



OPERAÇÃO DE DESTILAÇÃO ETANOL-ÁGUA CONDUZIDA EM UMA COLUNA DE DESTILAÇÃO PILOTO

Willy Rodrigo de Araujo¹; Rivana Mabel Lucena Oliveira²; Cynthia Vasconcelos de Araujo³; Romildo Brito⁴; Heleno Júnior⁵

¹ Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia Química – willyrodrigo19@gmail.com

² Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia Química – mabel.lucena@gmail.com.br

³ Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia Química – cynthiavdearaujo@gmail.com

⁴ Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia Química – brito.romildo@gmail.com

⁵ Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia Química – helenobispo@deq.ufcg.edu.br

RESUMO

Devido a grande importância das colunas de destilação na indústria química e petroquímica, bem como a sua complexidade, torna-se necessário o desenvolvimento de modelos dinâmicos para uma avaliação mais rigorosa do processo. Neste sentido, o comportamento de uma unidade de destilação, em escala piloto, foi avaliado. O processo de operação foi conduzido em batelada, e com o auxílio de softwares específicos tornou-se possível a coleta de dados em tempo real. No procedimento de operação utilizado, diferentes estados estacionários foram alcançados com o auxílio de um controlador PI. A determinação da fração mássica de amostras retiradas do topo e da base foram analisadas através de duas técnicas, entretanto, uma delas apresentou uma região de aplicabilidade limitada. Por fim, o produto de topo obtido, alcançou uma composição próxima ao limite estabelecido pelo ponto de azeotropia da solução água-etanol, evidenciando a eficácia do equipamento no processo de separação.

Palavras-chave: destilação, unidade piloto, determinação de fração mássica, controlador PI, simulação.

1. INTRODUÇÃO

Para separação de componentes de uma solução líquida, a destilação é destacada como a operação unitária mais tradicional das indústrias química e petroquímica [MARTIN *et. al*, 2013]. Uma exigência básica para a separação dos componentes em uma destilação é que a composição do vapor seja diferente do líquido com o qual está em equilíbrio. É interessante, na destilação, que todos os componentes da solução sejam consideravelmente voláteis, tais como em soluções de água-amônia ou água-etanol,

em que ambos os constituintes estarão presentes na fase vapor [GEANKOPLIS, 1993].

Operações de destilação são tipicamente realizadas em vasos cilíndricos com grande razão entre comprimento e diâmetro, contendo componentes internos escolhidos e arranjados de forma a possibilitar uma separação desejada a custos apropriados. Os outros equipamentos de grande importância na destilação são o refeedor e o condensador. Sendo assim, o ponto principal para o projeto de uma coluna de destilação está nas



especificações dos produtos de topo e de base para uma dada alimentação de composição conhecida [GORAK *et. al*, 2014]. Logo, a utilização de metodologias experimentais eficientes para determinação de concentrações é de extrema importância.

De um modo geral, o processo de separação ocorre por meio de contatos íntimos (pela criação de uma larga área interfacial) entre o vapor que ascende no interior da torre e o líquido que desce. Dessa forma, o topo se torna enriquecido no componente mais volátil, enquanto a base no de menor volatilidade. Tipicamente, estes contatos ocorrem em bandejas ou em recheios, e a quantidade de estágios de uma coluna está intrinsecamente relacionada às espécies envolvidas e ao quanto se deseja separar. A definição do número de pratos corresponde a apenas um de tantos parâmetros envolvidos em uma unidade de destilação. Dentre eles, pode-se citar as vazões e composições de alimentação, destilado e produto de base, pressão de operação, cargas térmicas do refeedor e do condensador, localização do estágio de alimentação, taxa de refluxo, relação entre altura e diâmetro da torre, entre outros.

Em relação a alimentação, diversas misturas podem ser utilizadas, dentre elas a azeotrópica. Um dos azeótropos mais conhecidos na literatura é a mistura água e etanol. Assim, em determinada composição, a solução possui um ponto de bolha fixo e constante (comportando-se como uma substância pura), não sendo possível, a separação dessas espécies por destilação simples. Como a temperatura de bolha é inferior às temperaturas de ebulição dos componentes da mistura quando puros, trata-se um azeótropo de mínimo ponto de bolha ou negativo.

De acordo com McCabe *et. al* [1993], com uma destilação convencional, é possível obter uma mistura de até 95,6% de etanol em peso. Entretanto,

torna-se de difícil obtenção uma pureza a partir de 90% em peso de álcool com esta operação unitária, devido à proximidade do ponto de azeotropia. Para obtenção de soluções mais ricas em etanol, é necessário o emprego de destilação extrativa, caracterizada pela adição de um agente de elevado ponto de ebulição para alterar a volatilidade relativa [GIL *et. al*, 2008].

Sendo assim, o principal objetivo deste trabalho é a operação de uma unidade de destilação piloto. Através de um programa supervisorio, torna-se possível o acompanhamento em tempo real, bem como a supervisão do comportamento de variáveis de processo, especialmente, temperaturas e carga térmica do refeedor. Para análise dos produtos, topo e base, foram elaboradas curvas experimentais baseadas em densidade e índice de refração.

1.1. Sistema

A unidade de destilação do modelo UOP3CC de fabricação *Armfield* foi utilizada neste trabalho. Esta consiste de uma coluna de destilação e demais equipamentos necessários suportados em uma estrutura de aço tubular, cuja altura total não excede 2,5 m, conforme Figura 1. Um equipamento de controle automático do processo acoplado a unidade piloto permite o monitoramento e controle por meio de um computador.

A unidade de destilação é constituída basicamente por duas colunas de pratos perfurados com 4 estágios cada, separadas por uma seção de alimentação central, podendo ser isoladas para redução das perdas de calor. Cada prato incorpora um vertedouro (*weir*) e um *downcomer*, além de um sensor de temperatura posicionado para medir precisamente a temperatura do líquido presente no estágio. É indicado que a temperatura de operação máxima seja de 130°C.



Figura 1: Planta de destilação de modelo UOP3CC suportada em uma estrutura de aço tubular.

O refeedor é aquecido eletricamente por uma resistência protegida contra superaquecimento e integrada com um alarme para baixo nível. O condensador bitubular presente no topo da coluna utiliza água como fluido de resfriamento. A vazão deste pode ser medida e controlada com o auxílio de um rotâmetro, válvulas e uma bomba centrífuga externa. O casco do condensador conta também com uma válvula de alívio para proteção do sistema em caso de um eventual bloqueio ou falha do sistema de resfriamento [MARTIN, 2011].

O produto de topo condensado é coletado em um decantador de vidro, que funciona como um separador de fases e é contornado em caso de destilação

convencional [OLIVEIRA, 2014]. Existem 14 termopares estrategicamente distribuídos para monitoramento de temperatura do sistema. Além disso, a queda de pressão total ao longo da coluna pode ser verificada quando desejado, por meio de um manômetro em U.

Um painel de controle realiza a comunicação da unidade com um computador e também permite a leitura e controle de variáveis. Um controlador PID externo de modelo PCT20H foi utilizado para controle da carga térmica do refeedor.

2. METODOLOGIA

A análise da fração mássica de etanol dos produtos de topo e base foi realizada por meio de técnicas baseadas na densidade e no índice de refração.

2.1. Estudo das medidas de concentração

Através de picnômetros calibrados, conhecendo-se a massa de cada um vazio e cheio de água destilada, e sabendo-se que a densidade é dada pela relação entre massa e volume, onde a densidade da água é conhecida, tem-se a determinação dos volumes dos picnômetros 24,8553 mL e 24,9977 mL, equação 1:

$$V_{PICNOMETRO} = \frac{m_{CHEIO} - m_{VAZIO}}{\rho_{AGUA}} \quad [1]$$

Em seguida, 15 soluções foram preparadas de modo que a massa de etanol P.A. (pureza analítica) fosse adicionada gradativamente para obtenção de misturas com frações mássicas conhecidas. Os experimentos foram realizados em triplicata a 25°C. Desta forma, um gráfico dos valores médios para fração mássica versus densidade foi obtido de acordo com a Figura 2.

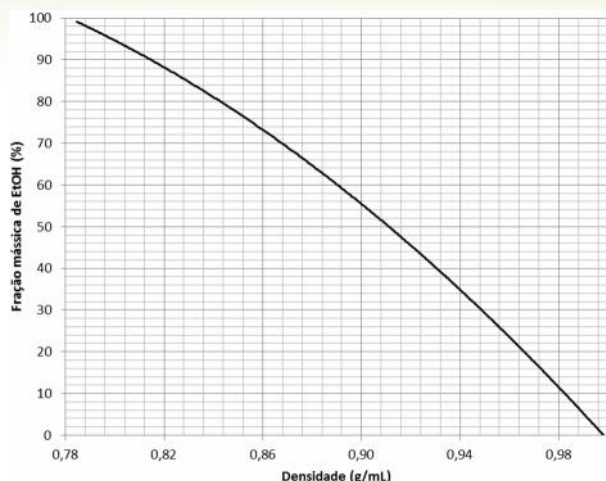


Figura 2 – Curva da fração mássica de etanol em função da densidade.

Uma vez que o índice de refração de uma mistura varia com a concentração de cada componente [Perry *et. al*, 1997], a medida deste índice pode fornecer a informação da quantidade de determinada espécie na solução. Para tanto, utiliza-se um refratômetro, o qual é baseado na medida do ângulo limite (ângulo crítico, w) numa reflexão total.

Os índices de refração das amostras descritas foram verificados e uma curva da média dos experimentos em triplicata obtida, Figura 3.

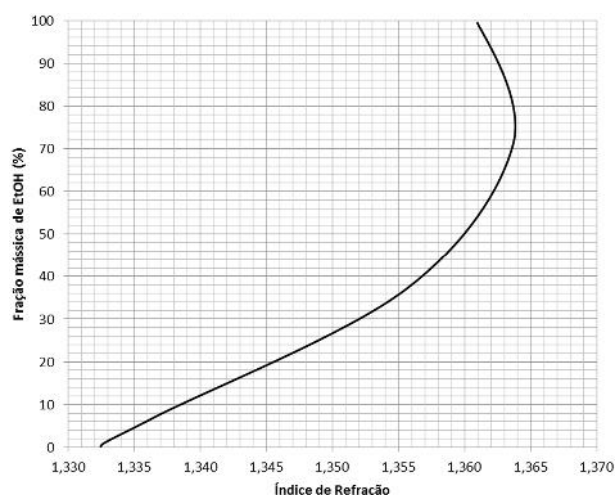


Figura 3 – Curva da fração mássica de etanol em função do índice de refração.

Para a relação entre a fração mássica e a densidade foi realizada uma regressão e foi obtida a equação 2 com

um coeficiente de correlação de 99,94%. Portanto, o cálculo da composição é resumido nas medidas do picnômetro vazio e cheio com a mistura, uma vez que, pela diferença destas, conhece-se a densidade.

$$x_{EtOH} = -8,7445 \cdot \dots^2 + 10,946 \cdot \dots - 2,2142 \quad [2]$$

Entretanto, conforme pode-se observar na Figura 11, e de acordo Martin (2011) e Oliveira (2014), a relação entre o índice de refração e a fração mássica somente é eficiente com concentrações inferiores a 70% em peso. A partir deste valor, têm-se dois valores de concentração para um mesmo índice. Assim, para a determinação da fração mássica a partir do índice de refração, foi utilizada uma interpolação linear dada pela equação 3, onde w é o índice de refração.

$$x_{EtOH}^i = x_{EtOH}^{i-1} + (w^i - w^{i-1}) \cdot \frac{(x_{EtOH}^{i+1} - x_{EtOH}^{i-1})}{(w^{i+1} - w^{i-1})} \quad [3]$$

Tendo em vista a região de maior confiabilidade (na relação entre fração mássica e índice de refração) é indicado que o índice de refração seja utilizado preferencialmente para concentrações inferiores a 70%. Em amostras em que altas concentrações são esperadas (produto de topo, por exemplo), tal medida pode ser utilizada apenas como uma direção, porém imprecisa.

2.2. Operação da Unidade Piloto de Destilação UOP3CC

Após a partida da bomba do sistema de resfriamento do condensador e a alimentação do refeedor com uma solução de 26,54% em massa de etanol, iniciou-se a coleta de dados com o supervisor. Em seguida, a unidade foi partida com o aquecimento desta mistura utilizando-se a resistência do refeedor.



Um controlador PID garantiu a temperatura do líquido no refeedor, com a variação da carga térmica imposta pela resistência. No início do experimento, foi definida uma temperatura desejada (*setpoint*) de 50°C. No momento em que o sistema atingiu o estado estacionário, modificou-se o valor de *setpoint* para 70°C, até que a condição estacionária fosse atingida. Até este momento, não foi observado nível de líquido em nenhum dos pratos, uma vez que todos os estágios estão abaixo da temperatura de ebulição do etanol (78,4°C). Por fim, a temperatura desejada na base da coluna foi alterada para 83°C. Observou-se o aparecimento de nível no estágio 5 a partir do instante de tempo 7170 s, aproximadamente, e no estágio 1 em 7220 s. Foi observado também que o destilado começou a aparecer no decantador em aproximadamente 7300 s.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 4 representa o perfil de temperatura dos estágios ao longo da coluna quando a temperatura do refeedor desejada foi de 50°C. Por se tratar de um PI convencional é notório um *overshoot* no tempo de 1000 s, estabilizando logo em seguida com um suave comportamento senoidal típico. A injeção de calor na torre somente influencia o estágio exatamente superior ao refeedor após 500 s. As temperaturas dos demais pratos são afetadas conforme ocorre a transferência de energia, entretanto não abrange a todos e não foi constatada presença de líquido em nenhum desses pontos, uma vez que a temperatura de bolha ainda não foi atingida. Com o aumento da temperatura desejada do refeedor, observa-se uma influência significativa na temperatura do estágio 6.

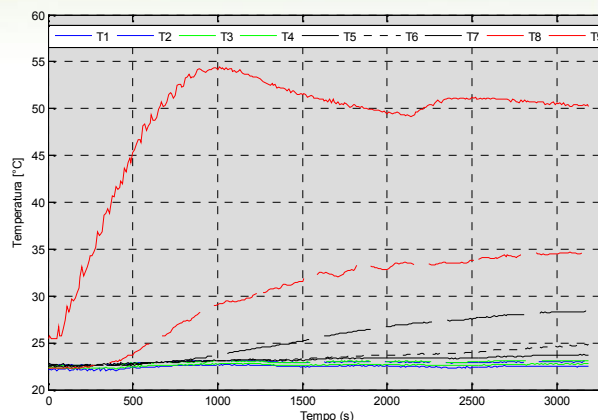


Figura 4 – Perfis de temperatura quando o *setpoint* do controlador é de 50°C.

Novamente, um *overshoot* foi encontrado, porém de menor amplitude no instante de 4500 s. as temperaturas dos estágios 6 ao 9 atingem o estado estacionário e mantêm certa diferença de temperatura entre si, sendo um degrau em torno de 20°C entre os pratos 8 e 9 (refeedor) porém sem presença de líquido em nenhum dos estágios. Os perfis de temperatura encontram-se representados na Figura 5.

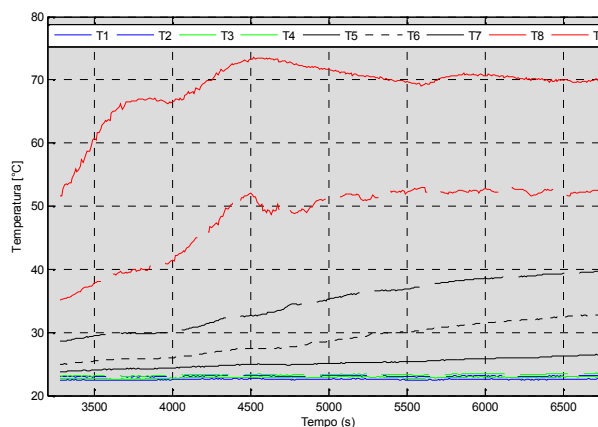


Figura 5 – Perfis de temperatura quando o *setpoint* do controlador é de 70°C.

Por fim, a temperatura de 83°C foi definida e a coluna apresenta perfis de temperatura de acordo com a Figura 6. Não foi observado *overshoot* e após determinado período, as temperaturas de todos os estágios sofrem influência e se tornam próximas à temperatura do refeedor. Foi observado o aparecimento de nível de líquido no estágio 5 a partir do instante de tempo 7170 s e no estágio 1



em 7220 s. Foi observado também que o destilado começou a aparecer no decantador em aproximadamente 7300 s.

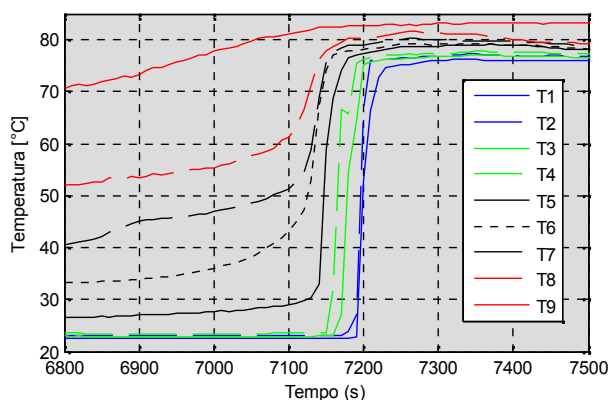


Figura 6 – Perfis de temperatura quando o *setpoint* do controlador é de 83°C.

A coluna permaneceu em estado próximo ao referenciado pela Figura 6 e foram coletadas amostras em duplicata do topo e da base. O intervalo de coleta foi em torno de 10 minutos, e os resultados quanto à fração mássica encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1: Frações mássicas de amostras retiradas do topo e da base da coluna.

Amostra	Local	x_{EtOH}^I	x_{EtOH}^{II}
A	Topo	86,89%	89,94%
	Base	20,33%	21,04%
B	Topo	89,67%	93,29%
	Base	21,06%	21,54%
C	Topo	89,44%	88,26%
	Base	20,38%	22,04%
D	Topo	89,78%	87,05%
	Base	19,40%	21,54%

A fração mássica x_{EtOH}^I é baseada na relação entre densidade e composição, enquanto que x_{EtOH}^{II} é baseada na relação desta com o índice de refração. Para esta última, as medidas de topo foram tomadas do ponto de maior concentração, uma vez que para cada índice existem dois valores de fração mássica, quando esta se encontra acima de 70%. Pela Tabela 1, nota-se que as concentrações determinadas pelos dois métodos possuem pequena discrepância.

Como não houve retirada do produto de topo (operação em refluxo total), pode-se obter um produto com a pureza limitada pelo ponto de azeotropia da mistura etanol-água.

4. CONCLUSÕES

A operação da torre de destilação permitiu a análise do processo em diferentes estados estacionários. A operação possibilitou a obtenção de composições de topo próximas ao limite estabelecido pelo ponto de azeotropia da mistura água-etanol.

Como não houve retirada no topo, ou seja, a torre funcionou em refluxo total, observou-se o enriquecimento do produto de maior volatilidade.

A análise da dinâmica da coluna mostrou que em baixos níveis de temperatura (bastante inferiores aos pontos de ebulição das espécies envolvidas) diferenças em torno de 20°C entre pratos consecutivos puderam ser constatadas. Situação diferente da encontrada quando as temperaturas estavam próximas ao ponto de vaporização do etanol.

Experimentalmente, comprovou-se a existência de dois pontos para cada índice de refração em composições superiores a 70% em massa. A utilização de refratômetros para determinação da fração mássica de uma solução representa uma metodologia rápida e precisa (dentro da faixa de aplicabilidade); entretanto, sua aplicação em amostras enriquecidas de etanol não apresentou grande discrepância quando comparada à metodologia que envolve a densidade.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Universidade Federal de Campina Grande e ao Laboratório de Fontes Renováveis de Energia (LABFREN) da Unidade Acadêmica de Engenharia Química pelo suporte experimental.



6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

GEANKOPLIS, C. J. **Transport Processes and Unit Operations**. Prentice-Hall International, 1993.

GIL, I. D.; UYAZÁN, A. M.; AGUILAR, J. L.; RODRÍGUEZ, G.; CAICEDO, L. A. **Separation of Ethanol and Water by Extractive Distillation with Salt and Solvent as Entrainer: Process Simulation**. Brazilian Journal of Chemical Engineering. v. 25, p. 207-215, 2008.

GÓRAK, A.; OLUJIC, Z. **Distillation: Equipment and Processes**. Elsevier, 2014.

LUYBEN, W. L. **Distillation Design and Control Using Aspen™ Simulation**. John Wiley & Sons, 2006.

MARTIN, P. A. **Aplicação de técnicas de controle preditivo em uma coluna de destilação**. 2011, 175p. Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, Escola Politécnica. São Paulo-SP.

MCCABE, W. L.; SMITH, J. C.; HARRIOTT, P. **Unit Operations of Chemical Engineering**. McGraw-Hill, 1993.

OLIVEIRA, R. M. L. **Montagem, Comissionamento e Operação de uma Planta Piloto de Destilação**. 2014, 70p. Relatório de Estágio Curricular Supervisionado, Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande-PB.