vezes maior, em comparação com a coluna de destilação Multitubular por filme descendente (cerca de 0,50 h em média após a perturbação). Ou seja, destaca-se que a coluna de destilação por filme descendente intensificada energeticamente é mais vantajosa energeticamente que uma coluna de destilação convencional e, ao contrário deste, possui dinâmica mais rápida frente à perturbação na composição da corrente de alimentação.

#### **4.3.2 Período transiente para perturbação na potência fornecida para a seção de evaporação**

A perturbação do tipo degrau positivo realizada na potência fornecida para a câmara de vapor da coluna de destilação Multitubular por filme descendente foi proporcional ao aplicado na unidade de destilação Unitubular, de modo que foi acrescido aproximadamente 10,00% (ou 3,60 kW) no valor da potência fornecida. Então, tem-se que a potência fornecida para a câmara de vapor aumentou de aproximadamente 31,00% (ou 11,16 kW) para em torno de 41,00% (ou 14,76 kW) (configuração de aquecimento isotérmico), enquanto aumentou de aproximadamente 20,00% (ou 7,20 kW) para em torno de 30,00% (ou 10,80 kW) (configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura).

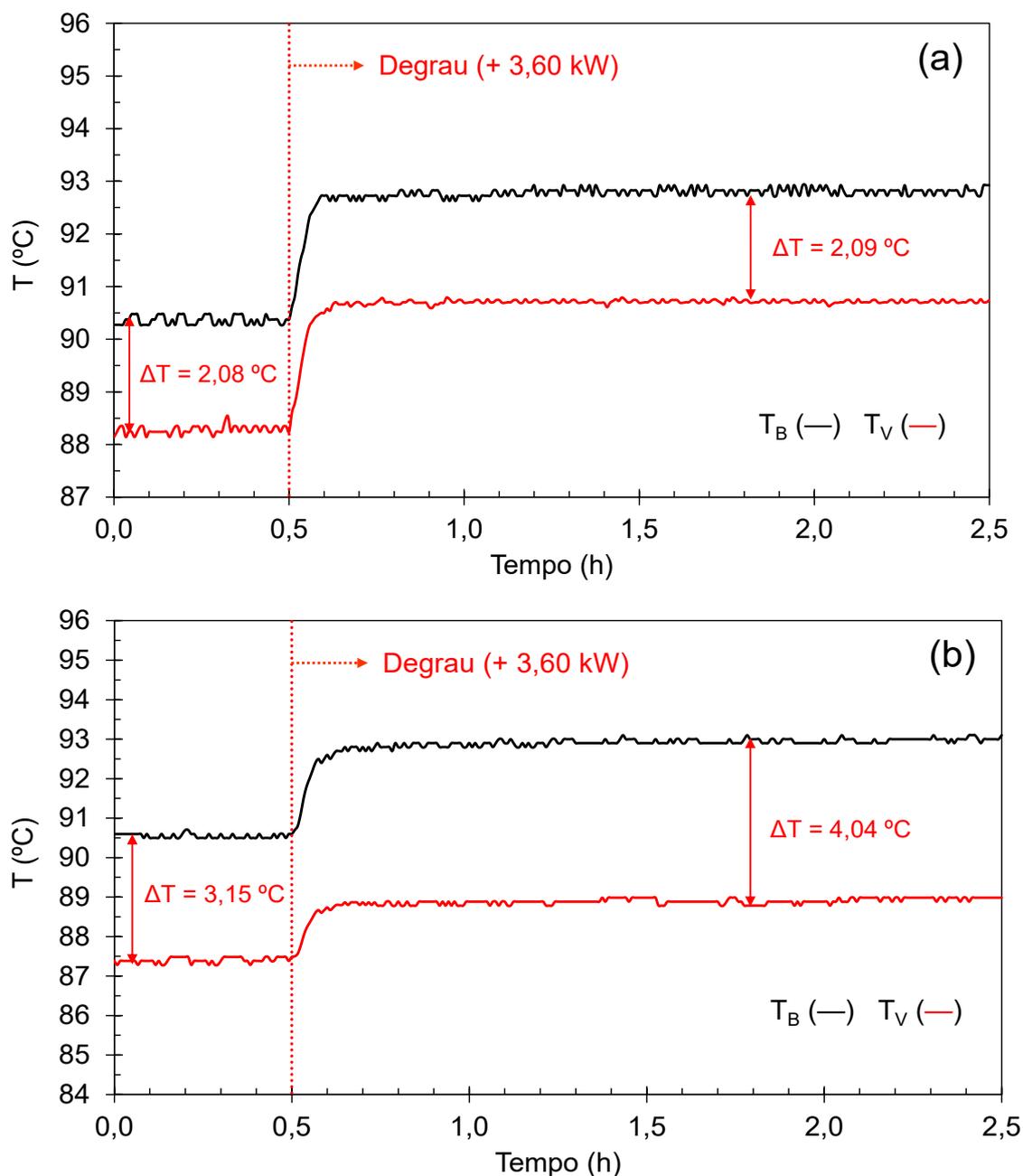
As respostas representadas graficamente na Figura 4-42 referem-se as temperaturas da base e do vapor rico em etanol em relação a perturbação na potência fornecida para o evaporador relativas à coluna de destilação Multitubular por filme descendente, comparando-

se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Tal como esperado, devido à transferência de calor por condução na parede (no sentido câmara de vapor-tubos de destilação), o aumento na potência fornecida para a câmara de vapor (com conseqüente aumento da temperatura da câmara de vapor) resulta em temperaturas mais elevadas no tubo de destilação. Este comportamento também foi observado para a unidade de destilação unidade Unitubular (vide seção 4.2.2). Tem-se ainda que, em ambas as configurações de aquecimento, com o aumento na potência fornecida para o evaporador (e conseqüente aumento da temperatura da câmara de vapor), tem-se uma leve diminuição na diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol. Tal característica também foi observada anteriormente por Marangoni *et al.* (2019b).

É importante destacar que o sistema respondeu imediatamente após a aplicação da perturbação, independentemente da configuração de aquecimento. Conforme o disposto na Figura 4-42, o acréscimo para a temperatura da base foi praticamente similar (entre 2,39 e 2,45 °C), em ambas as configurações de aquecimento. Contudo, verifica-se que existe uma diferença no ganho de temperatura provocado pela perturbação no vapor rico em etanol. Enquanto na configuração de aquecimento isotérmico a perturbação provocou um acréscimo de 2,44 °C, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura foram acrescidos 1,51 °C. Tais observações se encontram respaldadas pelas respostas obtidas a partir da unidade de destilação unidade Unitubular (vide seção 4.2.2). Comparando ambas as respostas da temperatura da base e do vapor rico em etanol é possível observar que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura proporcionou a maior diferença entre as temperaturas da base e do vapor rico em etanol tanto antes quanto depois da perturbação.

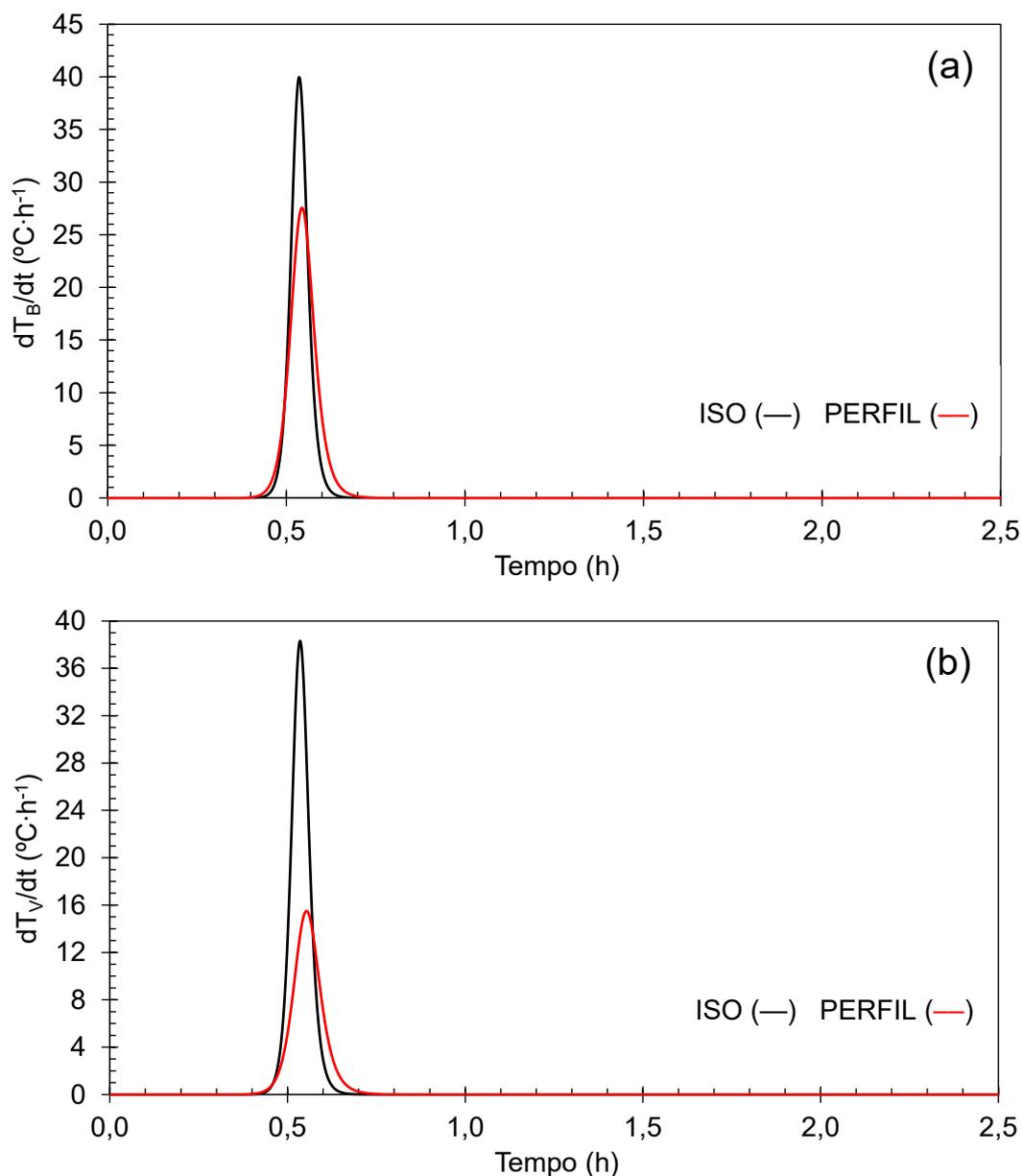
Têm-se ilustradas, na Figura 4-43, as derivadas de primeira ordem da temperatura da base e do vapor rico em etanol em relação ao tempo frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. A estabilização das temperaturas da base e do vapor rico em etanol demandou 0,15 horas para a configuração de aquecimento isotérmico e 0,25 horas para a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura. Constata-se, assim, que a configuração de aquecimento isotérmico propiciou a estabilização das temperaturas da base e do vapor rico em etanol mais rapidamente.

Figura 4-42 – Respostas da temperatura da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Multitubular) em relação a perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

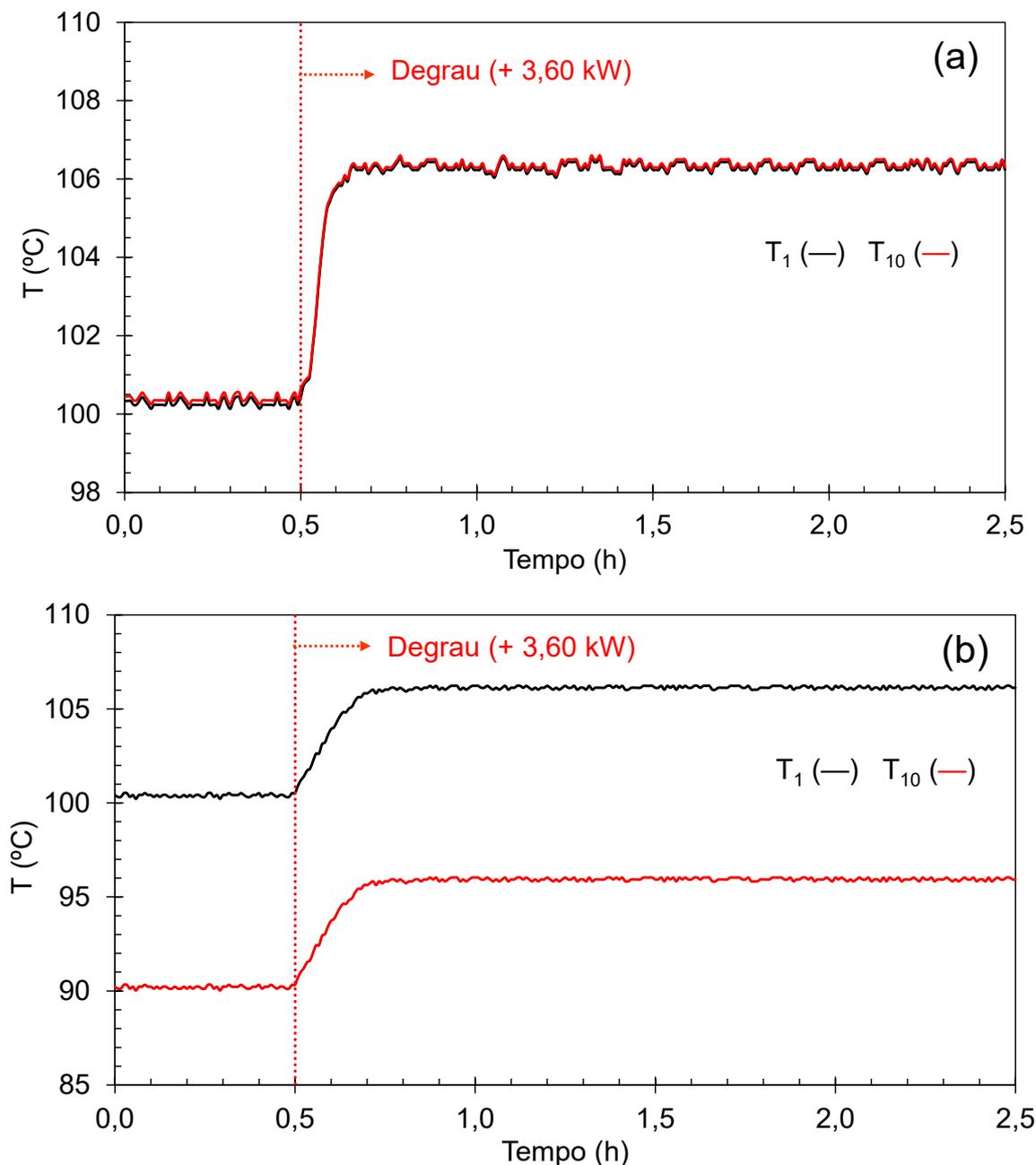
Figura 4-43 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Multitubular) em relação ao tempo para a perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Estão representadas graficamente, na Figura 4-44, as respostas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em função do tempo para a perturbação na potência fornecida para o evaporador, comparando-se as duas configurações de aquecimento.

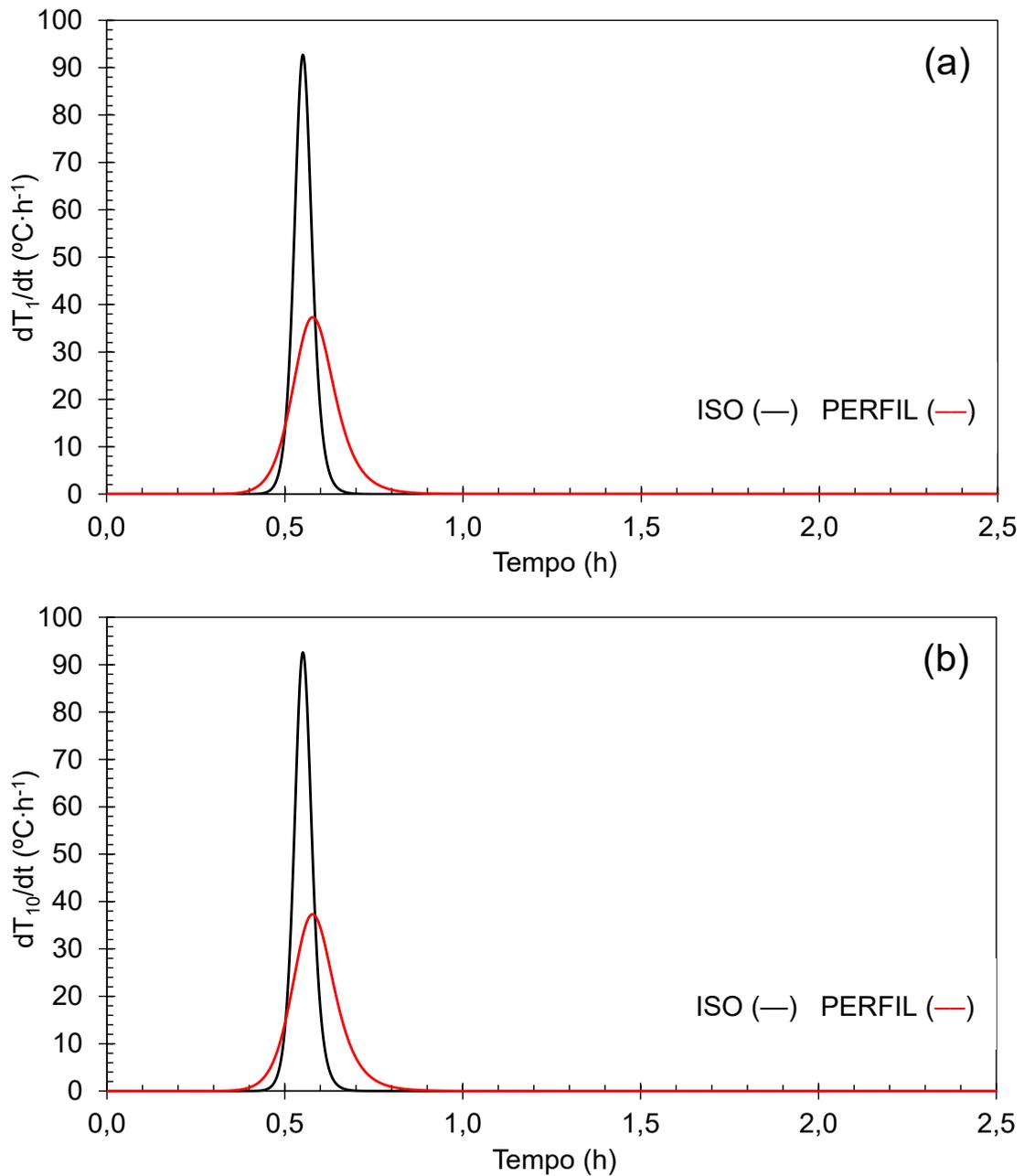
Figura 4-44 – Respostas das temperaturas da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação a perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Seguem ilustradas, na Figura 4-45, as derivadas de primeira ordem das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em relação ao tempo frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador, contrastando-se as duas configurações de aquecimento.

Figura 4-45 – Derivadas da temperatura nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação ao tempo frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Observa-se, na Figura 4-44 (a), uma mínima discrepância de temperatura entre as extremidades inferior e superior da câmara de vapor, ratificando a condição de aquecimento isotérmico. Com a aplicação da perturbação positiva na potência fornecida para o evaporador, tem-se um aumento de 6,0 °C na temperatura média da câmara de vapor. Em relação a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura (Figura 4-44 (b)), confirma-se uma diferença de temperatura em torno de 10 °C entre as extremidades inferior e superior da câmara de vapor. Manteve-se esta diferença de temperatura após da perturbação positiva na potência fornecida para o evaporador; contudo, constatou-se aumento de 5,72 °C nas temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente). É importante destacar que o sistema que o sistema respondeu de imediato à aplicação da perturbação, independentemente da configuração de aquecimento.

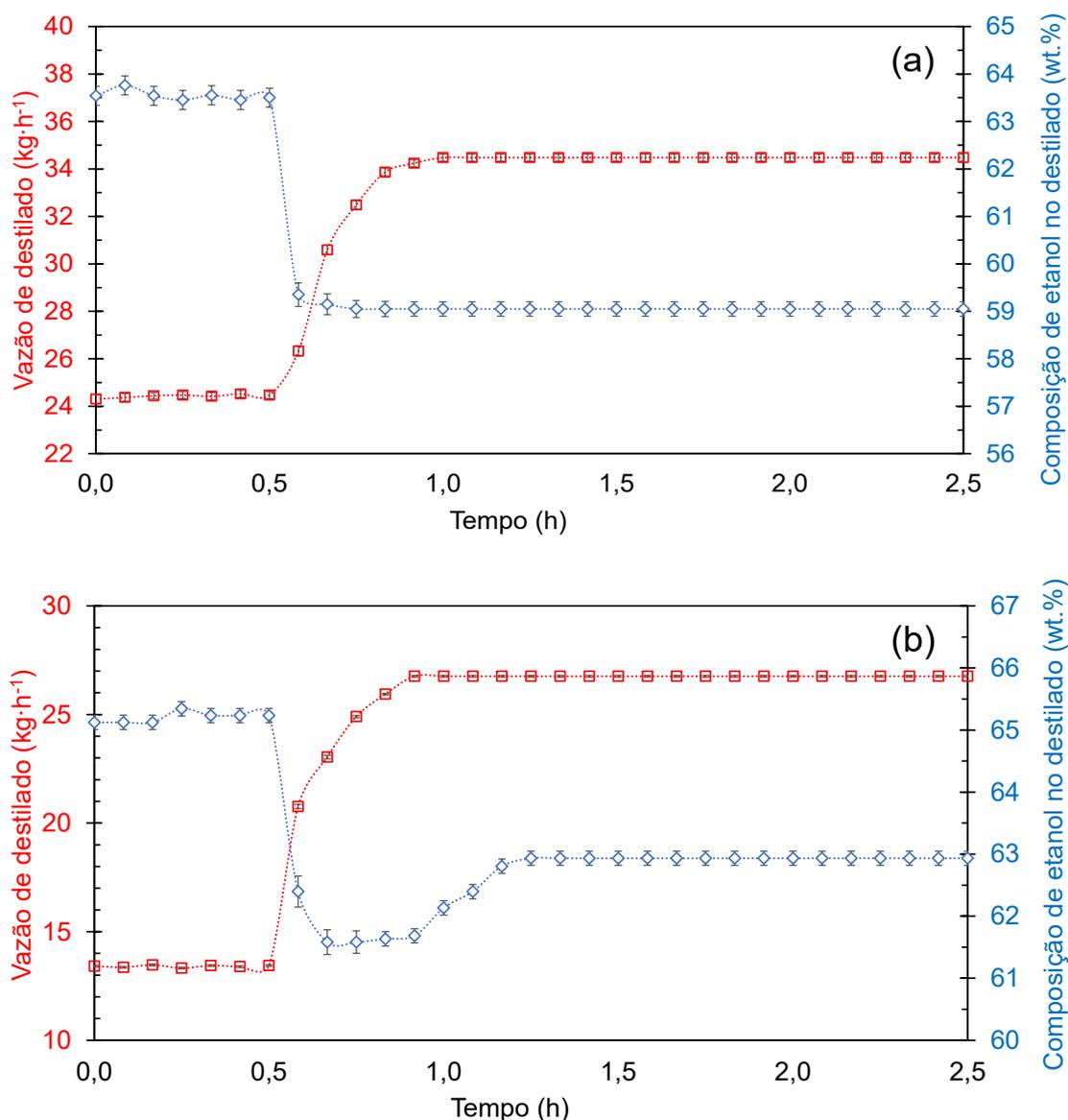
Analisando-se a configuração de aquecimento isotérmico (Figura 4-45 (a)), percebe-se que a partir de 0,20 h (após a perturbação) não existem desvios elevados em relação ao novo regime estacionário para as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor. Conforme disposto na Figura 4-45 (b), em relação a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, o estabelecimento do novo regime estacionário para as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor se deu a partir de 0,40 h (após a perturbação). É sabido que na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, em que se tem a presença dos gases não condensáveis (ar) próximos à película de condensação dentro da câmara de vapor, a resistência à transferência de calor é maior (BATTISTI *et al.*, 2020b). Por isso, sugere-se que as temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor sejam modificadas mais lentamente.

Por se tratar de um sistema de fornecimento de calor inovador para um processo de destilação, para comparação com a literatura, utilizou-se dados referentes à uma coluna de destilação convencional operando em condições experimentais semelhantes e submetida à uma perturbação positiva no calor do refeedor, em que um novo regime estacionário foi alcançado cerca de 1,50 h após a perturbação realizada. Vale ressaltar, aqui, que a avaliação da resposta transiente também foi realizada em malha aberta e estudada em relação ao tempo (MARANGONI, 2005). Um valor cerca de três vezes menor pode ser observado para a coluna de destilação Multitubular por filme descendente aquecida por um termossifão bifásico. Sendo assim, o termossifão bifásico é altamente vantajoso no âmbito energético (conforme discutido na seção 4.1.5) e prova-se agora com dinâmicas mais rápidas para o fornecimento de calor para a unidade de destilação.

Seguem representadas, na Figura 4-46, as respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado em função do tempo frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Independentemente da configuração de aquecimento, observou-se que a perturbação positiva na potência fornecida para o evaporador favoreceu a produção de destilado, enquanto desfavoreceu a qualidade do destilado. O aumento na potência fornecida para o evaporador traz implicações positivas para a vazão de destilado, pois aumenta-se o fluxo de calor (com conseqüente aumento da taxa de evaporação) a partir da câmara de vapor para os nove tubos de destilação. Explica-se, desta forma, o aumento na vazão de destilado, conforme mencionado anteriormente por Marangoni *et al.* (2019b). O efeito negativo do aumento da temperatura da câmara de vapor sobre a composição mássica de etanol no destilado encontra-se respaldado por estudos anteriores (PIRES, 2016; QUERINO, 2018; MARANGONI *et al.*, 2019a), em que supõe-se que o decréscimo no valor da composição mássica de etanol na corrente de destilado esteja relacionado com o arraste do componente mais pesado (água) pela corrente de vapor ascendente.

Analisando-se a Figura 4-46 (a), obteve-se, na configuração de aquecimento isotérmico, um comportamento quase constante em relação a vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado após a perturbação aplicada. Visualiza-se, além disso, um aumento percentual em torno de 40% em relação ao valor de referência para vazão de destilado. Atenta-se, aqui, para o fato de que a unidade de destilação Multitubular respondeu à perturbação aplicada como um evaporador, respaldado pelo comportamento dinâmico da unidade de destilação Unitubular (vide seção 4.2.2). A partir da Figura 4-46 (b), sugere-se que, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, existe uma ligeira tendência ao enriquecimento de etanol na corrente de destilado até o estabelecimento do novo regime estacionário. Tal comportamento encontra-se respaldado pelo estudo realizado por Parisotto (2013), que pode ser explicado pelo efeito do refluxo interno.

Figura 4-46 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Multitubular) frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Consta nas tabelas a seguir uma síntese dos resultados obtidos em regime estacionário antes e após a aplicação da perturbação na potência fornecida para o evaporador referentes à coluna de destilação Multitubular por filme descendente, sob as configurações de aquecimento isotérmico (Tabela 4-18) e com perfil axial de temperatura (Tabela 4-19).

Tabela 4-18 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na potência fornecida para o evaporador sob a configuração de aquecimento isotérmico.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,75	12,75	250,46	250,46	78,27	80,32
	± 0,36	± 0,36	± 2,01	± 2,01	± 0,14	± 0,16
Base	7,26	5,36	226,03	215,99	90,36	92,81
	± 0,34	± 0,35	± 2,04	± 2,04	± 0,08	± 0,12
Destilado	63,54	59,05	24,43	34,48	36,25	42,25
	± 0,20	± 0,15	± 0,15	± 0,17	± 0,25	± 0,25

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Tabela 4-19 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na potência fornecida para o evaporador sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,58	12,58	250,24	250,24	78,45	80,06
	± 0,18	± 0,18	± 0,73	± 0,73	± 0,13	± 0,17
Base	9,60	6,56	236,83	223,48	90,55	92,94
	± 0,19	± 0,20	± 0,69	± 0,71	± 0,17	± 0,20
Destilado	65,20	62,85	13,41	26,76	25,50	31,00
	± 0,15	± 0,17	± 0,10	± 0,12	± 0,50	± 0,50

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Para a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, em concordância com os resultados encontrados para a unidade de destilação Unitubular, observou-se um decréscimo de 2,35 wt.% (diferença) no valor da composição mássica de etanol na corrente de destilado e um aumento de 2 vezes no valor da vazão de destilado em relação ao regime

estacionário inicial, conforme disposto na Tabela 4-19. Percebe-se ainda que o aumento de temperatura da corrente de destilado foi proporcional ao aumento da temperatura na extremidade inferior da câmara de vapor ( $T_1$ ).

### 4.3.3 Período transiente para perturbação na vazão de alimentação

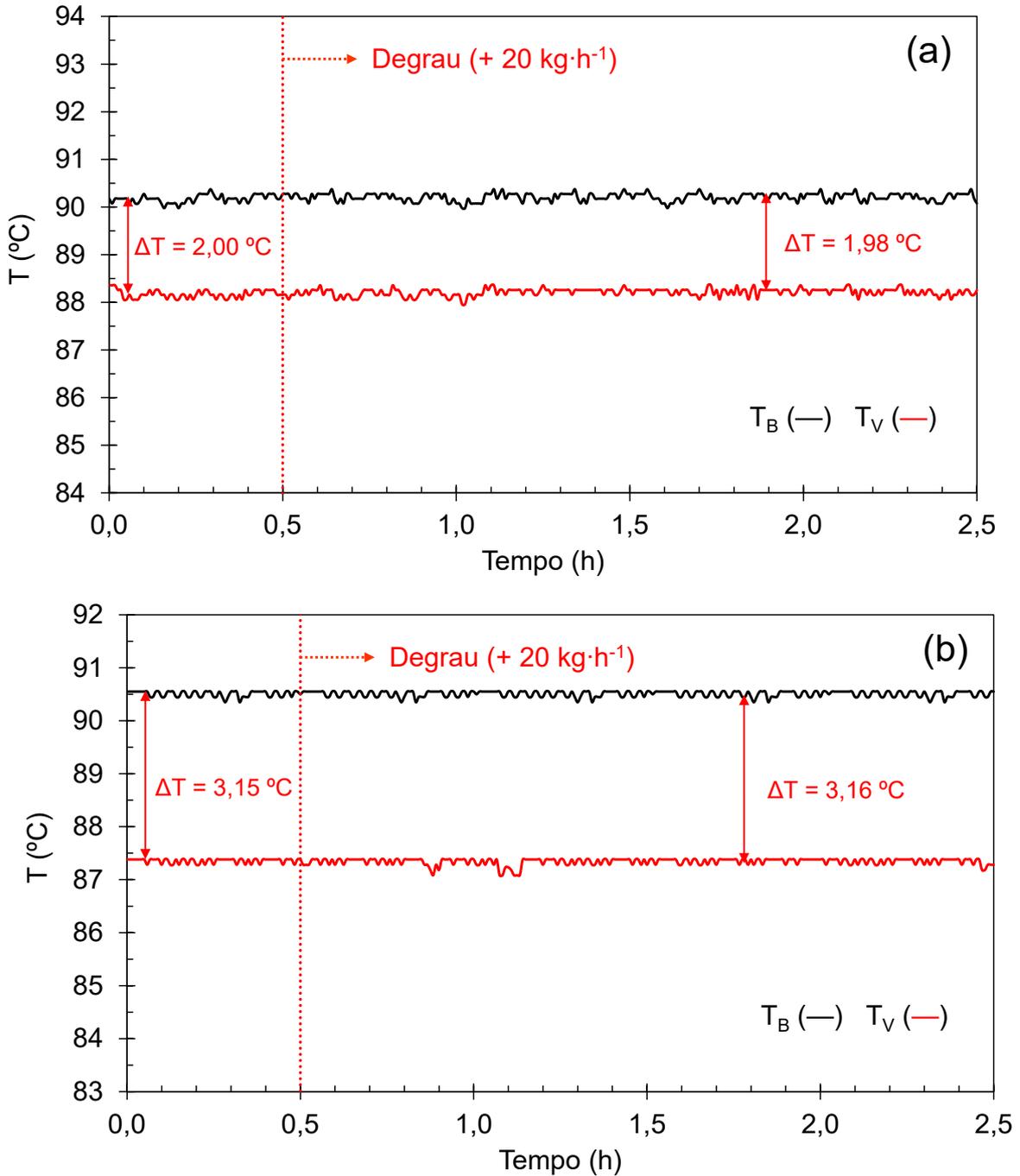
Com o degrau positivo aplicado de aproximadamente  $20 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , incrementou-se a vazão mássica de alimentação de aproximadamente  $250 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$  (condição de referência) para em torno de  $270 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , em ambas as configurações de aquecimento.

Encontram-se ilustradas, na Figura 4-47, as respostas das temperaturas da base e do vapor rico em etanol em relação a perturbação na vazão de alimentação relativas à coluna de destilação Multitubular por filme descendente, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. Não foram encontradas alterações relevantes nas temperaturas da base e do vapor rico em etanol em relação ao tempo, com a introdução da perturbação na vazão de alimentação. Diante dessas observações, as derivadas de primeira ordem da temperatura da base e do vapor rico em etanol em relação ao tempo foram omitidas nesta seção.

Têm-se representadas, na Figura 4-48, as respostas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em função do tempo frente à perturbação na vazão de alimentação, confrontando-se as duas configurações de aquecimento. As respostas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor não mostram alterações relevantes com a introdução da perturbação na vazão de alimentação. Diante disso, as derivadas de primeira ordem das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor também foram omitidas nesta seção.

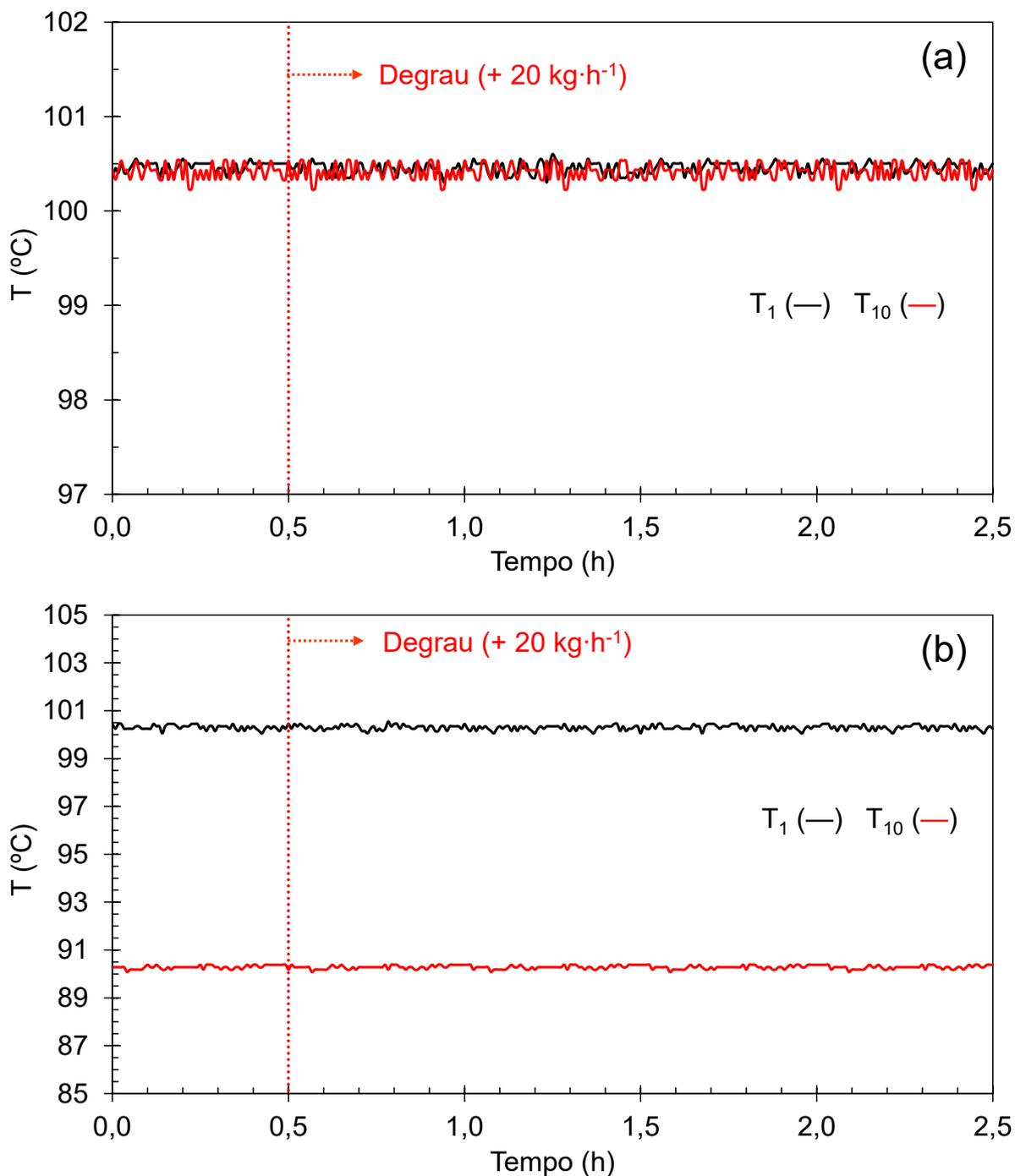
As respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado em função do tempo frente à perturbação na vazão de alimentação, confrontando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, seguem representadas na Figura 4-49. De modo geral, a vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado não foram afetadas pela perturbação aplicada, independentemente da configuração de aquecimento.

Figura 4-47 – Respostas da temperatura da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Multitubular) em relação a perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



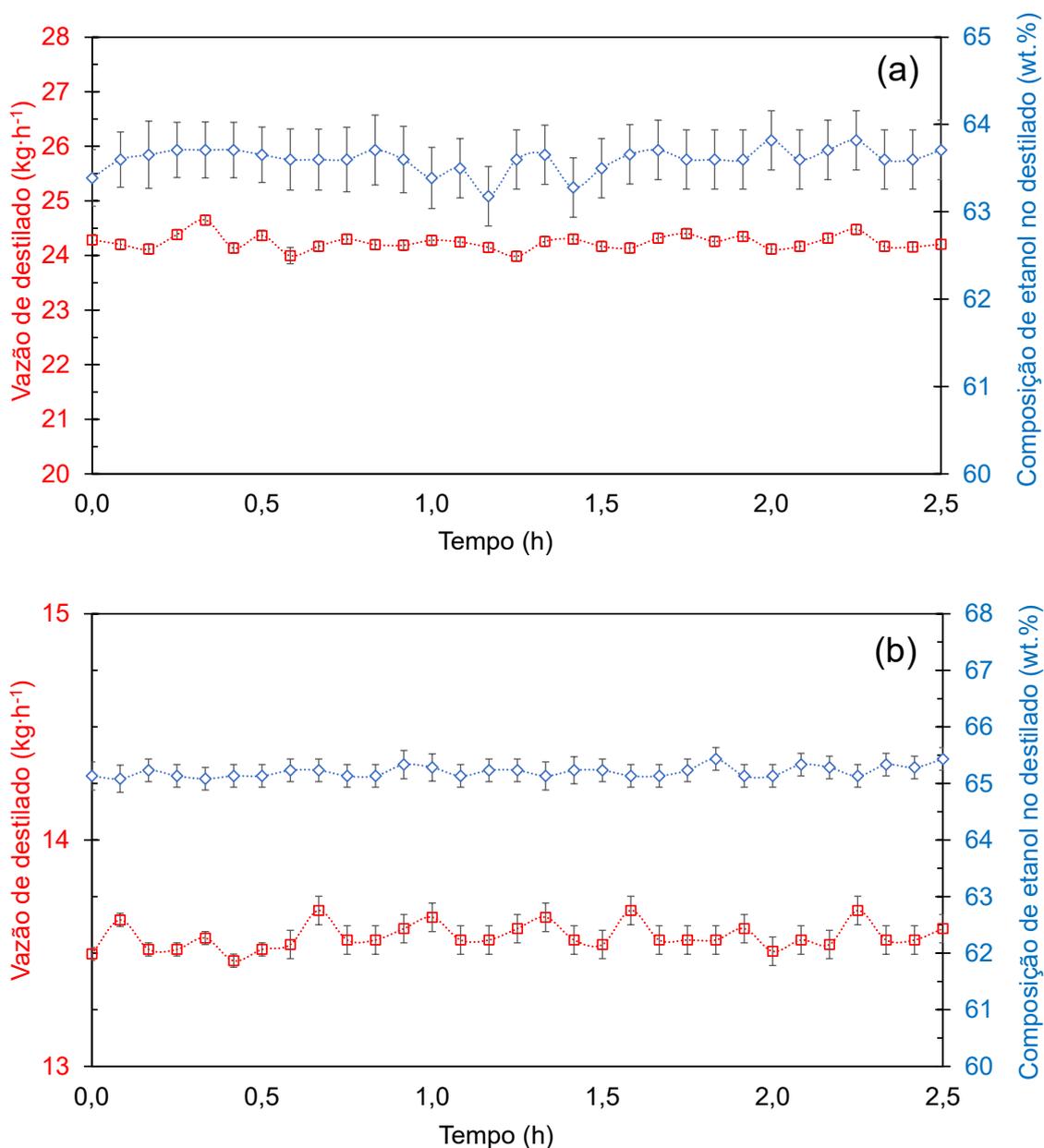
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-48 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação a perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-49 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Multitubular) frente à perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Consta nas tabelas abaixo uma síntese dos resultados obtidos em regime estacionário antes e após a aplicação da perturbação na vazão de alimentação relativos à coluna de destilação Multitubular por filme descendente, comparando-se as configurações de

aquecimento isotérmico (Tabela 4-20) e com perfil axial de temperatura (Tabela 4-21). Como esperado, a vazão mássica de base aumentou de maneira proporcional à magnitude da perturbação aplicada. Além disso, a composição mássica de etanol na corrente de base apresentou um ligeiro aumento após a estabilização do novo ponto de operação do processo.

Tabela 4-20 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na vazão de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,80	12,80	250,60	272,33	78,32	78,21
	± 0,53	± 0,53	± 0,53	± 2,52	± 0,28	± 0,28
Base	7,34	7,84	226,29	248,09	90,17	90,21
	± 0,60	± 0,56	± 0,44	± 2,60	± 0,08	± 0,08
Destilado	63,63	63,58	24,31	24,24	35,00	35,00
	± 0,33	± 0,34	± 0,09	± 0,09	± 0,50	± 0,50

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Tabela 4-21 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na vazão de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,57	12,57	250,36	271,17	78,67	78,50
	± 0,31	± 0,31	± 0,94	± 1,26	± 0,18	± 0,20
Base	9,57	9,79	236,83	257,58	90,51	90,56
	± 0,32	± 0,35	± 0,92	± 1,29	± 0,13	± 0,13
Destilado	65,13	65,24	13,53	13,59	26,50	26,50
	± 0,21	± 0,25	± 0,07	± 0,08	± 0,25	± 0,25

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

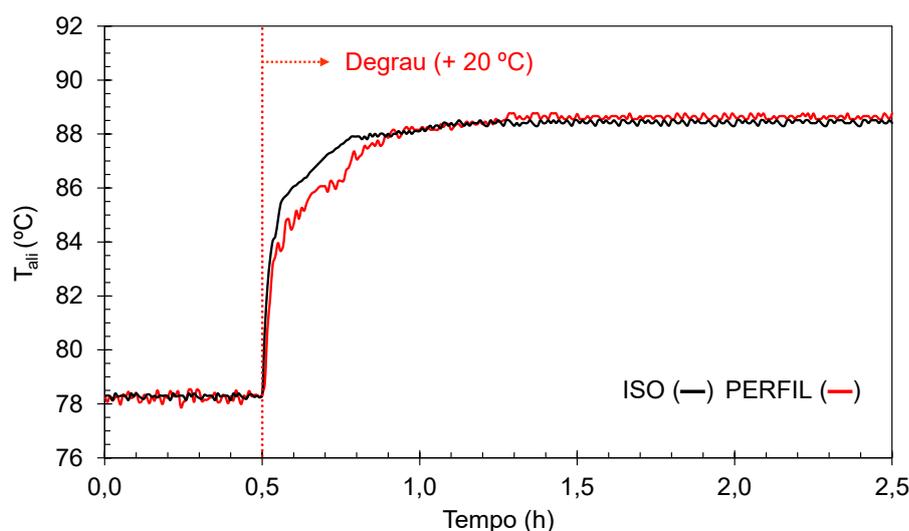
Particularmente, nesta análise vale ressaltar que a coluna de destilação Multitubular contém nove tubos de destilação idênticos, partindo-se do pressuposto que estes são alimentados igualmente, tem-se que a vazão normalizada por tubo de destilação foi de  $27,78 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$  na condição de referência, que passou a ser cerca de  $30 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$  após a perturbação realizada. Com isso, explica-se as respostas obtidas para as temperaturas do processo, que não sofreram alterações relevantes com a introdução da perturbação na vazão de alimentação. Tal observação encontra-se respaldada pelas respostas obtidas a partir da unidade de destilação Unitubular, uma vez que, a aplicação da perturbação na vazão de alimentação (de  $20 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ ) sobre a unidade de destilação Unitubular promoveu efeitos mínimos (vide seção 4.2.3). A capacidade da coluna de destilação Multitubular em absorver mais facilmente alterações na vazão de alimentação se constitui como fator de vantagem competitiva para implementação industrial. Contudo, a partir de uma perspectiva de controle de processo, a vazão mássica de alimentação deve ser controlada para evitar uma possível redução na recuperação de etanol. Uma vez que, a recuperação do etanol é inversamente proporcional a vazão mássica da alimentação, e desta forma, o aumento do valor da vazão mássica da alimentação provocou a redução da recuperação do etanol.

#### **4.3.4 Período transiente para perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação**

A perturbação realizada na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação foi um degrau positivo de aproximadamente  $20,00 \text{ }^\circ\text{C}$ , ou seja, a temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação aumentou de aproximadamente  $86 \text{ }^\circ\text{C}$  (condição de referência) para em torno de  $106 \text{ }^\circ\text{C}$ , em ambas as configurações de aquecimento. Na coluna de destilação Multitubular por filme descendente é perceptível um acentuado desvio entre a temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação e a temperatura da corrente de alimentação. Este comportamento era esperado, uma vez que o mesmo equipamento (banho termostático) é utilizado em ambas as unidades de destilação Destubcal. No caso da coluna de destilação Unitubular por filme descendente a vazão de alimentação aquecida é de aproximadamente  $33 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , enquanto na coluna de destilação Multitubular por filme descendente a vazão de alimentação aquecida é de aproximadamente  $250 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , explicando o acentuado desvio observado no último caso. Na Figura 4-50, pode-se observar o

comportamento da temperatura de alimentação em relação ao tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação relativa à unidade Multitubular.

Figura 4-50 – Comportamento da temperatura de alimentação (unidade Multitubular) em função do tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



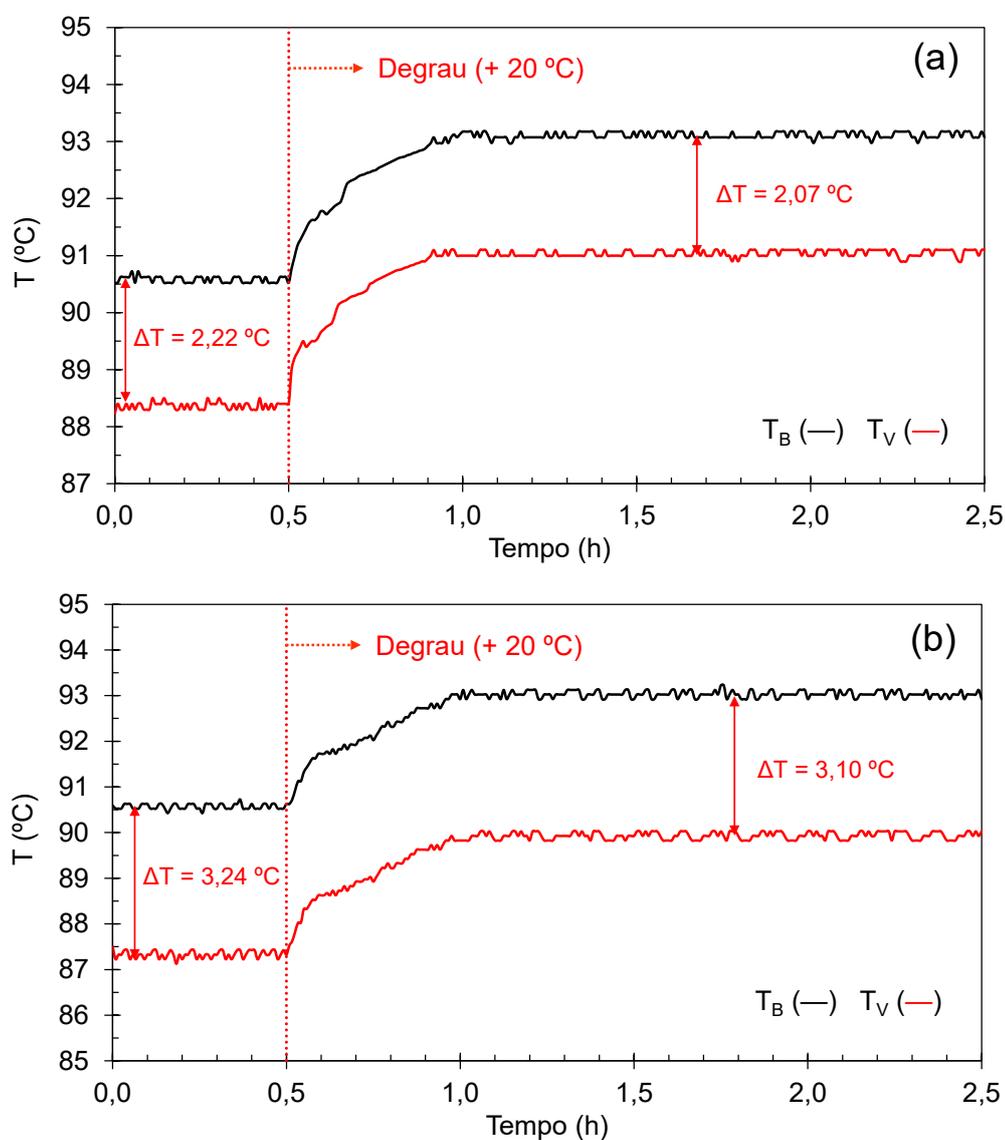
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Comparando o comportamento da temperatura de alimentação entre as unidades de destilação Unitubular (Figura 4-31) e Multitubular (Figura 4-50), nota-se que, a unidade de destilação Multitubular demandou um maior intervalo de tempo (cerca de 0,50 h, após a perturbação) para a completa estabilização da temperatura de alimentação, devido à maior vazão de alimentação processada. Ou seja, o tempo requerido para a completa estabilização da temperatura de alimentação referente à unidade de destilação Multitubular foi três vezes maior que o requerido para a unidade de destilação Unitubular.

Na Figura 4-51 têm-se as respostas da temperatura da base e do vapor rico em etanol quando aplicada à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação referentes à coluna de destilação Multitubular por filme descendente, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura. O ganho de temperatura observado para a temperatura do vapor rico em etanol (entre 2,6 e 2,7 °C) foi ligeiramente superior que o obtido para a temperatura da base (entre 2,4 e 2,5 °C). Dessa forma, sugere-se que a perturbação aplicada possui maior influência sobre a temperatura do

vapor rico em etanol em relação a temperatura da base, uma vez que a mistura é alimentada no topo da unidade. Essa hipótese é respaldada por estudos anteriores (BATTISTI *et al.*, 2020b; PIRES *et al.*, 2020), que sugerem a existência de uma interação relevante entre variáveis da alimentação (incluindo a temperatura) e a temperatura do vapor rico em etanol (topo da unidade), por se situarem fisicamente próximos na parte superior da coluna de destilação por filme descendente.

Figura 4-51 – Respostas da temperatura da base ( $T_B$ ) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (unidade Multitubular) em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



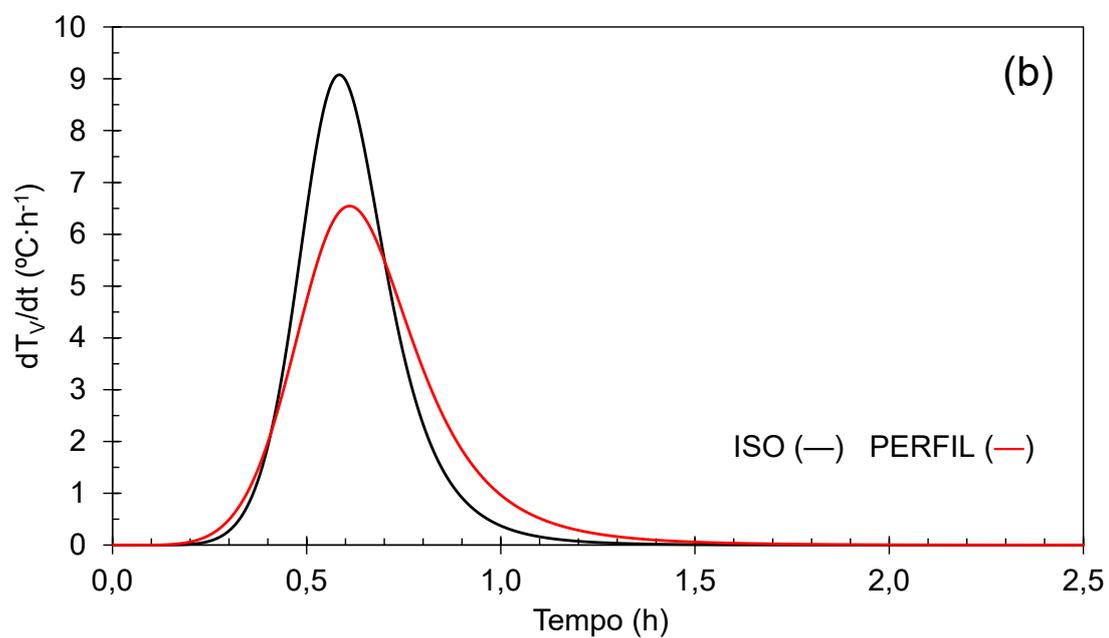
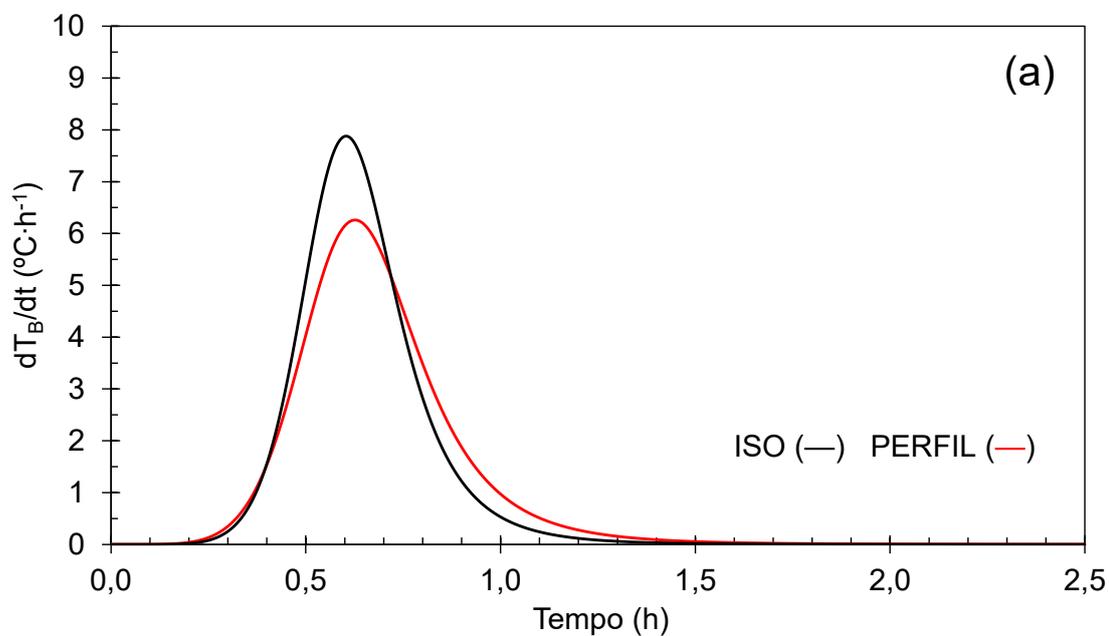
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

As derivadas de primeira ordem da temperatura da base e do vapor rico em etanol em relação ao tempo frente à a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura., seguem representadas na Figura 4-52. Observa-se que, da mesma forma que a unidade de destilação Unitubular (vide seção 4.2.4), houve diferença no tempo requerido para a completa estabilização das temperaturas da base e do vapor rico em etanol, em que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura demandou aproximadamente 1,00 h (após a perturbação), enquanto para a configuração de aquecimento isotérmico foi necessário um menor intervalo de tempo (cerca de 0,80 h, após a perturbação). Percebe-se, também, que as respostas obtidas para a temperatura do vapor rico em etanol se estabilizaram mais rapidamente que as obtidas para a temperatura da base.

As respostas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em função do tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as duas configurações de aquecimento, encontram-se ilustradas na Figura 4-53. Com a aplicação do degrau positivo de aproximadamente 10 °C na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, obteve-se como resultado um acréscimo nas temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor. Assim, confirma-se que existe troca de calor no sentido tubo de destilação-câmara de vapor, configurando um grau de acoplamento entre a temperatura da corrente de alimentação e a temperatura da câmara de vapor. Nota-se que o acréscimo mais relevante ocorreu com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico (cerca de 2,07 °C), enquanto com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura foi em torno de 1,60 °C.

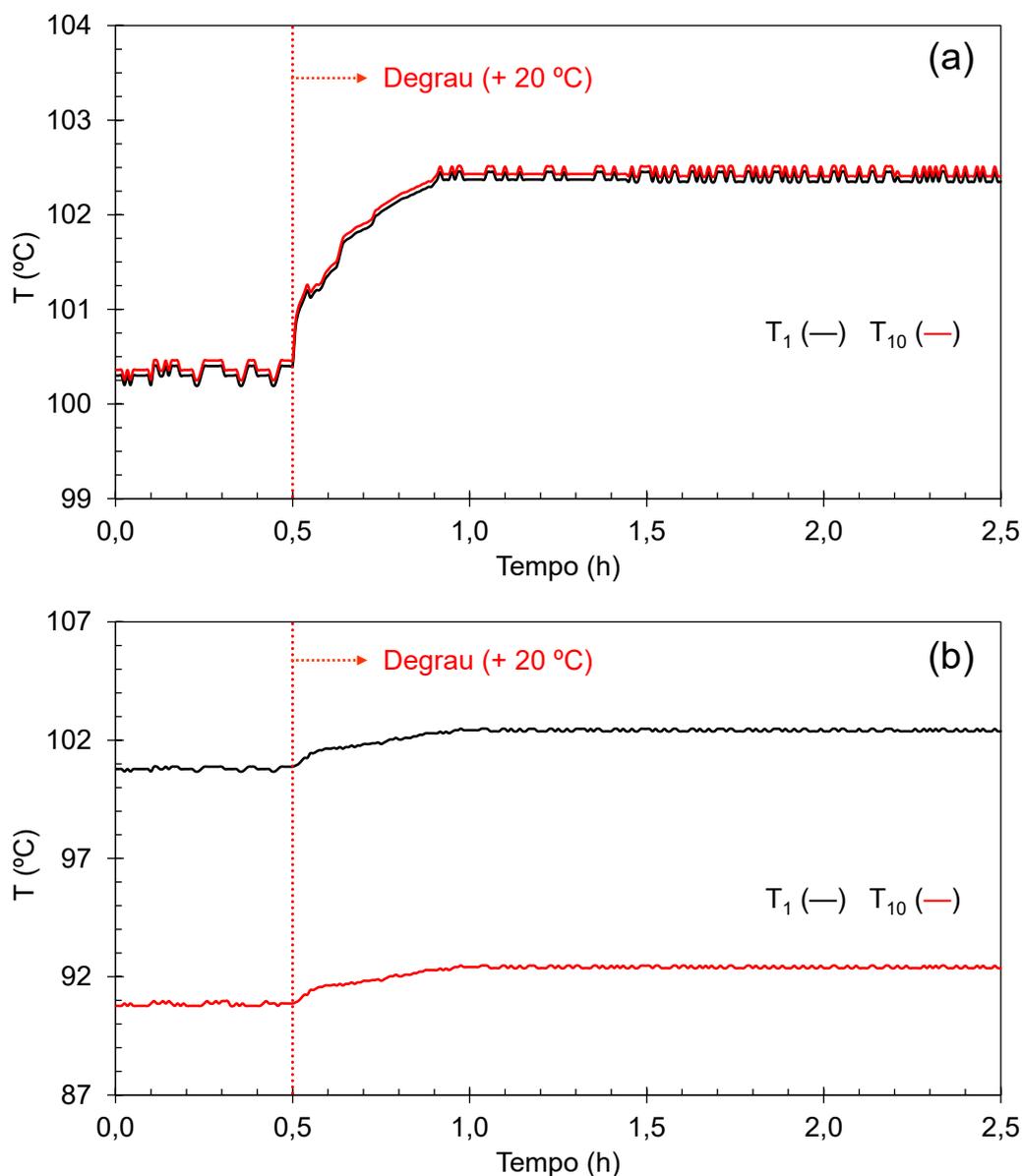
As respostas obtidas apresentam algumas semelhanças com um estudo recém-publicado (MARANGONI *et al.*, 2019a), que sugere que a diferença de temperatura dentro do tubo destilação ( $T_B-T_V$ ) é resultante, predominantemente, pelo fluxo de calor advindo da câmara de vapor. No tocante à configuração de aquecimento isotérmico, notou-se ainda, um decréscimo considerável na diferença de temperatura entre a corrente de alimentação e a câmara de vapor a partir de 22,1 °C para 14,0 °C; porém, a diferença de temperatura entre a base e o vapor rico em etanol (topo da unidade) não sofreu alterações relevantes após a aplicação da perturbação. Isso configura que a diferença de temperatura dentro do tubo destilação é considerada predominantemente formada pelo fluxo de calor a partir da câmara de vapor. Tal como aconteceu na unidade de destilação unidade Unitubular (vide seção 4.2.4).

Figura 4-52 – Derivadas das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (unidade Multitubular) em relação ao tempo para a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-53 – Resposta da temperatura da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).

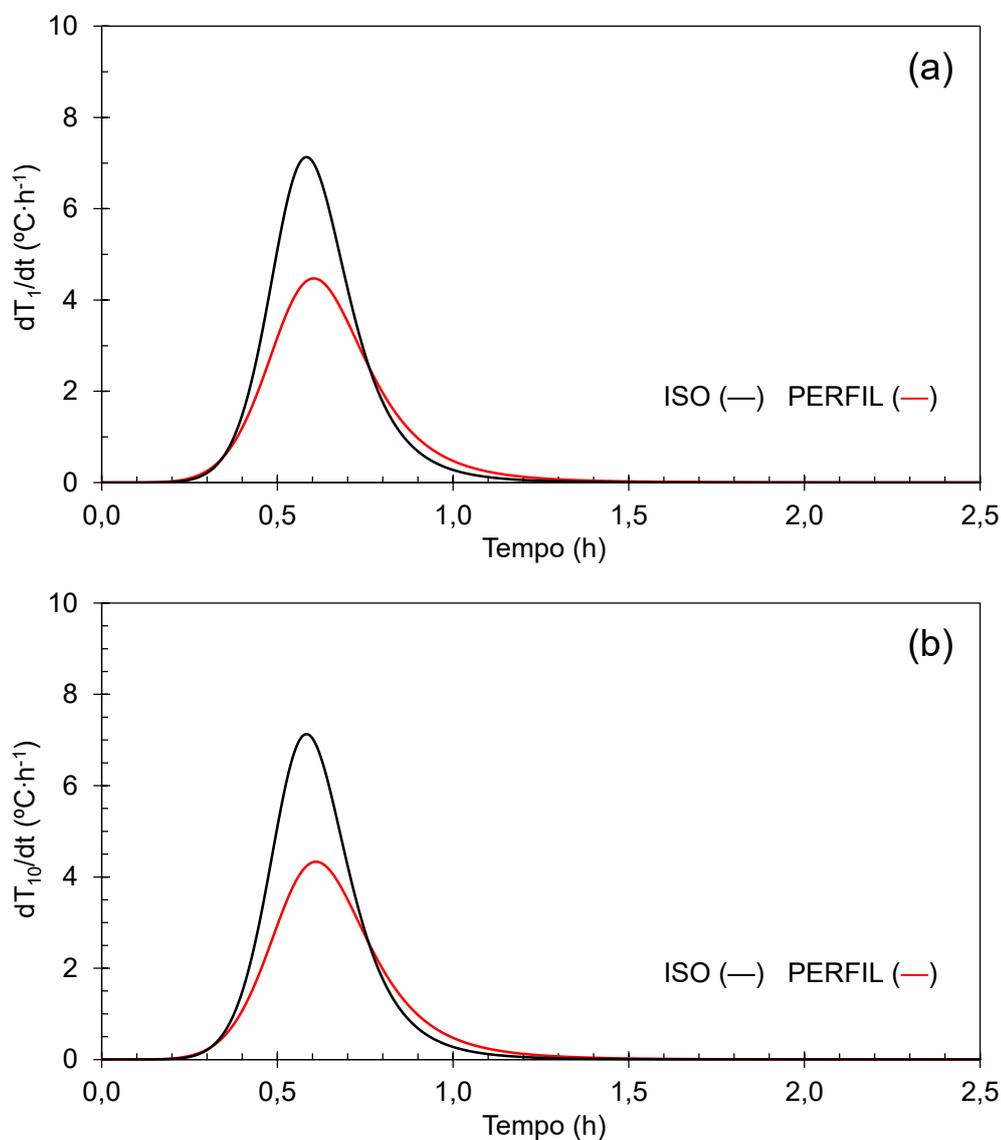


Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

As derivadas das temperaturas nas extremidades inferior e superior da câmara de vapor ( $T_1$  e  $T_{10}$ , respectivamente) em relação ao tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, confrontando-se as duas configurações de aquecimento, encontram-se ilustradas na Figura 4-54. Observa-se, que houve diferença também no tempo necessário para a completa estabilização das temperaturas nas extremidades inferior e superior da

câmara de vapor, em que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura demandou aproximadamente 0,80 h (após a perturbação), enquanto para a configuração de aquecimento isotérmico foi necessário um menor intervalo de tempo (cerca de 0,65 h, após a perturbação). Prova-se, novamente, que a configuração de aquecimento isotérmico permitiu atingir um novo regime estacionário mais rapidamente.

Figura 4-54 – Derivadas das temperaturas nas extremidades inferior ( $T_1$ ) (a) e superior ( $T_{10}$ ) (b) da câmara de vapor (unidade Multitubular) em relação ao tempo frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



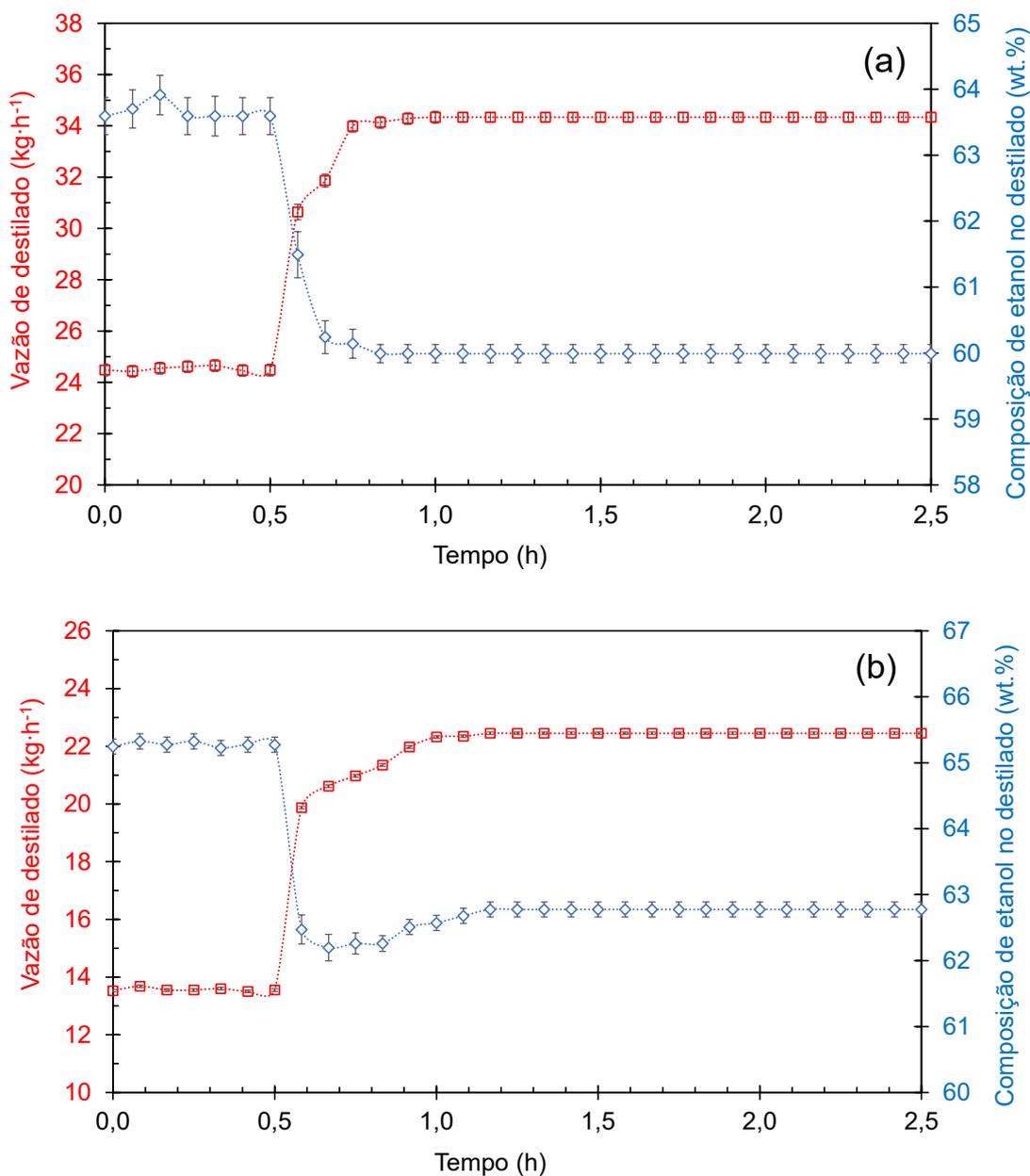
Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Na Figura 4-55 demonstram-se as respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as duas configurações de aquecimento. De maneira resumida, a unidade de destilação Multitubular respondeu à aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação com o aumento da vazão mássica de destilado, e, em contrapartida, a composição mássica de etanol na corrente de destilado foi reduzida. Tais efeitos foram observados para a unidade de destilação Multitubular e encontram-se respaldados em estudos anteriores (vide seção 4.2.4). Conforme mostra a Figura 4-55 (a), a coluna de destilação Multitubular equipada com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico respondeu, de forma aproximadamente linear, à perturbação realizada, sendo visualizada a estabilização das respostas da vazão mássica de destilado rapidamente, a partir de 0,45 h (após a perturbação). Tal comportamento se encontra respaldado em estudos anteriores (PARISOTTO, 2013; PERUZZO, 2013; PARRA, 2017), que sugerem que uma coluna destilação de filme descendente com aquecimento isotérmico (devido à limitação de refluxo interno) se comporta de maneira similar a um evaporador de filme descendente.

Conforme evidenciado na Figura 4-55 (b) referente à configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura foi necessário um maior intervalo de tempo (cerca de 0,70 h, após a perturbação) para a completa estabilização das respostas analisadas. Respaldando-se no estudo de Parisotto (2013), percebe-se claramente na Figura 4-55 (b), que há um ligeiro enriquecimento na composição mássica de etanol na corrente de destilado, resultante do processo de refluxo interno.

De maneira semelhante, ambas as colunas de destilação Destubcal se comportam em relação à aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação. Contudo, destaca-se que a unidade de destilação Unitubular possui períodos transientes mais curtos, isso se deve ao fato de o banho termostático utilizado ser o mesmo em ambas as unidades de destilação Destubcal. No caso da unidade de destilação Multitubular por filme descendente, com vazão de alimentação de aproximadamente  $250 \text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ , o banho termostático não consegue compensar a alta vazão de alimentação utilizada, gerando uma resposta transiente mais lenta.

Figura 4-55 – Respostas da vazão mássica de destilado e composição mássica de etanol na corrente de destilado (unidade Multitubular) frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico (a) e com perfil axial de temperatura (b).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

A seguir apresenta-se um resumo dos resultados obtidos em regime estacionário antes e após a introdução da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação relativos à coluna de destilação Multitubular por filme descendente, comparando-

se as configurações de aquecimento isotérmico (Tabela 4-22) e com perfil axial de temperatura (Tabela 4-23). Os resultados reportados são valores médios com desvio padrão, considerando o intervalo de tempo de  $t = 1,60$  h até  $t = 2,50$  h, em que se estabeleceu o novo regime estacionário após a aplicação da perturbação.

Tabela 4-22 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento isotérmico.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,60	12,60	251,10	251,10	78,28	88,42
	± 0,10	± 0,10	± 0,79	± 0,79	± 0,14	± 0,18
Base	7,07	5,09	226,58	216,77	90,58	93,11
	± 0,09	± 0,09	± 0,92	± 0,92	± 0,11	± 0,15
Destilado	63,65	59,99	24,53	34,33	38,83	48,54
	± 0,29	± 0,14	± 0,23	± 0,20	± 0,29	± 0,30

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Tabela 4-23 – Caracterização do sistema em regime estacionário (unidade Multitubular) antes e após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura.

Corrente	Composição de etanol (wt.%)		Vazão mássica (kg·h <sup>-1</sup> )		Temperatura (°C)	
	Antes	Após	Antes	Após	Antes	Após
Alimentação	12,56	12,56	250,77	250,77	78,25	88,58
	± 0,15	± 0,15	± 0,44	± 0,44	± 0,18	± 0,21
Base	9,55	7,63	237,20	228,33	90,57	93,03
	± 0,17	± 0,19	± 0,48	± 0,17	± 0,12	± 0,17
Destilado	65,28	62,76	13,57	22,44	23,50	32,50
	± 0,15	± 0,11	± 0,05	± 0,05	± 0,50	± 0,50

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Observa-se, na Tabela 4-22, referente à configuração de aquecimento isotérmico, que os valores médios de composição de etanol no destilado e vazão mássica de destilado, obtidos após a aplicação da perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, foram  $59,99 \pm 0,14$  wt.% e  $34,33 \pm 0,20$  kg·h<sup>-1</sup>, o que significa um aumento percentual de 40% no valor da vazão mássica de destilado e um decréscimo de 3,66 wt.% (diferença) em relação ao regime estacionário de referência. Estes valores são levemente inferiores aos observados para a unidade de destilação Unitubular (vide seção 4.2.4). Tal observação pode ser estendida para os resultados referentes à configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, em que se obteve um aumento percentual de 65% no valor da vazão mássica de destilado e um decréscimo de 2,52 wt.% (diferença) em relação ao regime estacionário de referência, conforme o disposto na Tabela 4-23. Verifica-se também que o aumento de temperatura da corrente de destilado é proporcional ao aumento da temperatura da corrente de alimentação.

#### **4.3.5 Considerações finais acerca da resposta transiente da unidade de destilação Multitubular**

Enfatiza-se o fato de que, de um modo geral, a unidade de destilação Multitubular com a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico apresentou dinâmicas mais rápidas, as quais eram, de certo modo previstas, em razão de uma coluna de destilação de filme descendente com aquecimento isotérmico (devido à limitação de refluxo interno) se comportar de maneira similar a um evaporador de filme descendente, conforme exposto anteriormente por diversos estudos (PARISOTTO, 2013; PERUZZO, 2013; PARRA, 2017). Soma-se a isso, o fato da câmara de vapor operando com perfil axial de temperatura apresentar maior resistência à transferência de calor, que é associada com a presença dos gases não condensáveis (ar) próximos à película de condensação, uma vez que atuam como uma resistência adicional à transferência de calor, reduzindo a taxa de troca térmica (BATTISTI *et al.*, 2020b). Com uma menor taxa de troca térmica, presume-se que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura propicia respostas transientes mais longas.

Vale destacar, ainda, que o comportamento dinâmico da unidade de destilação Multitubular, quando comparada com o comportamento de uma unidade de destilação convencional (dados da literatura), apresentou tendência positiva à obtenção de respostas mais rápidas.

#### 4.3.6 Considerações acerca da transferência de calor nas unidades de destilação Unitubular e Multitubular

Na Tabela 4-24, apresentam-se os valores estimados para os números de Reynolds e Nusselt, e coeficientes locais de transferência de calor, considerando as unidades de destilação Unitubular e Multitubular em regime estacionário antes e após a aplicação das perturbações. Nesta, denominou-se as perturbações na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, na potência fornecida para a câmara de vapor, na vazão de alimentação e na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, como sendo Perturbação 1, Perturbação 2, Perturbação 3, e Perturbação 4, respectivamente.

Na condição de referência para a unidade de destilação Unitubular, observou-se um valor de número de Reynolds menor que 1200 para a seção de entrada e ficou entre 1200 e 1300 para a seção de saída. Assim, nesta condição definiu-se um padrão de escoamento laminar para a seção de entrada e uma zona de transição do escoamento laminar ao turbulento para a seção de saída, de acordo com a literatura (HAIDL *et al.*, 2016). Observou-se que a unidade de destilação Unitubular após a perturbação na vazão de alimentação apresentou valores para o número de Reynolds maiores que 1700. Tal característica indicou que a unidade de destilação Unitubular apresentou um padrão de escoamento turbulento quando foi fornecida uma vazão de alimentação elevada. Particularmente, no caso para perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação (4), considerando a unidade de destilação Unitubular, o número de Reynolds ficou entre 1200 e 1300, que pertence à zona de transição do escoamento laminar ao turbulento. Tal padrão de escoamento com transição do escoamento laminar ao turbulento (ondas) foi mencionado anteriormente por Marangoni *et al.* (2019a). Constatou-se que, de um modo geral, a unidade de destilação Multitubular sob ambas as configurações de aquecimento apresentou valores de número de Reynolds menores que 1200, indicando um padrão de escoamento laminar (antes e após a aplicação das perturbações).

Os coeficientes locais de transferência de calor na seção de entrada variaram entre 0,54 e 3,33 kW·m<sup>-2</sup>·°C<sup>-1</sup>, e na seção de saída variaram entre 0,64 e 1,95 kW·m<sup>-2</sup>·°C<sup>-1</sup>. Analisando-se a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, percebe-se que os coeficientes locais de transferência de calor da seção de saída foram ligeiramente maiores do que os da seção de entrada, em algumas perturbações mais que o dobro. Os valores encontrados estão dentro da faixa de valores reportados na literatura para separação etanol-

água envolvendo colunas de destilação de filme descendente (MARANGONI *et al.*, 2019b; ALVES *et al.*, 2020a).

Tabela 4-24 – Valores estimados para os números de Reynolds e Nusselt, e coeficientes locais de transferência de calor, considerando as unidades de destilação Unitubular e Multitubular em regime estacionário antes e após a aplicação das perturbações.

	Re <sub>(E)</sub>	Re <sub>(S)</sub>	Nu <sub>(E)</sub>	Nu <sub>(S)</sub>	U <sub>(E)</sub> (kW·m <sup>-2</sup> ·°C <sup>-1</sup> )	U <sub>(S)</sub> (kW·m <sup>-2</sup> ·°C <sup>-1</sup> )
<i>Isotérmico</i>						
Referência (UNI)	1124,66	1234,97	0,175	0,172	0,787	1,711
Perturbação 1	1097,72	1145,73	0,176	0,175	0,829	1,598
Perturbação 2	1128,32	1221,12	0,175	0,172	0,929	1,884
Perturbação 3	1761,74	1937,86	0,159	0,155	0,751	1,955
Perturbação 4	1283,09	1211,54	0,170	0,172	1,256	1,674
Referência (MULTI)	961,93	1054,41	0,181	0,178	0,558	1,207
Perturbação 1	915,32	934,39	0,183	0,183	0,652	1,216
Perturbação 2	966,11	1027,85	0,181	0,179	0,619	1,195
Perturbação 3	1019,04	1124,52	0,179	0,175	0,544	1,179
Perturbação 4	1086,23	1037,53	0,177	0,178	0,856	1,294
<i>Perfil</i>						
Referência (UNI)	1117,31	1291,90	0,175	0,170	0,820	0,933
Perturbação 1	1087,45	1188,13	0,177	0,173	1,049	1,028
Perturbação 2	1133,87	1321,62	0,175	0,169	1,094	1,518
Perturbação 3	1758,24	2018,78	0,159	0,154	0,820	1,091
Perturbação 4	1275,06	1270,09	0,170	0,171	3,328	1,088
Referência (MULTI)	936,68	1065,95	0,182	0,177	0,627	0,744
Perturbação 1	913,35	963,95	0,183	0,181	0,723	0,642
Perturbação 2	962,27	1059,09	0,181	0,178	0,743	0,894
Perturbação 3	1019,83	1162,58	0,179	0,174	0,658	0,797
Perturbação 4	1087,33	1077,95	0,177	0,177	1,998	0,814

Nota: os subscritos (E) e (S) representam as seções de entrada e saída do tubo de destilação, respectivamente.

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

No que se refere ao número de Nusselt, os valores da seção de entrada, em média, foram ligeiramente maiores do que os da seção de saída. Considerando que todos os valores de número de Nusselt foram menores que 1, pode-se inferir que a transferência de calor entre a câmara de vapor e os tubos de destilação é do tipo condutiva em ambas as unidades de destilação, estando em concordância com estudos anteriores (MARANGONI *et al.*, 2019a; ALVES *et al.*, 2020a).

#### 4.4 CARACTERIZAÇÃO DO COMPORTAMENTO DINÂMICO POR FUNÇÕES DE TRANSFERÊNCIA

Os parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem e segunda ordem (MSO) foram calculados mediante emprego da ferramenta computacional *System Identification Toolbox* disponível no *software* MatLab. As funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO), que são correlações cruzadas entre dados experimentais de entrada e saída, foram ajustadas a resposta dinâmica experimental das unidades piloto de destilação Destubcal em termos das temperaturas internas da coluna de destilação ( $T_B$  - temperatura da base e  $T_V$  - temperatura do vapor rico em etanol). Convém ressaltar que, em ambas as unidades de destilação bem como em cada configuração de aquecimento, a resposta dinâmica experimental utilizada para ajuste das funções de transferência é a média de três experimentos (repetições).

##### 4.4.1 Resposta transiente para unidade de destilação Unitubular

Os parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem e segunda ordem ajustadas a resposta transiente experimental da unidade de destilação Unitubular para as perturbações aplicadas na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, na potência fornecida para o evaporador, na vazão de alimentação e na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as duas configurações de aquecimento, são resumidos na Tabela 4-25, Tabela 4-26, Tabela 4-27 e Tabela 4-28, respectivamente. Todos os valores para as constantes de tempo do processo são apresentados em minutos.

Para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação (Tabela 4-25), observou-se um sinal negativo no ganho do processo em estado estacionário, tendo sido este mais acentuado na configuração de aquecimento isotérmico. Com base nos valores das constantes de tempo do processo, as respostas obtidas para a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura apresentam um período transiente mais longo. De acordo com os valores do fator de amortecimento ( $\xi > 1$ ), sugere-se que a resposta dinâmica da unidade de destilação Unitubular frente à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação é do tipo sobre-amortecida.

Tabela 4-25 – Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Unitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura.

Modelo	Parâmetros	Isotérmico		Perfil	
		T <sub>B</sub> (°C)	T <sub>V</sub> (°C)	T <sub>B</sub> (°C)	T <sub>V</sub> (°C)
MPO	$K_p$	-0,3598	-0,3409	-0,3349	-0,1718
	$\tau_p$ (min)	2,2553	1,2329	5,7113	3,8890
	<i>Fit</i> (%)	90,99	83,78	95,22	83,11
MSO	$K_p$	-0,3598	-0,3409	-0,3349	-0,1718
	$\tau_{p1}$ (min)	2,2554	1,2337	5,7113	3,8887
	$\tau_{p2}$ (min)	5,45E-08	3,41E-05	1,69E-06	1,50E-05
	<i>Fit</i> (%)	90,92	83,65	95,22	83,11

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Para a perturbação na potência fornecida para o evaporador (Tabela 4-26), observou-se que os maiores valores de constante de tempo do processo foram obtidos a partir das respostas experimentais sob a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura, que sugere um período transiente mais longo. Considerando os valores do fator de amortecimento obtidos ( $\xi > 1$ ), infere-se que a resposta dinâmica da unidade de destilação Unitubular frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador é do tipo sobre-amortecida.

Tabela 4-26 – Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Unitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura.

Modelo	Parâmetros	Isotérmico		Perfil	
		$T_B$ (°C)	$T_V$ (°C)	$T_B$ (°C)	$T_V$ (°C)
MPO	$K_p$	0,2772	0,3018	0,2972	0,1875
	$\tau_p$ (min)	6,5478	5,9212	8,9723	8,8659
	<i>Fit</i> (%)	97,77	96,84	96,68	96,87
MSO	$K_p$	0,2772	0,3018	0,2972	0,1875
	$\tau_{p1}$ (min)	6,5478	5,9212	8,9723	8,8659
	$\tau_{p2}$ (min)	4,18E-06	3,41E-05	3,24E-08	3,20E-05
	<i>Fit</i> (%)	97,76	96,83	96,68	96,86

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Para a perturbação na vazão de alimentação (Tabela 4-27), observou-se um sinal negativo no ganho do processo em estado estacionário, sendo uma ordem de magnitude abaixo das outras perturbações. Vale destacar que a resposta dinâmica da unidade de destilação Unitubular frente à perturbação na vazão de alimentação (com  $\xi > 1$ ) é do tipo sobre-amortecida, conforme indicado por Howard & Cooper (2010), à exceção da temperatura da base na configuração de aquecimento isotérmico que apresentou  $\xi = 1$ , indicando uma resposta com amortecimento crítico.

Tabela 4-27 – Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Unitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na vazão de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura.

Modelo	Parâmetros	Isotérmico		Perfil	
		$T_B$ (°C)	$T_V$ (°C)	$T_B$ (°C)	$T_V$ (°C)
MPO	$K_p$	-0,0238	-0,0109	-0,0202	-0,0271
	$\tau_p$ (min)	7,0842	2,4221	4,0891	7,3900
	<i>Fit</i> (%)	59,73	56,00	68,40	71,15
MSO	$K_p$	-0,0237	-0,0109	-0,0202	-0,0270
	$\tau_{p1}$ (min)	3,5010	2,4201	4,0891	6,2833
	$\tau_{p2}$ (min)	3,5018	7,48E-05	2,73E-06	0,7306
	<i>Fit</i> (%)	63,08	56,00	68,40	71,16

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

No que diz respeito à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação (Tabela 4-28), considerando os valores das constantes de tempo do processo, as respostas obtidas para a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura apresentam um período transiente mais longo. Os valores do fator de amortecimento ( $\xi$ ) calculados foram acima de 1, exceto para a temperatura da base na configuração de aquecimento isotérmico ( $\xi = 1$ , indicando uma resposta com amortecimento crítico). De acordo com Howard & Cooper (2010), uma resposta do tipo sobre-amortecida é esperada para o valor do fator de amortecimento acima de 1.

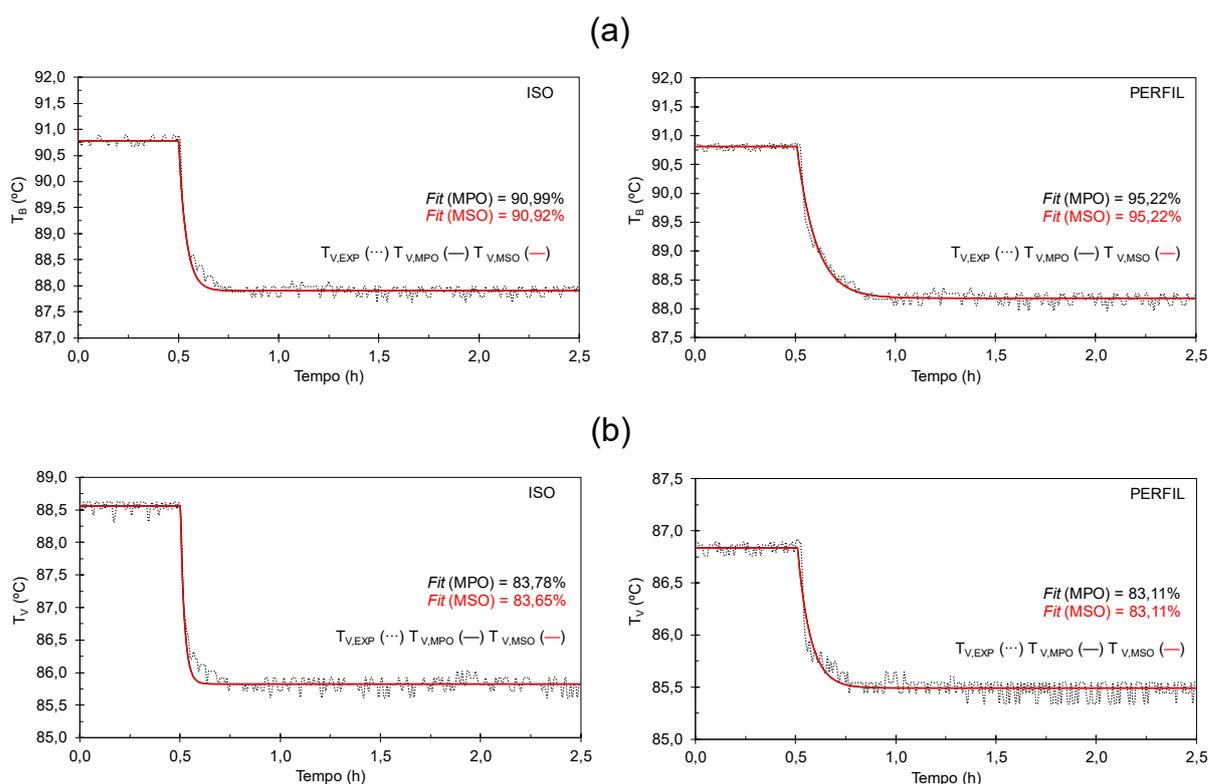
Tabela 4-28 – Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Unitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura.

Modelo	Parâmetros	Isotérmico		Perfil	
		T <sub>B</sub> (°C)	T <sub>V</sub> (°C)	T <sub>B</sub> (°C)	T <sub>V</sub> (°C)
MPO	$K_p$	0,1324	0,1276	0,1067	0,1576
	$\tau_p$ (min)	4,9551	1,4148	6,9207	5,1337
	<i>Fit</i> (%)	84,26	75,13	91,28	92,53
MSO	$K_p$	0,1320	0,1275	0,1069	0,1576
	$\tau_{p1}$ (min)	2,4732	1,0410	6,7147	5,1334
	$\tau_{p2}$ (min)	2,4473	0,3292	0,1853	1,19E-05
	<i>Fit</i> (%)	85,58	75,05	91,31	92,54

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

A resposta da temperatura da câmara de vapor em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, comparando-se as duas configurações de aquecimento, é apresentada na Figura 4-56. Destacam-se coeficientes de ajustes acima ou igual a 83% confirmando que as funções de transferência de baixa ordem foram adequadas para reconstruir respostas dinâmicas experimentais referente às unidades de destilação Unitubular e Multitubular quando submetidas a uma perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação.

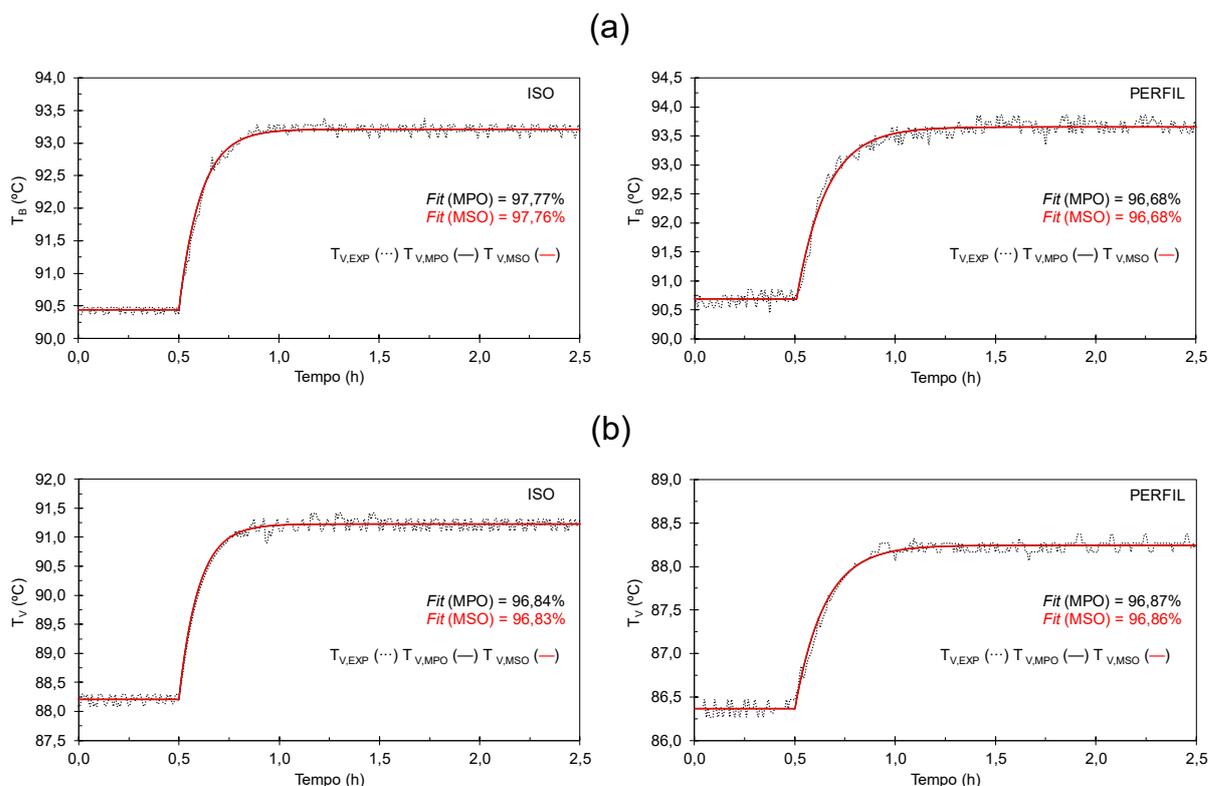
Figura 4-56 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) **(a)** e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) **(b)** (referentes à unidade de destilação Unitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação ao tempo para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Os ajustes dos modelos empíricos as respostas experimentais das temperaturas da base e do vapor rico em etanol referentes à perturbação na potência fornecida para o evaporador, sob as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, seguem representados na Figura 4-57. Para ambas as configurações de aquecimento, as funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) levaram a valores coeficientes de ajuste consideravelmente altos na faixa de 96,6 a 97,8%. Isto indica que ambas as funções de transferência podem reproduzir satisfatoriamente o comportamento dinâmico da unidade de destilação Unitubular frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador na forma das temperaturas da base e do vapor rico em etanol.

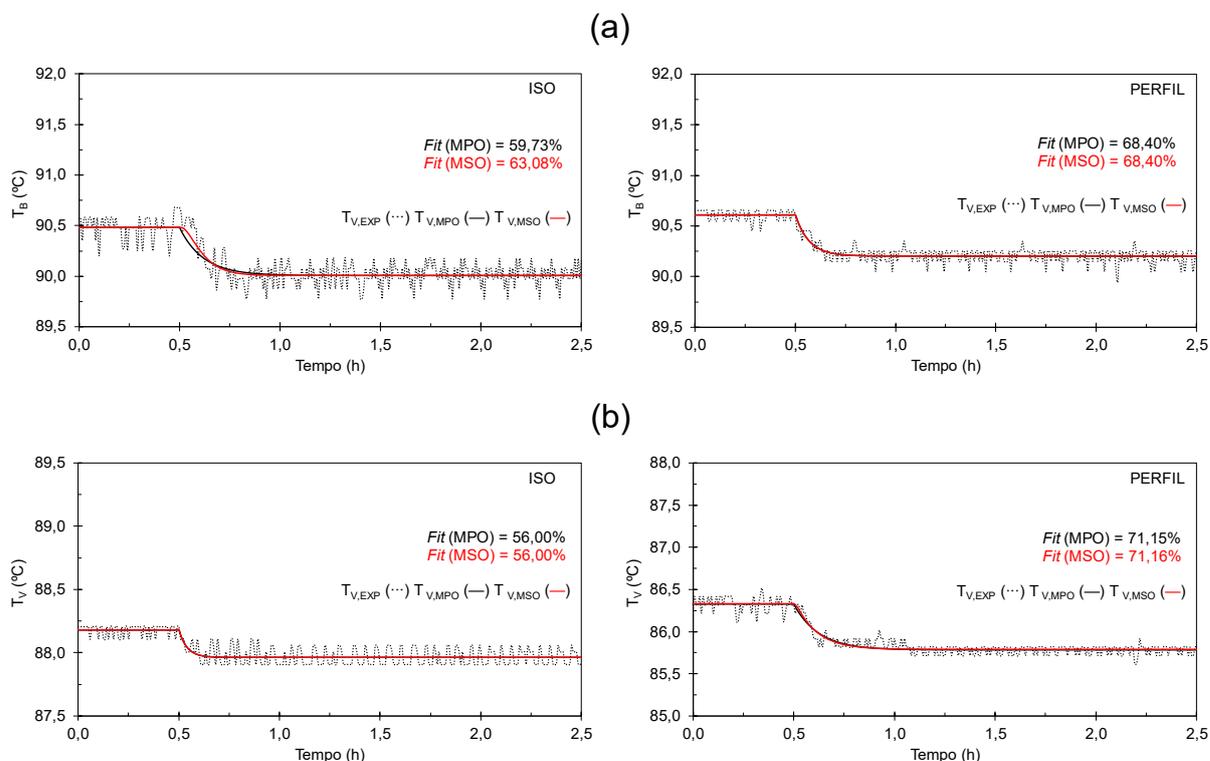
Figura 4-57 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) **(a)** e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) **(b)** (referentes à unidade de destilação Unitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação ao tempo para a perturbação na potência fornecida para o evaporador sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

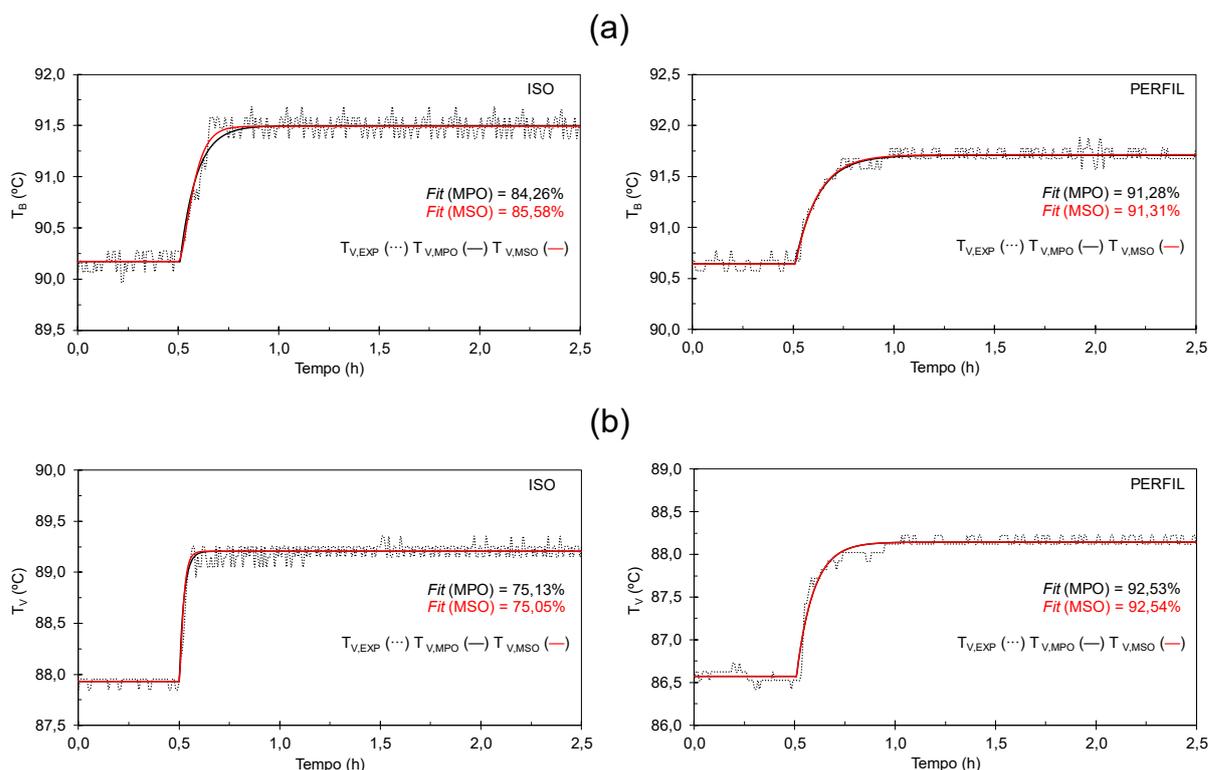
Seguem ilustradas, a sobreposição do comportamento dinâmico das temperaturas da base e do vapor rico em etanol com o comportamento dinâmico reconstruído pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) referentes à perturbação na vazão de alimentação (Figura 4-58) e na pré-aquecimento da corrente de alimentação (Figura 4-59). No que diz respeito à perturbação na vazão de alimentação, os coeficientes de ajuste para as respostas reconstruídas a partir das funções de transferência foram aceitáveis ( $56\% < Fit < 72\%$ ), uma vez que se consegue visualizar que as funções de transferência conseguiram, em média, capturar o comportamento dinâmico experimental. Quanto à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, observou-se que funções de transferência representaram de forma adequada as respostas experimentais, com coeficientes de ajuste satisfatórios ( $Fit > 75\%$ ).

Figura 4-58 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (referentes à unidade de destilação Unitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação a perturbação na vazão de alimentação sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-59 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (referentes à unidade de destilação Unitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

A adequação das funções de transferência de primeira ordem e segunda ordem para reproduzir o comportamento dinâmico das temperaturas da base e do vapor rico em etanol foi confirmada para todas as perturbações aplicadas à unidade de destilação Unitubular. Observou-se que os comportamentos dinâmicos reconstruídos usando as funções de transferência quando comparados com os comportamentos dinâmicos experimentais mostraram excelente concordância entre si, apresentando uma qualidade de ajuste satisfatória ( $Fit > 75\%$ ). Com os valores de coeficiente de ajuste próximos entre si, sugere-se que a função de transferência de primeira ordem é a opção mais simples para o projeto de um sistema controle, uma vez que possui apenas dois parâmetros ajustáveis, enquanto a função de transferência de segunda ordem possui três parâmetros ajustáveis.

#### 4.4.2 Resposta transiente para unidade de destilação Multitubular

Os parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem e segunda ordem ajustadas a resposta transiente experimental da unidade de destilação Multitubular para as perturbações aplicadas na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, na potência fornecida para o evaporador e na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação, comparando-se as duas configurações de aquecimento, são sumarizados na Tabela 4-29, Tabela 4-30 e Tabela 4-31, respectivamente. Todos os valores para as constantes de tempo do processo são expressos em minutos. Vale lembrar que, como reportado no subitem 4.3.3, a aplicação da perturbação na vazão de alimentação não ocasionou mudanças relevantes na resposta transiente experimental da unidade de destilação Multitubular e, desta forma, foi excluída da modelagem empírica.

Tabela 4-29 – Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Multitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura.

Modelo	Parâmetros	Isotérmico		Perfil	
		T <sub>B</sub> (°C)	T <sub>V</sub> (°C)	T <sub>B</sub> (°C)	T <sub>V</sub> (°C)
MPO	$K_p$	-0,3337	-0,3154	-0,3515	-0,1796
	$\tau_p$ (min)	1,7371	1,0707	3,5635	3,7299
	<i>Fit</i> (%)	93,06	85,63	87,72	89,62
MSO	$K_p$	-0,3333	-0,3154	-0,3502	-0,1790
	$\tau_{p1}$ (min)	0,8390	1,0707	1,8179	1,8331
	$\tau_{p2}$ (min)	0,8390	3,43E-10	1,8228	1,8351
	<i>Fit</i> (%)	94,08	85,49	90,94	92,35

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

O sinal negativo observado no ganho do processo em estado estacionário para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação (Tabela 4-29) indica uma interação negativa entre a perturbação e a resposta transiente das temperaturas internas da unidade de destilação Multitubular. A partir da análise dos valores das constantes de tempo do processo é possível inferir que a resposta dinâmica para a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura apresenta um maior período transiente, ou seja, uma resposta dinâmica mais lenta, enquanto a resposta dinâmica para a configuração de aquecimento isotérmico apresenta um período transiente mais curto, ou seja, uma resposta dinâmica mais rápida. Essa conclusão também foi válida para a unidade de destilação Unitubular. Os valores do fator de amortecimento ( $\xi$ ) calculados foram iguais a 1, exceto para a temperatura do vapor rico em etanol na configuração de aquecimento isotérmico ( $\xi > 1$ , indicando uma resposta sobre-amortecida). Segundo Howard & Cooper (2010), uma resposta com amortecimento crítico é prevista para o fator de amortecimento igual a 1.

De acordo com a Tabela 4-30, a resposta dinâmica para a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura apresentou maiores valores de constantes de tempo, implicando numa resposta dinâmica mais lenta. Analisando-se os valores do ganho do processo em estado estacionário é possível inferir que o efeito da perturbação na potência fornecida para o evaporador sobre a coluna de destilação Multitubular foi menor com a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura em relação a configuração de aquecimento isotérmico, especialmente para a temperatura do vapor rico em etanol. Estas observações estão em concordância com os resultados obtidos a partir da unidade de destilação Unitubular. Com base nos valores do fator de amortecimento ( $\xi > 1$ ), a coluna de destilação Multitubular sob ambas as configurações de aquecimento respondeu, de forma sobre-amortecida com respeito as temperaturas da base e do vapor rico em etanol.

Tabela 4-30 – Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Multitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na potência fornecida para o evaporador para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura.

Modelo	Parâmetros	Isotérmico		Perfil	
		T <sub>B</sub> (°C)	T <sub>V</sub> (°C)	T <sub>B</sub> (°C)	T <sub>V</sub> (°C)
MPO	$K_p$	0,2433	0,2437	0,2376	0,1495
	$\tau_p$ (min)	2,0681	2,0562	2,9147	3,4948
	<i>Fit</i> (%)	93,41	95,74	93,95	90,55
MSO	$K_p$	0,2432	0,2437	0,2375	0,1493
	$\tau_{p1}$ (min)	1,8884	1,9351	2,8380	2,8676
	$\tau_{p2}$ (min)	0,1692	0,1159	0,0652	0,5449
	<i>Fit</i> (%)	93,52	95,99	93,96	90,98

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Constata-se a partir Tabela 4-31, considerando os valores das constantes de tempo do processo, que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura apresenta uma resposta dinâmica mais lenta. Observa-se, também, na configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura valores levemente menores para o ganho do processo em estado estacionário. Os valores do fator de amortecimento ( $\xi$ ) estimados a partir das constantes de tempo para a função de transferência de segunda ordem foram acima de 1, indicando que a resposta da dinâmica da unidade de destilação Multitubular frente à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação é do tipo sobre-amortecida.

De um modo geral, o conceito de identificação aproximada com base nas funções de transferência de baixa ordem mostrou-se altamente relevante na interpretação qualitativa das características dinâmicas do processo a partir dos dados de constantes de tempo e o ganho do processo. Outra vantagem que apresenta a modelagem empírica é que os modelos utilizados são baseados somente nas relações de causa e efeito entre as variáveis de entrada e de saída do sistema, e não necessitam de informações fenomenológicas detalhadas sobre o processo.

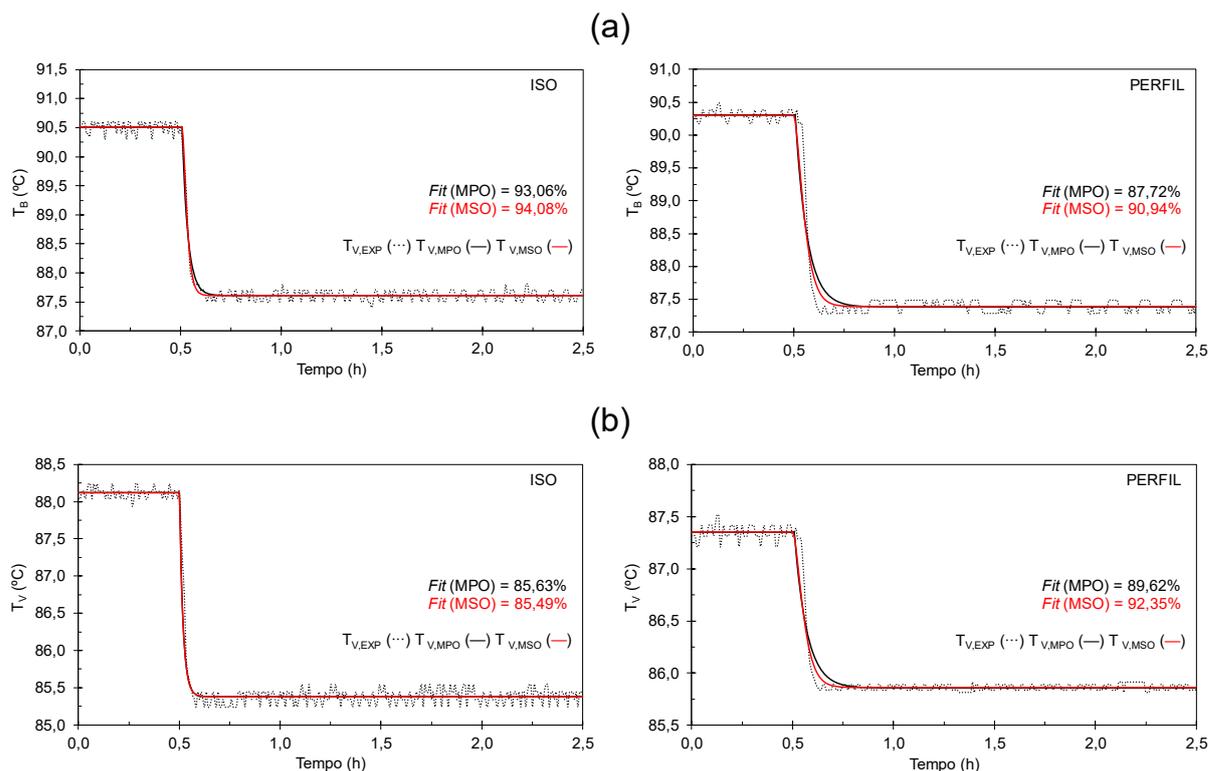
Tabela 4-31 – Parâmetros empíricos das funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) ajustadas a resposta dinâmica experimental (referente à unidade de destilação Multitubular) e qualidade do ajuste em relação a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação para comparação entre as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura.

Modelo	Parâmetros	Isotérmico		Perfil	
		T <sub>B</sub> (°C)	T <sub>V</sub> (°C)	T <sub>B</sub> (°C)	T <sub>V</sub> (°C)
MPO	$K_p$	0,2504	0,2642	0,2404	0,2534
	$\tau_p$ (min)	9,2162	7,7379	11,6563	11,0181
	<i>Fit</i> (%)	97,51	95,42	95,48	95,22
MSO	$K_p$	0,2504	0,2642	0,2404	0,2534
	$\tau_{p1}$ (min)	9,2162	7,7379	1,00E-06	11,0181
	$\tau_{p2}$ (min)	4,68E-08	3,35E-07	11,6563	9,30E-06
	<i>Fit</i> (%)	97,50	95,42	95,48	95,22

Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Segue ilustrada a sobreposição do comportamento dinâmico das temperaturas da base e do vapor rico em etanol com o comportamento dinâmico reconstruído pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) referente à perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação (Figura 4-60). Os coeficientes de ajuste para as respostas obtidas a partir das funções de transferência foram superiores a 85,4%, indicando uma equivalência satisfatória entre o comportamento dinâmico experimental e reconstruído. Vale notar que os coeficientes de ajuste para a função de transferência de segunda ordem são levemente superiores aos obtidos a partir da função de transferência de primeira ordem.

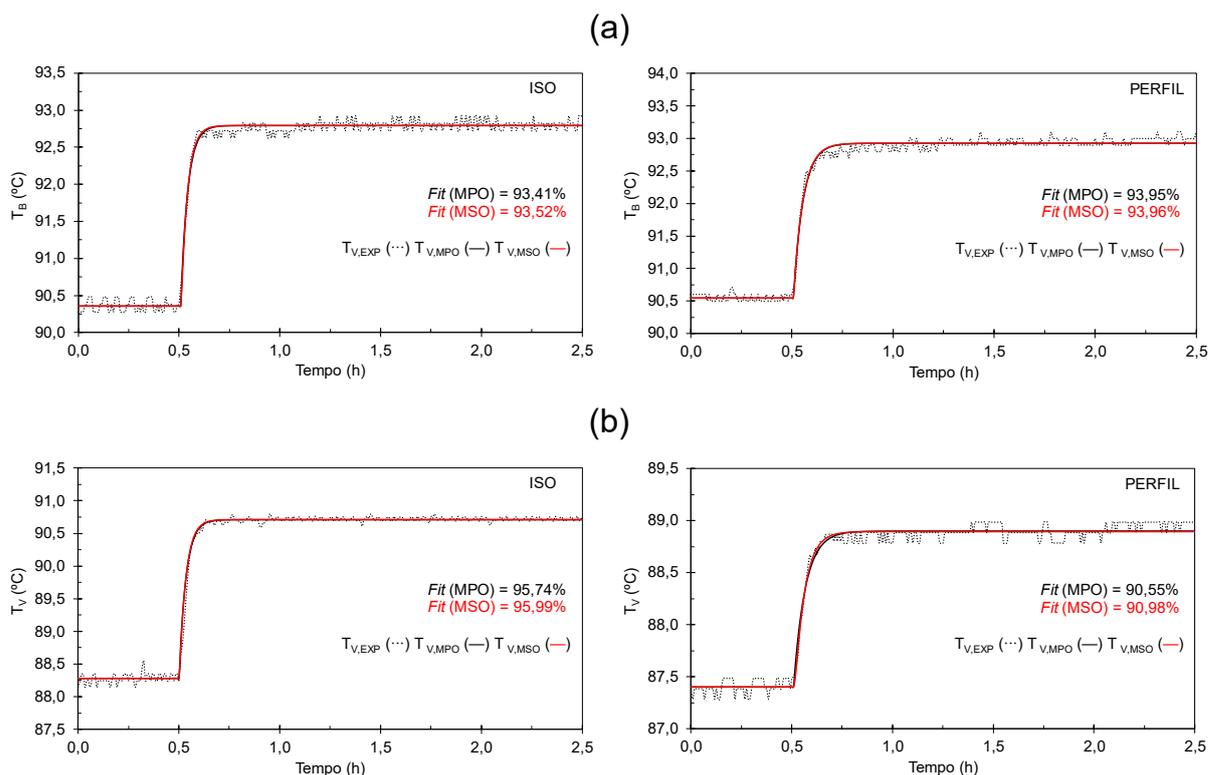
Figura 4-60 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (referentes à unidade de destilação Multitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação ao tempo para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Têm-se ilustrados, na Figura 4-61, os ajustes dos modelos empíricos de baixa ordem às respostas experimentais das temperaturas da base e do vapor rico em etanol referentes à perturbação na potência fornecida para o evaporador, comparando-se as funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO). Os valores obtidos para o coeficiente de ajuste foram razoáveis ( $Fit > 90,5\%$ ), indicando que as funções de transferência de primeira e segunda ordem poderiam ser aplicadas de forma satisfatória para descrever o comportamento dinâmico experimental frente à perturbação na potência fornecida para o evaporador nas condições estudadas.

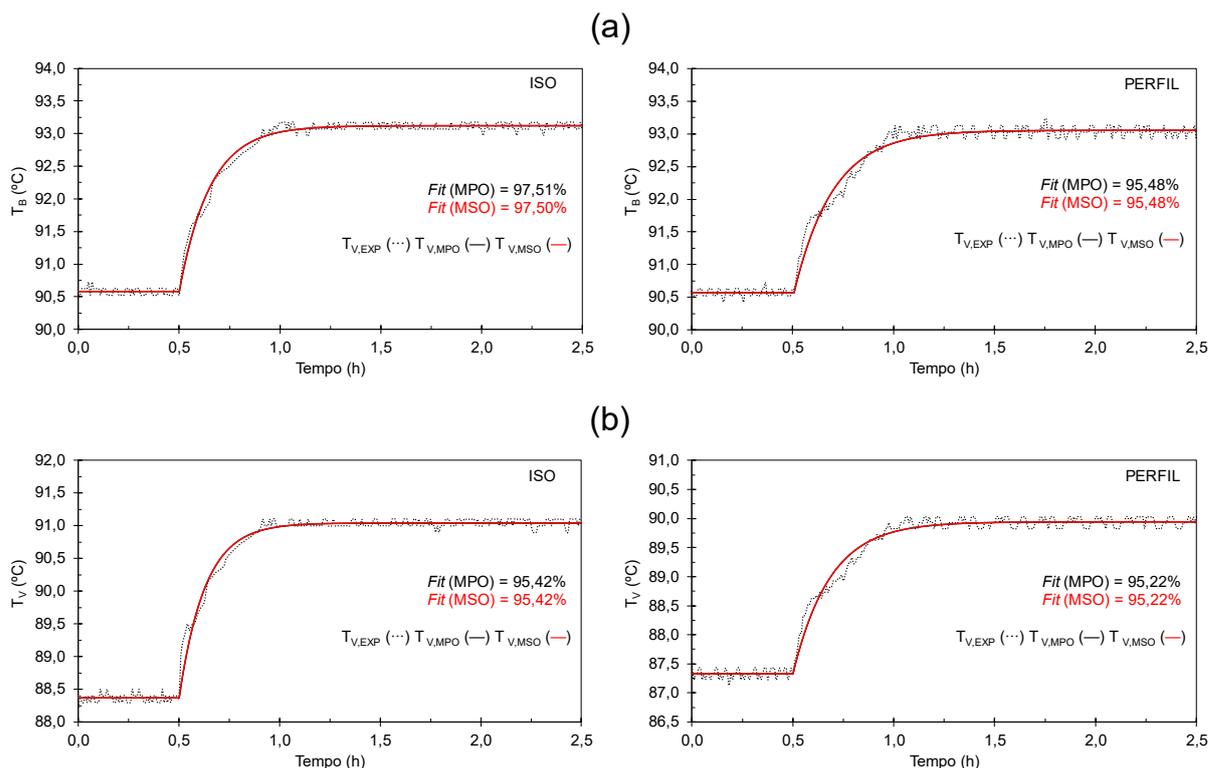
Figura 4-61 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (referentes à unidade de destilação Multitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação ao tempo para a perturbação na potência fornecida para o evaporador sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Segue ilustrada, na Figura 4-62, a sobreposição do comportamento dinâmico das temperaturas da base e do vapor rico em etanol com o comportamento dinâmico reconstruído pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) referentes à perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação. Os coeficientes de ajuste para as respostas obtidas a partir das funções de transferência foram superiores a 95,2%, indicando uma reprodução adequada do comportamento dinâmico experimental. Dessa forma, modelos empíricos simplificados podem ser ferramentas adequadas para descrever a resposta dinâmica não-linear de um sistema intensificado de destilação de destilação de película descendente, mostrando-se, assim, altamente relevantes para o projeto de sistemas de controle.

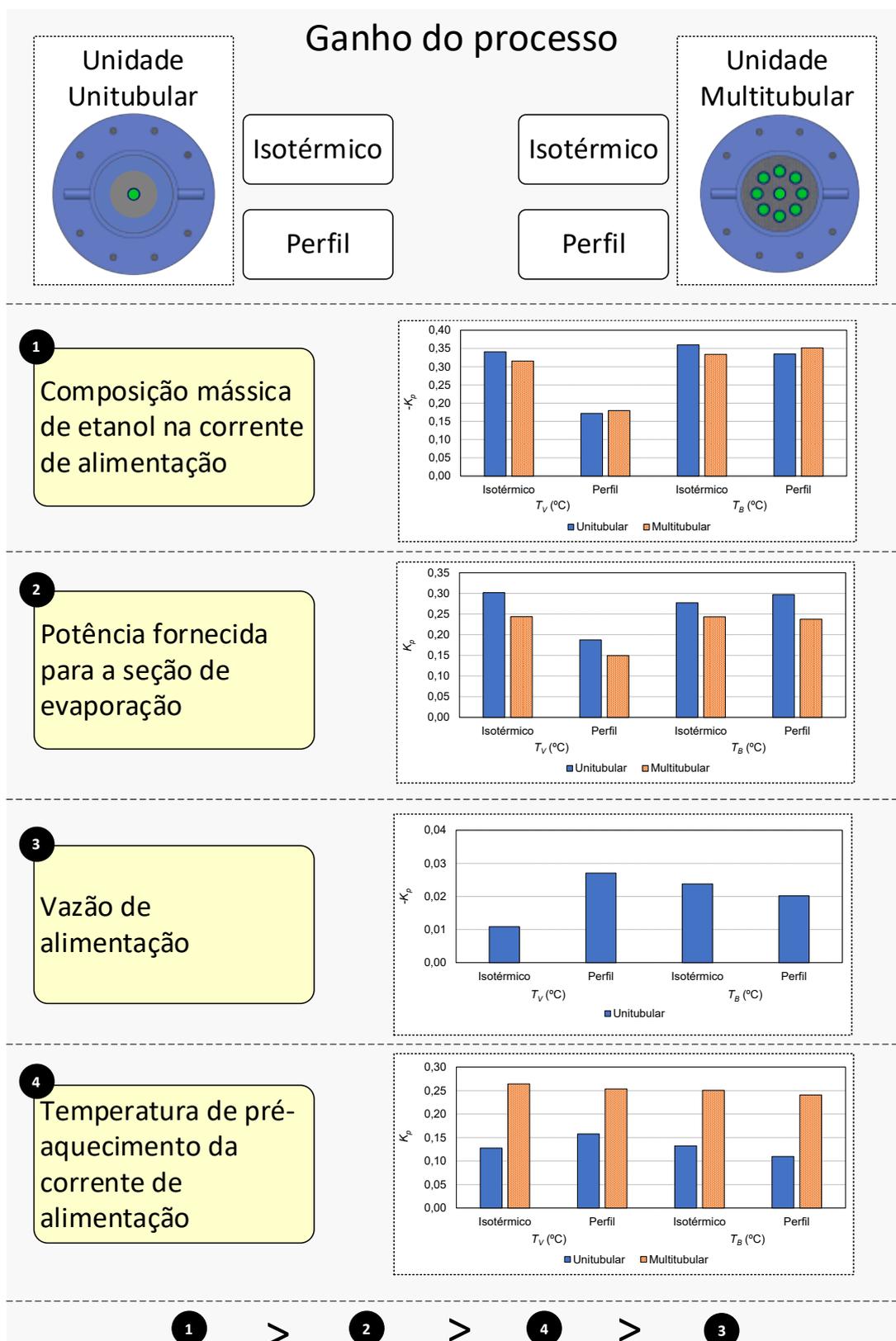
Figura 4-62 – Comparação entre as respostas experimentais das temperaturas da base ( $T_B$ ) (a) e do vapor rico em etanol ( $T_V$ ) (b) (referentes à unidade de destilação Multitubular) e as respostas reconstruídas pelas funções de transferência de primeira ordem (MPO) e segunda ordem (MSO) em relação ao tempo para a perturbação na temperatura de pré-aquecimento da corrente de alimentação sob as configurações de aquecimento isotérmico (ISO) e com perfil axial de temperatura (PERFIL).



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

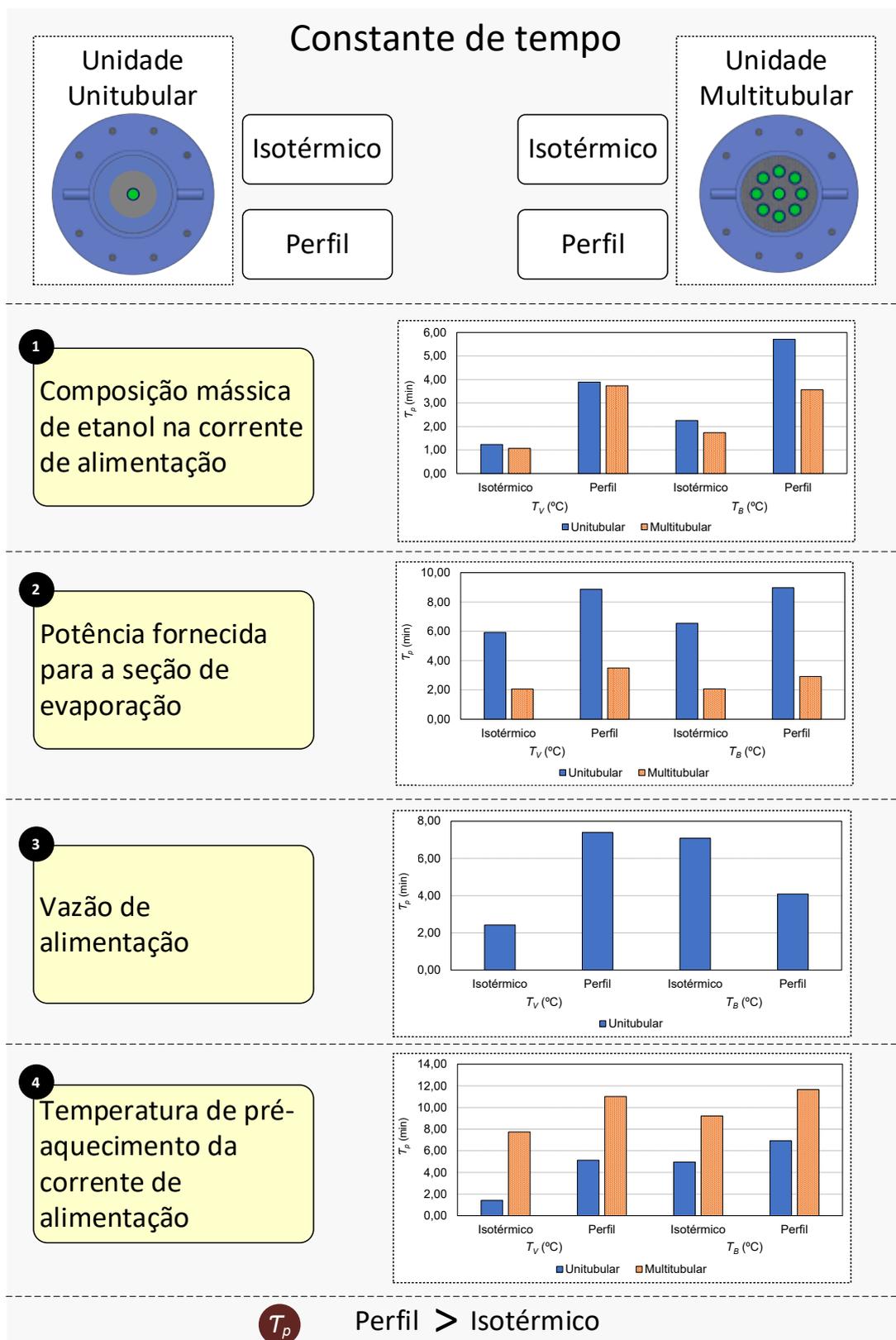
Características dinâmicas essenciais das unidades de destilação Destubcal foram elucidadas a partir da interpretação dos valores calculados para os parâmetros das funções de transferência (considerando o modelo de primeira ordem). A seguir são apresentadas ilustrações que resumem os principais resultados alcançados a partir da modelagem empírica das duas unidades piloto de destilação de película descendente assistidas por termossifão em termos de ganhos do processo em estado estacionário (Figura 4-63) e constantes de tempo (Figura 4-64). O maior ganho do processo em estado estacionário foi observado para a perturbação na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, porém com um efeito negativo sobre a resposta dinâmica da unidade. Tem-se ainda que, ao aplicar quaisquer uma das perturbações, um novo estado estacionário é alcançado mais lentamente para a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura.

Figura 4-63 – Ganhos do processo em estado estacionário obtidos a partir do comportamento dinâmico das unidades de destilação Unitubular e Multitubular.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

Figura 4-64 – Constantes de tempo obtidas a partir do comportamento dinâmico das unidades de destilação Unitubular e Multitubular.



Fonte: Elaborada pelo Autor (2021).

## 5 CONCLUSÃO

Um entendimento aprofundado a respeito da operação da partida é efetivamente útil para garantir um processo de separação eficiente, evitando produção fora de especificação e um gasto considerável de energia. Os resultados experimentais obtidos neste estudo seguem que a operação de partida, em ambas as unidades de destilação Destubcal, foi caracterizada como tendo três fases distintas: (1) fase descontínua; (2) fase semicontínua; e (3) fase contínua. Comparando-se as configurações de aquecimento isotérmico e com perfil axial de temperatura, foi evidenciado uma ligeira tendência a se obter dinâmicas de inicialização mais rápidas para a configuração de aquecimento isotérmico. Contudo, quando se analisa demanda energética, concluiu-se que a configuração de aquecimento com perfil axial de temperatura se apresentou mais vantajosa energeticamente que a configuração de aquecimento isotérmico durante a operação de partida das unidades de destilação por filme descendente Unitubular e Multitubular. Confrontando-se as unidades de destilação Unitubular e Multitubular frente à operação da partida, não se revelaram diferenças relevantes entre estas quanto ao tempo requerido para estabelecimento de cada fase. Contudo, concluiu-se que a unidade de destilação Multitubular demanda menos energia para produzir uma quantidade similar de vazão de destilado em relação à unidade de destilação Unitubular. Comprovando que unidade de destilação Multitubular é capaz de aliar aumento na produtividade com menor requerimento energético. Por fim, a avaliação da operação da partida é concluída apresentando a tecnologia de destilação de filme descendente energeticamente intensificada como uma opção promissora para substituir as colunas de destilação convencionais. Esse cenário, é fomentado pelo fato que, quando comparada com uma coluna de destilação convencional, o uso da tecnologia de destilação de filme descendente energeticamente intensificada favoreceu uma inicialização mais rápida, uma vez que não existe o atraso hidráulico causado pela soma do tempo morto de cada estágio de separação que é uma característica das colunas de destilação convencionais. Soma-se a isso, que a destilação de filme descendente intensificada se apresentou como uma opção promissora para o enriquecimento de etanol, em que uma economia de energia de 15,06% e redução de 62,96% na altura do equipamento de destilação podem ser alcançadas em comparação com uma coluna de destilação convencional.

Com a realização deste estudo, é possível concluir que existe um grande potencial na tecnologia de destilação por filme descendente intensificada energeticamente, para obtenção

de dinâmicas mais rápidas frente a possíveis perturbações, em comparação com colunas de destilação convencionais. Uma vez que, os resultados permitem concluir que o termossifão bifásico é altamente vantajoso no âmbito energético e prova-se agora com dinâmicas mais rápidas para o fornecimento de calor para a unidade de destilação. Referente à unidade de destilação Unitubular, as respostas obtidas permitem concluir que: (a) das configurações de aquecimento, a configuração de aquecimento isotérmico apresentou dinâmicas mais rápidas; (b) todas as perturbações aplicadas resultaram em novos pontos de operação do processo, isto é, foram estabelecidos novos estados estacionários que são diferentes da condição de referência; (c) exceto na perturbação positiva na composição mássica de etanol na corrente de alimentação, todas as outras perturbações levaram a diminuição da qualidade do destilado, contudo, favoreceram a maior produtividade de destilado. De um modo geral, a unidade de destilação Multitubular acompanhou as respostas observadas para a unidade de destilação Unitubular. Por fim, como principal resultado, foi evidenciado que, através das respostas transientes obtidas, a câmara de vapor operando sob a configuração de aquecimento isotérmico apresentou dinâmicas mais rápidas, em ambas as unidades de destilação Destubcal. Para explicar tal comportamento, sugere-se duas explicações preponderantes: de um lado, uma coluna destilação de filme descendente com aquecimento isotérmico, devido à ausência de refluxo interno, se aproxima de um evaporador de filme descendente; por outro lado, uma coluna destilação de filme descendente com aquecimento isotérmico, devido à ausência de gases não-condensáveis dentro da câmara de vapor, apresenta a maior taxa de troca térmica a partir da câmara de vapor para o(s) tubo(s) de destilação.

Por fim, foi realizada a caracterização do comportamento dinâmico por funções de transferência. Com a modelagem empírica, comprovou-se que um modelo simplificado de primeira ordem conseguiu capturar adequadamente a resposta dinâmica não-linear das colunas de destilação por filme descendente intensificadas energeticamente. Foi também concluído, que o conceito de identificação aproximada com base nas funções de transferência de baixa ordem mostrou-se útil na interpretação qualitativa das características dinâmicas do processo a partir dos dados de constantes de tempo e o ganho do processo.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- i. Estudar a viabilidade econômico-financeira para implantação de unidades de destilação de filme descendente intensificadas energeticamente em ambiente industrial.
- ii. Avaliar o potencial de aumento da capacidade de separação através de superfícies especiais com rugosidade ou estruturadas.
- iii. Estimar a eficiência termodinâmica das unidades de destilação de filme descendente intensificadas energeticamente
- iv. Desenvolver modelos fenomenológicos para o processo de destilação de filme descendente assistido por termossifões bifásicos.
- v. Comparar os possíveis impactos ambientais associados a produção de etanol hidratado utilizando colunas de destilação de filme descendente intensificadas energeticamente em relação a colunas de destilação convencionais através de Análise do Ciclo de Vida (*Life Cycle Analysis – LCA*).
- vi. Avaliar a viabilidade técnica da destilação de filme descendente intensificada energeticamente aplicada à dessalinização de água salgada visando obter água potável.

## REFERÊNCIAS

ABUSHWIREB, F.; ELAKRAMI, H.; EMTIR, M. Recovery of aromatics from pyrolysis gasoline by conventional and energy-integrated extractive distillation. **Computer Aided Chemical Engineering**, v. 24, p. 1071–1076, 2007. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/S1570-7946\(07\)80203-3](http://dx.doi.org/10.1016/S1570-7946(07)80203-3).

AGRAWAL, R.; FIDKOWSKI, Z. T. On the use of intermediate reboilers in the rectifying section and condensers in the stripping section of a distillation column. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 35, n. 8, p. 2801–2807, 1996. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie9601312>.

ALVES, J. L. F.; DA SILVA FILHO, V. F.; MACHADO, R. A. F.; MARANGONI, C. Ethanol enrichment from an aqueous stream using an innovative multi-tube falling film distillation column equipped with a biphasic thermosiphon. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 139, p. 69–75, 2020a. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.psep.2020.03.039>.

ALVES, J. L. F.; DA SILVA, J. C. G.; MUMBACH, G. D.; DA SILVA FILHO, V. F.; DI DOMENICO, M.; DE SENA, R. F.; BOLZAN, A.; MACHADO, R. A. F.; MARANGONI, C. Thermo-kinetic investigation of the multi-step pyrolysis of smoked cigarette butts towards its energy recovery potential. **Biomass Conversion and Biorefinery**, 2020b. Biomass Conversion and Biorefinery. <http://dx.doi.org/10.1007/s13399-020-01077-2>.

ANDRE, H.; RITTER, R. A. Dynamic response of a double effect evaporator. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 46, n. 4, p. 259–264, 1968. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/cjce.5450460409>.

ANVISA. Anexo 8 - Alcoometria. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Disponível em: <[http://Www.Anvisa.Gov.Br/Hotsite/Farmacopeiabrasileira/Arquivos/Cp38\\_2010\\_anexos/Alcoometria.Pdf](http://Www.Anvisa.Gov.Br/Hotsite/Farmacopeiabrasileira/Arquivos/Cp38_2010_anexos/Alcoometria.Pdf)>. Acessado: 30.11.2020. 2010. [s.n.].

ASPRION, N.; KAIBEL, G. Dividing wall columns: Fundamentals and recent advances. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 49, n. 2, p. 139–146, 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cep.2010.01.013>.

BABER, M. F.; GERSTER, J. A. Experimental transient response of a pilot-plant distillation column: Part II. Response to liquid and vapor rate perturbations. **AIChE Journal**, v. 8, n. 3, p. 407–415, 1962. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/aic.690080329>.

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 vapor phase. **Computers and Chemical Engineering**, v. 24, n. 2–7, p. 1309–1315, 2000. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/S0098-1354\(00\)00392-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0098-1354(00)00392-6).

BATTISTI, R.; CLAUMANN, C. A.; MANENTI, F.; MACHADO, R. A. F.; MARANGONI, C. Dynamic modeling with experimental validation and control of a two-phase closed thermosyphon as heat supplier of a novel pilot-scale falling film distillation unit. **Computers & Chemical Engineering**, v. 143, p. 107078, 2020a. Elsevier Ltd. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compchemeng.2020.107078>.

BATTISTI, R.; CLAUMANN, C. A.; MANENTI, F.; MACHADO, R. A. F.; MARANGONI, C. Machine learning modeling and genetic algorithm-based optimization of a novel pilot-scale thermosyphon-assisted falling film distillation unit. **Separation and Purification Technology**, v. 259, n. 15 March 2021, p. 118122, 2021. Elsevier B.V. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2020.118122>.

BATTISTI, R.; MILANEZ, K. W.; MANTELLI, M. B. H.; DOS SANTOS, M. C.; MEDINA, L. C.; MARANGONI, C.; MACHADO, R. A. F. Energy conditions assessment of a two-phase annular thermosyphon used as heat supplier for a new pilot-scale falling film distillation unit. **Thermal Science and Engineering Progress**, v. 19, n. February, p. 100648, 2020b. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tsep.2020.100648>.

BISGAARD, T.; HUUSOM, J. K.; ABILDSKOV, J. Dynamic effects of diabatization in distillation columns. **Computer Aided Chemical Engineering**, v. 32, p. 1015–1020, 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-444-63234-0.50170-6>.

BISGAARD, T.; SKOGESTAD, S.; ABILDSKOV, J.; HUUSOM, J. K. Optimal operation and stabilising control of the concentric heat-integrated distillation column (HIDiC). **Computers & Chemical Engineering**, v. 96, p. 196–211, 2017. Elsevier Ltd. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compchemeng.2016.09.020>.

BOJNOURD, F. M.; FANAIEI, M. A.; ZOHREIE, H. Mathematical modelling and dynamic simulation of multi-effect falling-film evaporator for milk powder production. **Mathematical and Computer Modelling of Dynamical Systems**, v. 21, n. 4, p. 336–358, 2015. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/13873954.2014.980276>.

BORGARELLO, A. V.; MEZZA, G. N.; PRAMPARO, M. C.; GAYOL, M. F. Thymol enrichment from oregano essential oil by molecular distillation. **Separation and Purification Technology**, v. 153, p. 60–66, 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2015.08.035>.

BRUINSMA, O. S. L.; KRIKKEN, T.; COT, J.; SARIĆ, M.; TROMP, S. A.; OLUJIĆ, Ž.; STANKIEWICZ, A. I. The structured heat integrated distillation column. **Chemical**

**Engineering Research and Design**, v. 90, n. 4, p. 458–470, 2012. el. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cherd.2011.08.023>.

CANALES, E. R.; MÁRUEZ, F. E. Operation and Experimental Results on a Vapor Recompression Pilot Plant Distillation Column. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 31, n. 11, p. 2547–2555, 1992. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1021/ie00011a020>.

CERMAK, S. C.; ISBELL, T. A. Pilot-plant distillation of meadowfoam fatty acids. **Industrial Crops and Products**, v. 15, n. 2, p. 145–154, 2002. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/S0926-6690\(01\)00105-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0926-6690(01)00105-4).

CHAN, L. L. T.; CHEN, J. Economic model predictive control of distillation startup based on probabilistic approach. **Chemical Engineering Science**, v. 186, p. 26–35, 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2018.04.013>.

CHEN, F.; CAI, T.; ZHAO, G.; LIAO, X.; GUO, L.; HU, X. Optimizing conditions for the purification of crude octacosanol extract from rice bran wax by molecular distillation analyzed using response surface methodology. **Journal of Food Engineering**, v. 70, n. 1, p. 47–53, 2005. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.09.011>.

CHEN, F.; WANG, Z.; ZHAO, G.; LIAO, X.; CAI, T.; GUO, L.; HU, X. Purification process of octacosanol extracts from rice bran wax by molecular distillation. **Journal of Food Engineering**, v. 79, n. 1, p. 63–68, 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.01.030>.

CLAUMANN, C. A.; BATTISTI, R.; PERUZZO, T.; BOLZAN, A.; MARANGONI, C.; MACHADO, R. A. F. Nonequilibrium Stage Based Modeling of a Falling Film Distillation Unit. **Theoretical Foundations of Chemical Engineering**, v. 54, n. 6, p. 1156–1172, 2020. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1134/S0040579520060147>.

CONG, H.; LI, X.; LI, H.; MURPHY, J. P.; GAO, X. Performance analysis and structural optimization of multi-tube type heat integrated distillation column (HIDiC). **Separation and Purification Technology**, v. 188, p. 303–315, 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2017.07.047>.

CVENGRO, J.; MRÁZEK, M.; KMETTY, G. Vitamin K1 purification process in a molecular evaporator. **Chemical Papers**, v. 53, n. 2, p. 102–106, 1999. De Gruyter Open.

DA SILVA FILHO, V. F. **Separação de compostos aromáticos em unidades de destilação por filme descendente**. 2018. 110f. Tese (Doutorado) - Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2018. <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/194382>

DA SILVA FILHO, V. F.; ALVES, J. L. F.; REUS, G. F.; MACHADO, R. A. F.; MARANGONI, C.; BOLZAN, A. Experimental evaluation of the separation of aromatic compounds using falling film distillation on a pilot scale. **Chemical Engineering and Processing - Process Intensification**, v. 130, n. May, p. 296–308, 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cep.2018.06.026>.

DE FARIAS NETO, G. W.; BRITO, R. P.; DANTAS, S. R.; OLIVEIRA, R. M. L. Efeito da pressão sobre dinâmica e controle de coluna de destilação com retirada lateral. In: Anais do Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica - Cobeq IC 2015, 1990, São Paulo. **Anais...** São Paulo: Editora Edgard Blücher, 2015. <http://dx.doi.org/10.5151/chemeng-cobeqic2015-465-34090-262035>.

DE KOEIJER, G. M.; KJELSTRUP, S. Minimizing entropy production rate in binary tray distillation. **International Journal of Applied Thermodynamics**, v. 3, n. 3, p. 105–110, 2000. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.5541/ijot.1034000039>.

DE KOEIJER, G.; RIVERO, R. Entropy production and exergy loss in experimental distillation columns. **Chemical Engineering Science**, v. 58, n. 8, p. 1587–1597, 2003. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/S0009-2509\(02\)00627-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0009-2509(02)00627-9).

DE KOEIJER, G.; RØSJORDE, A.; KJELSTRUP, S. Distribution of heat exchange in optimum diabatic distillation columns. **Energy**, v. 29, n. 12- 15 SPEC. ISS., p. 2425–2440, 2004. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.energy.2004.03.034>.

DEJANOVIC, I.; MATIJASEVIC, L.; OLUJIC, Z. Dividing wall column-A breakthrough towards sustainable distilling. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 49, n. 6, p. 559–580, 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cep.2010.04.001>.

EDEN, M. R.; KOGGERSBØL, A.; HALLAGER, L.; JØRGENSEN, S. B. Dynamics and control during startup of heat integrated distillation column. **Computers & Chemical Engineering**, v. 24, n. 2–7, p. 1091–1097, 2000. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/S0098-1354\(00\)00488-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0098-1354(00)00488-9).

EGGER, T.; FIEG, G. Dynamic process behavior and model validation of reactive dividing wall columns. **Chemical Engineering Science**, v. 179, p. 284–295, 2018. Elsevier Ltd. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2017.12.011>.

ELGUE, S.; PRAT, L.; CABASSUD, M.; LANN, J. M. L.; CÉZERAC, J. Dynamic models for start-up operations of batch distillation columns with experimental validation. **Computers and Chemical Engineering**, v. 28, n. 12, p. 2735–2747, 2004. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compchemeng.2004.07.033>.

ELSAYED, M. L.; MESALHY, O.; MOHAMMED, R. H.; CHOW, L. C. Effect of input parameters intensity and duration on dynamic performance of MED-TVC plant. **Applied Thermal Engineering**, v. 137, n. September 2017, p. 475–486, 2018a. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2018.03.106>.

ELSAYED, M. L.; MESALHY, O.; MOHAMMED, R. H.; CHOW, L. C. Transient performance of MED processes with different feed configurations. **Desalination**, v. 438, n. March, p. 37–53, 2018b. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.desal.2018.03.016>.

FANG, J.; CHENG, X.; LI, Z.; LI, H.; LI, C. A review of internally heat integrated distillation column. **Chinese Journal of Chemical Engineering**, v. 27, n. 6, p. 1272–1281, 2019. Elsevier B.V. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cjche.2018.08.021>.

FELBAB, N.; PATEL, B.; EL-HALWAGI, M. M.; HILDEBRANDT, D.; GLASSER, D. Vapor recompression for efficient distillation. 1. A new synthesis perspective on standard configurations. **AIChE Journal**, v. 59, n. 8, p. 2977–2992, 2013. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/aic.14070>.

FILHO, R. M.; BATISTELLA, C. B.; SBAITE, P.; WINTER, A.; VASCONCELOS, C. J. G.; MACIEL, M. R. W.; GOMES, A.; MEDINA, L.; KUNERT, R. Evaluation of Atmospheric and Vacuum Residues Using Molecular Distillation and Optimization. **Petroleum Science and Technology**, v. 24, n. 3–4, p. 275–283, 2006. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/10916460500283047>.

GARG, A.; CORBETT, B.; MHASKAR, P.; HU, G.; FLORES-CERRILLO, J. Subspace-based model identification of a hydrogen plant startup dynamics. **Computers & Chemical Engineering**, v. 106, p. 183–190, 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compchemeng.2017.05.020>.

GÓMEZ-CASTRO, F. I.; RODRÍGUEZ-ÁNGELES, M. A.; SEGOVIA–HERNÁNDEZ, J. G.; HERNÁNDEZ, S.; GUTIÉRREZ-ANTONIO, C.; BRIONES-RAMÍREZ, A.; URIBE RAMÍREZ, A. R. Analysis of Dynamic Performance for Multiple Dividing Wall Distillation Columns. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 52, n. 29, p. 9922–9929, 2013. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie401332p>.

GUO, X.; WANG, S.; GUO, Z.; LIU, Q.; LUO, Z.; CEN, K. Pyrolysis characteristics of bio-oil fractions separated by molecular distillation. **Applied Energy**, v. 87, n. 9, p. 2892–2898, 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apenergy.2009.10.004>.

GUTIÉRREZ-GUERRA, R.; MURRIETA-DUEÑAS, R.; CORTEZ-GONZÁLEZ, J.; SEGOVIA-HERNÁNDEZ, J. G.; HERNÁNDEZ, S.; HERNÁNDEZ-AGUIRRE, A. 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. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cep.2016.02.004>.

Haidl, J.; Rejl, F. J.; Valenz, L.; Kordač, M.; Moucha, T.; Labík, L.; Schultes, M. Absorption in wetted-wall column with phase properties close to distillation conditions. **Chemical Engineering Science**, v. 144, p. 126–134, 2016. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2015.12.027>.

Han, M.; Park, S. Startup of Distillation Columns Using Profile Position Control Based on a Nonlinear Wave Model. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 38, n. 4, p. 1565–1574, 1999. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie980444s>.

Hernández, S.; Jiménez, A. Controllability Analysis of Thermally Coupled Distillation Systems. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 38, n. 10, p. 3957–3963, 1999. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie990103u>.

Hernández, S.; Sandoval-Vergara, R.; Barroso-Muñoz, F. O.; Murrieta-Dueñas, R.; Hernández-Escoto, H.; Segovia-Hernández, J. G.; Rico-Ramirez, V. Reactive dividing wall distillation columns: Simulation and implementation in a pilot plant. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 48, n. 1, p. 250–258, 2009. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cep.2008.03.015>.

Howard, R.; Cooper, D. A novel pattern-based approach for diagnostic controller performance monitoring. **Control Engineering Practice**, v. 18, n. 3, p. 279–288, 2010. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conengprac.2009.11.005>.

Hoyme, C. A. Dividing Wall Columns in the Chemical Industry. In: INTERGOVERNMENTAL PANEL ON CLIMATE CHANGE (Ed.). **Handbook of Industrial Chemistry and Biotechnology**. Springer International Publishing. 1p. 2037–2067.

Huang, K.; Iwakabe, K.; Nakaiwa, M.; Tsutsumi, A. Towards further internal heat integration in design of reactive distillation columns - Part I: The design principle. **Chemical Engineering Science**, v. 60, n. 17, p. 4901–4914, 2005. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2005.03.052>.

Huang, K.; Nakaiwa, M.; Tsutsumi, A. Towards further internal heat integration in design of reactive distillation columns—Part II. The process dynamics and operation. **Chemical Engineering Science**, v. 61, n. 16, p. 5377–5392, 2006. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2006.03.015>.

HUANG, X.; KING, D.; ZHENG, F.; STENKAMP, V.; TEGROTENHUIS, W.; ROBERTS, B.; KING, D. Hydrodesulfurization of JP-8 fuel and its microchannel distillate using steam reformat. **Catalysis Today**, v. 136, n. 3–4, p. 291–300, 2008. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cattod.2008.01.011>.

IWAKABE, K.; NAKAIWA, M.; HUANG, K.; NAKANISHI, T.; RØSJORDE, A.; OHMORI, T.; ENDO, A.; YAMAMOTO, T. Performance of an internally Heat-Integrated Distillation Column (HIDiC) in separation of ternary mixtures. **Journal of Chemical Engineering of Japan**, v. 39, n. 4, p. 417–425, 2006a. Society of Chemical Engineers, Japan. <http://dx.doi.org/10.1252/jcej.39.417>.

IWAKABE, K.; NAKAIWA, M.; HUANG, K.; NAKANISHI, T.; RØSJORDE, A.; OHMORI, T.; ENDO, A.; YAMAMOTO, T. Energy saving in multicomponent separation using an internally heat-integrated distillation column (HIDiC). **Applied Thermal Engineering**, v. 26, n. 13, p. 1362–1368, 2006b. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2005.05.026>.

JANA, A. K. Advances in heat pump assisted distillation column: A review. **Energy Conversion and Management**, v. 77, p. 287–297, 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.enconman.2013.09.055>.

JANA, A. K. An energy-efficient cost-effective transient batch rectifier with bottom flashing: Process dynamics and control. **AIChE Journal**, v. 61, n. 11, p. 3699–3707, 2015. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/aic.14915>.

JANA, A. K. Vertical partition in fractionating tower to configure a novel heat integrated distillation hybridized with vapor recompression. **Separation and Purification Technology**, v. 235, n. October 2019, p. 116153, 2020. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2019.116153>.

JANG, D. J.; KIM, Y. H. A new horizontal distillation for energy saving with a diabatic rectangular column. **Korean Journal of Chemical Engineering**, v. 32, n. 11, p. 2181–2186, 2015. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1007/s11814-015-0048-4>.

JANSEN, H.; DEJANOVIC, I.; BJÖRN KAIBEL. New horizons for a dividing wall columns. **Chemical Engineering**, v. August, n. Separation processes, p. 40–48, 2014. [s.n.].

JOUHARA, H.; NANNOU, T. K.; ANGUILANO, L.; GHAZAL, H.; SPENCER, N. Heat pipe based municipal waste treatment unit for home energy recovery. **Energy**, v. 139, p. 1210–1230, 2017. Elsevier Ltd. <http://dx.doi.org/10.1016/j.energy.2017.02.044>.

KAIBEL, B. Dividing-Wall Columns. In: GORAK, A.; OLUJIC, Z. (Ed.). **Distillation:**

**Equipment and Processes.** Academic P ed. Elsevier BV.p. 183–199.

KAIBEL, G. Distillation columns with vertical partitions. **Chemical Engineering & Technology**, v. 10, n. 1, p. 92–98, 1987. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/ceat.270100112>.

KARLSSON, E.; GOURDON, M.; OLAUSSON, L.; VAMLING, L. Heat transfer for falling film evaporation of black liquor up to very high Prandtl numbers. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 65, p. 907–918, 2013. Elsevier B.V. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2013.07.003>.

KATAYAMA, H. Characterization of Horizontal Distillation Column Equipped with Rotating Non-woven Fabric Packing. **JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN**, v. 34, n. 11, p. 1470–1473, 2001. Society of Chemical Engineers, Japan. <http://dx.doi.org/10.1252/jcej.34.1470>.

KATAYAMA, H.; KOBAYASH, T.; MIZUTANI, M. Design and Mass Transfer Characteristics of Rotating Screw Brush Horizontal Distillation Column. **JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN**, v. 33, n. 5, p. 689–695, 2000. Society of Chemical Engineers, Japan. <http://dx.doi.org/10.1252/jcej.33.689>.

KATAYAMA, H.; MIZUTANI, M.; ISHIKAWA, S. Characterization of Horizontal Distillation Column Equipped with Rotating Cylindrical Gauze-Spring Packing. **JOURNAL OF CHEMICAL ENGINEERING OF JAPAN**, v. 34, n. 4, p. 558–562, 2001. Society of Chemical Engineers, Japan. <http://dx.doi.org/10.1252/jcej.34.558>.

KIM, B. C.; CHUN, H. H.; KIM, Y. H. Energy-Efficient Diabatic Distillation Using a Horizontal Distillation Column. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 52, p. 14927–14935, 2013. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie4013997>.

KIRAN, B.; JANA, A. K. Introducing vapor recompression mechanism in heat-integrated distillation column: Impact of internal energy driven intermediate and bottom reboiler. **AIChE Journal**, v. 61, n. 1, p. 118–131, 2015. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/aic.14620>.

KISS, A. A.; SUSZWALAK, D. J.-P. C. Efficient Bioethanol Dehydration in Azeotropic and Extractive Dividing-wall Columns. **Procedia Engineering**, v. 42, n. August, p. 566–572, 2012. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2012.07.449>.

LE GOFF, P.; CACHOT, T.; RIVERO, R. Exergy analysis of distillation processes. **Chemical Engineering & Technology**, v. 19, p. 478–485, 1996. Wiley-Blackwell.

<http://dx.doi.org/10.1002/ceat.270190603>.

LIANG, G.; QIAO, X.; BI, Y.; ZOU, B.; ZHENG, Z. Studies on purification of allicin by molecular distillation. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 92, n. 7, p. 1475–1478, 2012. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/jsfa.4729>.

LINAS TECHNOLOGY. Distillation of 21 Century. Disponível em: <[http://www.linas.ru/english/index\\_e.htm](http://www.linas.ru/english/index_e.htm)> Acessado: 30.11.2020. 2020. [s.n.].

LU, Y.-C.; CHEN, Z.-L.; LEE, H.-Y. Optimal Start-up Strategies for a Conventional Distillation Column using Simulated Annealing. **Chemical Engineering Transactions**, v. 61, n. 1953, p. 901–906, 2017. AIDIC: Italian Association of Chemical Engineering. <http://dx.doi.org/10.3303/CET1761148>.

LUYBEN, W. L. Derivation of transfer functions for highly nonlinear distillation columns. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 26, n. 12, p. 2490–2495, 1987. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1021/ie00072a017>.

LUYBEN, W. L. Rigorous dynamic models for distillation safety analysis. **Computers and Chemical Engineering**, v. 40, p. 110–116, 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compchemeng.2012.02.019>.

MADABHUSHI, P. B.; MEDINA, E. I. S.; ADAMS, T. A. Understanding the dynamic behaviour of semicontinuous distillation. **Computer Aided Chemical Engineering**, v. 43, p. 845–850, 2018. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-444-64235-6.50148-0>.

MAH, R. S. H.; NICHOLAS, J. J.; WODNIK, R. B. Distillation with secondary reflux and vaporization: A comparative evaluation. **AIChE Journal**, v. 23, n. 5, p. 651–658, 1977. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/aic.690230505>.

MALLMANN, E. S.; COSTA, C. B. B.; MACIEL, M. R. W.; FILHO, R. M. A New Computational Tool for Falling Film Molecular Distillation Performance Prediction. In: **Computer Aided Chemical Engineering**. Elsevier Inc. 27p. 1905–1910.

MARANGONI, C. **Implementação de uma estratégia de controle com ação distribuída em uma coluna de destilação**. 2005. 151f. Tese (Doutorado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia Química, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005. <http://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/102965>

MARANGONI, C.; MACHADO, R. A. F. Distillation tower with distributed control strategy: Feed temperature loads. **Chemical Engineering and Technology**, v. 30, n. 9, p. 1292–1297, 2007. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/ceat.200700164>.

MARANGONI, C.; MACHADO, R. A. F.; BOLZAN, A. Distributed Heat Supply for Distillation Control to Reduce Feed Composition Disturbance Effects. **Chemical Engineering & Technology**, v. 36, n. 12, p. 2071–2079, 2013. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/ceat.201300266>.

MARANGONI, C.; MELLO, G. N.; BOLZAN, A.; MACHADO, R. A. F. Dynamic Study of Distillation Column Operated with Tray Heat Source Combined with Reboiler. **Chemical Engineering Communications**, v. 203, n. 3, p. 364–371, 2016. Taylor & Francis. <http://dx.doi.org/10.1080/00986445.2014.1001888>.

MARANGONI, C.; MENEGUELO, A. P.; TELEKEN, J. G.; WERLE, L. O.; MILANEZ, K. W.; MANTELLI, M. B. H.; QUADRI, M. B.; BOLZAN, A.; DOS SANTOS, M. C.; MEDINA, L. C.; MACHADO, R. A. F. Falling film distillation column with heat transfer by means of a vapor chamber – part I: isothermal operation. **Chemical Engineering Communications**, v. 206, n. 8, p. 994–1005, 2019a. Taylor & Francis. <http://dx.doi.org/10.1080/00986445.2018.1542250>.

MARANGONI, C.; PERUZZO, T.; PARISOTTO, I. G. B.; RICARDO, V. W.; CLAUMANN, C. A.; MILANEZ, K. W.; MANTELLI, M. B. H.; QUADRI, M. B.; BOLZAN, A.; DOS SANTOS, M. C.; MEDINA, L. C.; MACHADO, R. A. F. Falling film distillation column with heat transfer by means of a vapor chamber. Part II: operation with a temperature profile. **Chemical Engineering Communications**, v. 206, n. 8, p. 1006–1014, 2019b. Taylor & Francis. <http://dx.doi.org/10.1080/00986445.2018.1542255>.

MARANGONI, C.; ZIERHUT, E. J.; PARISOTTO, I. G. B.; MACHADO, R. A. F.; BOLZAN, A. Influence of the Location of the Internal Temperature Control Loop on the Performance of the Dual Temperature Control for Feed Temperature Disturbance. **Chemical and Biochemical Engineering Quarterly Journal**, v. 30, n. 4, p. 411–418, 2017. Croatian Society of Chemical Engineers. <http://dx.doi.org/10.15255/CABEQ.2016.871>.

MARTINS, P. F.; BATISTELLA, C. B.; MACIEL-FILHO, R.; WOLF-MACIEL, M. R. Comparison of two different strategies for tocopherols enrichment using a molecular distillation process. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 45, n. 2, p. 753–758, 2006. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie050614i>.

MARTINS, P. F.; CARMONA, C.; MARTINEZ, E. L.; SBAITE, P.; FILHO, R. M. I.; MACIEL, M. R. W. Evaluation of methyl chavicol concentration by different evaporation processes using central composite experimental design. **Separation and Purification Technology**, v. 98, p. 464–471, 2012a. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2012.08.009>.

MARTINS, P. F.; CARMONA, C.; MARTINEZ, E. L.; SBAITE, P.; MACIEL FILHO, R.;

WOLF MACIEL, M. R. Short path evaporation for methyl chavicol enrichment from basil essential oil. **Separation and Purification Technology**, v. 87, p. 71–78, 2012b. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2011.11.024>.

MATSUDA, K.; IWAKABE, K.; NAKAIWA, M. Recent advances in internally Heat-integrated distillation columns (HIDiC) for sustainable development. **Journal of Chemical Engineering of Japan**, v. 45, n. 6, p. 363–372, 2012. Society of Chemical Engineers, Japan. <http://dx.doi.org/10.1252/jcej.11we127>.

MELLO, G. N.; MACHADO, R. A. F.; MARANGONI, C. Use of stripping or rectifying trays for a distributed control strategy in distillation column. **Chemical Engineering Transactions**, v. 43, p. 1099–1104, 2015. AIDIC: Italian Association of Chemical Engineering. <http://dx.doi.org/10.3303/CET1543184>.

MEUKAM, P.; NJOMO, D.; GBANE, A.; TOURE, S. Experimental optimization of a solar still: Application to alcohol distillation. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 43, n. 12, p. 1569–1577, 2004. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cep.2004.02.007>.

MEZZA, G. N.; BORGARELLO, A. V.; DAGUERO, J. D.; PRAMPARO, M. C. Obtention of rosemary essential oil concentrates by molecular distillation and free radical scavenging capacity analysis. **International Journal of Food Engineering**, v. 9, n. 2, p. 147–153, 2013. Walter de Gruyter GmbH. <http://dx.doi.org/10.1515/ijfe-2013-0013>.

MILANEZ, F. H.; MANTELLI, M. B. H. Thermal characteristics of a thermosyphon heated enclosure. **International Journal of Thermal Sciences**, v. 45, n. 5, p. 504–510, 2006. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2005.08.002>.

MILANEZ, K. W.; MANTELLI, M. B. H.; OLIVEIRA, L. C. M.; SANTOS, M. C.; MACHADO, R. A. F.; MARANGONI, C.; MENEGUELO, A. P. Equipamento e Processo de Destilação com Controle de Energia pela Demanda. Brasil. Número do registro: BR10201402976850, Instituição de registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. n. Depositante (s): Petróleo Brasileiro-Rio de Janeiro-Matriz; Universidade Federal de Santa Catarina, Depósito: 28/11/2014, 2014. [s.n.].

MONNIER, H.; PORTHA, J. F.; KANE, A.; FALK, L. Intensification of heat transfer during evaporation of a falling liquid film in vertical microchannels-Experimental investigations. **Chemical Engineering Science**, v. 75, p. 152–166, 2012. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2012.03.008>.

MUMBACH, G. D.; ALVES, J. L. F.; DA SILVA, J. C. G.; DI DOMENICO, M.; DE SENA, R. F.; MARANGONI, C.; MACHADO, R. A. F.; BOLZAN, A. Pyrolysis of cocoa shell and

its bioenergy potential: evaluating the kinetic triplet, thermodynamic parameters, and evolved gas analysis using TGA-FTIR. **Biomass Conversion and Biorefinery**, 2020. Biomass Conversion and Biorefinery. <http://dx.doi.org/10.1007/s13399-020-01058-5>.

MUNIR, M. T.; ZHANG, Y.; WILSON, D. I.; YU, W.; YOUNG, B. R. Modelling of a falling film evaporator for dairy processes. **Australian and New Zealand Annual Chemical Engineering Conference, Chemeca**, v. 2013, p. 174–181, 2014. [s.n.].

MUTALIB, M. I. A.; SMITH, R. Operation and Control of Dividing Wall Distillation Columns. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 76, n. 3, p. 319–334, 1998. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1205/026387698524965>.

MUTALIB, M. I. A.; ZEGLAM, A. O.; SMITH, R. Operation and control of dividing wall distillation columns: Part 2: Simulation and pilot plant studies using temperature control. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 76, n. 3, p. 319–334, 1998. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1205/026387698524965>.

NAITO, K.; NAKAIWA, M.; HUANG, K.; ENDO, A.; ASO, K.; NAKANISHI, T.; NAKAMURA, T.; NODA, H.; TAKAMATSU, T. Operation of a bench-scale ideal heat integrated distillation column (HIDiC): An experimental study. **Computers and Chemical Engineering**, v. 24, n. 2–7, p. 495–499, 2000. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/S0098-1354\(00\)00513-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0098-1354(00)00513-5).

NAKAIWA, M.; HUANG, K.; ENDO, A.; OHMORI, T.; AKIYA, T.; TAKAMATSU, T. Internally heat-integrated distillation columns: A review. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 81, n. 1, p. 162–177, 2003. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1205/026387603321158320>.

NARAYANA, M. S.; ARTHANAREESWARAN, G.; SANKAR RAO, C. Dynamic performance comparison of two configurations of middle vessel batch distillation column for the separation of ethanol/propanol/butanol mixture. **Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering**, v. 15, n. 5, p. 1–13, 2020. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1002/apj.2421>.

NAVARRO-AMORÓS, M. A.; RUIZ-FEMENIA, R.; CABALLERO, J. A. A new technique for recovering energy in thermally coupled distillation using vapor recompression cycles. **AIChE Journal**, v. 59, n. 10, p. 3767–3781, 2013. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/aic.14137>.

NUNES, Í. C.; DE FIGUEIRÊDO, M. F.; BRITO, K. D.; BRITO, R. P. Effect of Solvent Feeding Time on the Start-up Operation of an Extractive Distillation Column. **Computer Aided Chemical Engineering**, p. 1407–1412, 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-444-63428-3.50239-3>.

OLUJIĆ, Ž.; JÖDECKE, M.; SHILKIN, A.; SCHUCH, G.; KAIBEL, B. Equipment improvement trends in distillation. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 48, n. 6, p. 1089–1104, 2009. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cep.2009.03.004>.

PARISOTTO, I. G. B. **Destilação por película para misturas binárias**. 2013. 118f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia Química, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013. <https://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/130889>

PARRA, M. T. M. **Estudo energético da configuração em série de colunas de destilação por filme descendente**. 2017. 133f. Tese (Doutorado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia Química, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017.

PERUZZO, T. **Avaliação da desidratação de trietilenoglicol através do processo de destilação por filme descendente**. 2013. 81f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia Química, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013. <https://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/130907>

PIRES, A. P. B. **Recuperação de monoetilenoglicol em coluna de destilação de película descendente**. 2016. 149f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia Química, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2016. <https://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/174027>

PIRES, A. P. B.; DA SILVA FILHO, V. F.; ALVES, J. L. F.; MARANGONI, C.; BOLZAN, A.; MACHADO, R. A. F. Application of a new pilot-scale distillation system for monoethylene glycol recovery using an energy saving falling film distillation column. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 153, p. 263–275, 2020. Institution of Chemical Engineers. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cherd.2019.10.033>.

POSADA, L. R.; SHI, J.; KAKUDA, Y.; XUE, S. J. Extraction of tocotrienols from palm fatty acid distillates using molecular distillation. **Separation and Purification Technology**, v. 57, n. 2, p. 220–229, 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2007.04.016>.

QUAAK, P.; VAN WIJCK, M. P. C. M.; VAN HAREN, J. J. Comparison of process identification and physical modelling for falling-film evaporators. **Food Control**, v. 5, n. 2, p. 73–82, 1994. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0956-7135\(94\)90089-2](http://dx.doi.org/10.1016/0956-7135(94)90089-2).

QUERINO, M. V. **Destilação multicomponente de nafta sintética em coluna de filme descendente em série**. 2018. 152f. Tese (Doutorado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia Química, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina,

Florianópolis, 2018.

QUERINO, M. V.; MACHADO, R. A. F.; MARANGONI, C. Energy and exergetic evaluation of the multicomponent separation of petrochemical naphtha in falling film distillation columns. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 36, n. 3, p. 1357–1365, 2019. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1590/0104-6632.20190363s20180379>.

QUERINO, M. V.; MARANGONI, C.; MACHADO, R. A. F. Indirect series of falling film distillation column to process synthetic naphtha. **Chemical Engineering Transactions**, v. 69, p. 679–684, 2018. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.3303/CET1869114>.

RIVERO, R.; GARCIA, M.; URQUIZA, J. Simulation, exergy analysis and application of diabatic distillation to a tertiary amyl methyl ether production unit of a crude oil refinery. **Energy**, v. 29, n. 3, p. 467–489, 2004. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.energy.2003.10.007>.

RUIZ, C. A.; CAMERON, I. T.; GANI, R. A generalized dynamic model for distillation columns—III. Study of startup operations. **Computers & Chemical Engineering**, v. 12, n. 1, p. 1–14, 1988. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0098-1354\(88\)85001-4](http://dx.doi.org/10.1016/0098-1354(88)85001-4).

SAIFUTDINOV, A. F.; BEKETOV, O. E.; LADUSHKIN, V. S.; NESTEROV, G. A. Distillation technology for the 21st century. **Hydrocarbon Asia**, v. 12, n. 8, p. 40–43, 2002. [s.n.].

SAIFUTDINOV, A. F.; BEKETOV, O. Y.; LADOSHKIN, V. S.; NESTEROV, G. A. Rectification tower with internal heat and mass exchange and method for separation of multi-component mixtures into fractions using a rectification tower with an internal heat and mass exchange (WO2014009762). 2014. [s.n.].

SAUAR, E.; RATKJE, S. K.; LIEN, K. M. Equipartition of forces: A new principle for process design and optimization. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 35, n. 11, p. 4147–4153, 1996. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie9507078>.

SBAITE, P.; BATISTELLA, C. B.; WINTER, A.; VASCONCELOS, C. J. G.; MACIEL, M. R. W.; FILHO, R. M.; GOMES, A.; MEDINA, L.; KUNERT, R. True Boiling Point Extended Curve of Vacuum Residue Through Molecular Distillation. **Petroleum Science and Technology**, v. 24, n. 3–4, p. 265–274, 2006. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/10916460500283195>.

SCHALLER, M.; HOFFMANN, K. H.; SIRAGUSA, G.; SALAMON, P.; ANDRESEN, B. Numerically optimized performance of diabatic distillation columns. **Computers and**

**Chemical Engineering**, v. 25, n. 11–12, p. 1537–1548, 2001. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/S0098-1354\(01\)00717-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0098-1354(01)00717-7).

SEOK, D. R.; HWANG, S. -T. Zero-gravity distillation utilizing the heat pipe principle (micro-distillation). **AIChE Journal**, v. 31, n. 12, p. 2059–2065, 1985. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/aic.690311215>.

SERRA, M.; ESPUÑA, A.; PUIGJANER, L. Controllability of Different Multicomponent Distillation Arrangements. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 42, n. 8, p. 1773–1782, 2003. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie010609o>.

SHAO, P.; JIANG, S. T.; YING, Y. J. Optimization of molecular distillation for recovery of tocopherol from rapeseed oil deodorizer distillate using response surface and artificial neural network models. **Food and Bioprocesses Processing**, v. 85, n. 2, p. 85–92, 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1205/fbp06048>.

SHARMA, N.; SINGH, K. Control of Reactive Distillation Column: A Review. **International Journal of Chemical Reactor Engineering**, v. 8, n. 1, p. 1–55, 2010. Walter de Gruyter GmbH. <http://dx.doi.org/10.2202/1542-6580.2260>.

SHENVI, A. A.; HERRON, D. M.; AGRAWAL, R. Energy Efficiency Limitations of the Conventional Heat Integrated Distillation Column (HIDiC) Configuration for Binary Distillation †. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 50, n. 1, p. 119–130, 2011. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie101698f>.

SØRENSEN, E.; LAM, K. F.; SUDHOFF, D. Special Distillation Applications. In: GORAK, A.; SCHOENMAKERS, H. (Ed.). **Distillation: Operation and Applications**. Academic P ed. Elsevier BV, p. 367–401.

STAAK, D.; GRÜTZNER, T.; SCHWEGLER, B.; ROEDERER, D. Dividing wall column for industrial multi purpose use. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 75, p. 48–57, 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cep.2013.10.007>.

STEFANOV, Z.; HOO, K. A. A Distributed-Parameter Model of Black Liquor Falling Film Evaporators. Part I. Modeling of a Single Plate. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 42, n. 9, p. 1925–1937, 2003. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie020483a>.

SUPHANIT, B.; BISCHERT, A.; NARATARUKSA, P. Exergy loss analysis of heat transfer across the wall of the dividing-wall distillation column. **Energy**, v. 32, n. 11, p. 2121–2134, 2007. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.energy.2007.04.006>.

TAQVI, S. A.; DENDANA TUFA, L.; ZABIRI, H.; MAHADZIR, S.; MAULUD, A. S.; UDDIN, F. Rigorous dynamic modelling and identification of distillation column using Aspen Plus. **2017 IEEE 8th Control and System Graduate Research Colloquium (ICSGRC)**, n. August, p. 262–267, 2017. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1109/ICSGRC.2017.8070607>.

TAVARES, E. G. **Análise térmica de uma câmara de vapor com vistas a aplicação em unidades de destilação**. 2010. 139f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2010. <http://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/94045>

TELEKEN, J. G. **Modelagem matemática e análise fluidodinâmica do processo de destilação por filme líquido descendente**. 2013. 153f. Tese (Doutorado) - Curso de Pós-graduação em Engenharia Química, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013. <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/107546>

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. In: **Computer Aided Chemical Engineering**. Elsevier BV.31p. 845–849.

TONELLI, S. M.; ROMAGNOLI, J. A.; PORRAS, J. A. Computer package for transient analysis of industrial multiple-effect evaporators. **Journal of Food Engineering**, v. 12, n. 4, p. 267–281, 1990. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0260-8774\(90\)90002-P](http://dx.doi.org/10.1016/0260-8774(90)90002-P).

TONKOVICH, A.; JAROSCH, K.; ARORA, R.; SILVA, L.; PERRY, S.; MCDANIEL, J.; DALY, F.; LITT, B. Methanol production FPSO plant concept using multiple microchannel unit operations. **Chemical Engineering Journal**, v. 135, n. SUPPL. 1, p. S2–S8, 2008. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2007.07.014>.

TOVAR, L. P.; PINTO, G. M. F.; WOLF-MACIEL, M. R.; BATISTELLA, C. B.; MACIEL-FILHO, R. Short-path-distillation process of lemongrass essential oil: Physicochemical characterization and assessment quality of the distillate and the residue products. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 50, n. 13, p. 8185–8194, 2011. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie101503n>.

TOVAR, L. P.; WINTER, A.; WOLF-MACIEL, M. R.; MACIEL-FILHO, R.; BATISTELLA, C. B.; MEDINA, L. C. Centrifugal reactive-molecular distillation from high-boiling-point petroleum fractions. 2. Recent experiments in pilot-scale for upgrading of a heavy feedstock. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 52, n. 23, p. 7768–7783, 2013a. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie301831h>.

TOVAR, L. P.; WOLF-MACIEL, M. R.; WINTER, A.; MACIEL-FILHO, R.; BATISTELLA, C. B.; MEDINA, L. C. Centrifugal reactive-molecular distillation from high-boiling-point petroleum fractions. 1. Mathematical modeling, screening variables, and experimental validation. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 52, n. 23, p. 7956–7974, 2013b. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie300579r>.

TOVAR, L. P.; WOLF MACIEL, M. R.; PINTO, G. M. F.; MACIEL FILHO, R.; GOMES, D. R. Factorial design applied to concentrate bioactive component of *Cymbopogon citratus* essential oil using short path distillation. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 88, n. 2, p. 239–244, 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cherd.2009.07.018>.

VANE, L. M. Separation technologies for the recovery and dehydration of alcohols from fermentation broths. **Biofuels, Bioproducts and Biorefining**, v. 2, n. 6, p. 553–588, 2008. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1002/bbb.108>.

VARGAS, M. A.; NIGGEMANN, G.; FIEG, G. Dynamic Modeling and Simulation of Dividing-Wall Distillation Column Systems. In: **Computer Aided Chemical Engineering**. Elsevier BV. 27p. 639–644.

WAKABAYASHI, T.; FERRARI, A.; HASEBE, S. Design and commercial operation of a discretely heat-integrated distillation column. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 147, p. 214–221, 2019. Elsevier B.V. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cherd.2019.04.036>.

WANG, L.; LI, P.; WOZNY, G.; WANG, S. A startup model for simulation of batch distillation starting from a cold state. **Computers and Chemical Engineering**, v. 27, n. 10, p. 1485–1497, 2003. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/S0098-1354\(03\)00094-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0098-1354(03)00094-2).

WANG, S.; GU, Y.; LIU, Q.; YAO, Y.; GUO, Z.; LUO, Z.; CEN, K. Separation of bio-oil by molecular distillation. **Fuel Processing Technology**, v. 90, n. 5, p. 738–745, 2009. Elsevier B.V. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuproc.2009.02.005>.

WEISE, F.; SCHOLL, S. Evaporation of pure liquids with increased viscosity in a falling film evaporator. **Heat and Mass Transfer**, v. 45, n. 7, p. 1037–1046, 2009. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1007/s00231-007-0317-9>.

WENDT, M.; KÖNIGSEDER, R.; LI, P.; WOZNY, G. Theoretical and experimental studies on startup strategies for a heat-integrated distillation column system. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 81, n. 1, p. 153–161, 2003. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1205/026387603321158311>.

WENG, K.; LEE, H. Dynamic Start-Up Policies of Extractive Distillation for Dehydration of Iso-Propyl Alcohol Process. In: 5th International Symposium on Advanced Control of

Industrial Processes, Hiroshima. **Anais...** Hiroshima: 2014.

WERLE, L. O. **Minimização dos transientes através do aquecimento distribuído em uma coluna de destilação**. 2007. 145f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, Centro Tecnológico, Florianópolis, 2007. <http://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/89911>

WERLE, L. O.; MARANGONI, C.; STEINMACHER, F. R.; DE ARAÚJO, P. H. H.; MACHADO, R. A. F.; SAYER, C. Application of a new startup procedure using distributed heating along distillation column. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 48, n. 11–12, p. 1487–1494, 2009a. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cep.2009.10.010>.

WERLE, L. O.; MARANGONI, C.; TELEKEN, J. G.; SAYER, C.; MACHADO, R. F. Control Strategy with Distributed Action for Minimization of Transients in Distillation Column. In: **Computer Aided Chemical Engineering**. Elsevier BV. 27p. 1527–1532.

WINTER, A.; BATISTELLA, C. B.; WOLF-MACIEL, M. R.; MACIEL-FILHO, R.; MEDINA, L. C. Development of Intensified Hybrid Equipment: Reactive Molecular Distiller. **Chemical Engineering Transactions**, v. 17, p. 1633–1638, 2009. AIDIC: Italian Association of Chemical Engineering. <http://dx.doi.org/10.3303/CET0917273>.

WITTGENS, B.; SKOGESTAD, S. Evaluation of Dynamic Models of Distillation Columns with Emphasis on the Initial Response. **IFAC Proceedings Volumes**, v. 28, n. 9, p. 261–267, 1995. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/S1474-6670\(17\)47047-9](http://dx.doi.org/10.1016/S1474-6670(17)47047-9).

WOLFF, E. A.; SKOGESTAD, S. Operation of Integrated Three-Product (Petlyuk) Distillation Columns. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 34, n. 6, p. 2094–2103, 1995. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie00045a018>.

WOOD, R. M.; ARMSTRONG, W. D. The transient response of a distillation column to changes in feed composition. **Chemical Engineering Science**, v. 12, n. 4, p. 272–278, 1960. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0009-2509\(60\)80005-X](http://dx.doi.org/10.1016/0009-2509(60)80005-X).

WOZNY, G.; LI, P. Optimisation and experimental verification of startup policies for distillation columns. **Computer Aided Chemical Engineering**, v. 10, n. C, p. 493–498, 2002. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/S1570-7946\(02\)80110-9](http://dx.doi.org/10.1016/S1570-7946(02)80110-9).

YILDIRIM, Ö.; KISS, A. A.; KENIG, E. Y. Dividing wall columns in chemical process industry: A review on current activities. **Separation and Purification Technology**, v. 80, n. 3, p. 403–417, 2011. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2011.05.009>.

ZHANG, G.; LIU, J.; LIU, Y. Concentration of omega-3 polyunsaturated fatty acids from oil of schizochytrium limacinum by molecular distillation: Optimization of technological conditions. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 52, n. 10, p. 3918–3925, 2013. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie3020044>.

ZHANG, Y.; DENG, X.; WANG, S. Sulfur Dioxide Desorption Characteristics of Basic Alkali Aluminum Sulfate Desulfurization Rich Liquid by Falling Film Evaporation with a Spring Tube. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 57, n. 11, p. 4115–4123, 2018a. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/acs.iecr.7b05036>.

ZHANG, Y.; MUNIR, M. T.; UDUGAMA, I.; YU, W.; YOUNG, B. R. Modelling of a milk powder falling film evaporator for predicting process trends and comparison of energy consumption. **Journal of Food Engineering**, v. 225, p. 26–33, 2018b. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.01.016>.

ZHU, D.; HUANG, F.; XU, S.; LI, Y. Multi-scale simulation of falling film short-path distillation. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 94, n. 8, p. 1533–1538, 2016. Wiley-Blackwell. <http://dx.doi.org/10.1002/cjce.22517>.

ZIERHUT, E. J.; BATTISTI, R.; MACHADO, R. A. F.; MARANGONI, C. Distributed Control Strategy with Smith's Predictor in a Pilot-Scale Diabatic Distillation Unit. **Chemical Engineering & Technology**, v. 43, n. 9, p. 1884–1896, 2020. [s.n.]. <http://dx.doi.org/10.1002/ceat.202000102>.

ZUÑIGA LIÑAN, L.; LIMA, N. M. N.; MANENTI, F.; WOLF MACIEL, M. R.; FILHO, R. M.; MEDINA, L. C. Experimental campaign, modeling, and sensitivity analysis for the molecular distillation of petroleum residues 673.15K+. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 90, n. 2, p. 243–258, 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cherd.2011.07.001>.