UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: SISTEMAS DE PROCESSOS QUÍMICOS E INFORMÁTICA

DESTILAÇÃO COM PARTÍCULAS FLUIDIZADAS: ESTUDO DO EFEITO DA MOLHABILIDADE E DENSIDADE DE PARTÍCULAS NA EFICIÊNCIA DE SEPARAÇÃO

Autor: Marta Helena Rosa Reis Orientadora: Prof^a Dr^a Teresa Massako Kakuta Ravagnani

> Dissertação submetida à comissão de Pós-Graduação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP) como parte do título de Mestre em Engenharia Química.

Campinas - SP Agosto - 1996

> UNICAMP MALOTECA CENTRAL

Dissertação de mestrado defendida e aprovada em 27 de agosto de 1996 pela Banca Examinadora constituída pelos Professores:

Jusave K Rang-

Prof[®] Dr^a Teresa Massako Kakuta Ravagnani

avais

Prof^ª Dr^a Célia Regina Granhen Tavares

Do-dre hivo de C-Y

Prof^a Dr^a Sandra Lúcia da Cruz

Esta versão corresponde à redação final da Dissertação de Mestrado defendida por Marta Helena Rosa Reis e aprovada pela banca examinadora em 27 de agosto de 1996.

Jusa ICK Ranger

Prof^a Dr^a Teresa Massako Kakuta Ravagnani

A minha querida mãe Elsa, por toda compreensão e carinho e em especial ao meu querido esposo Paulo pelo amor, amizade e apoio dedicados a mim.

AGRADECIMENTOS

A Deus por Seu infinito amor a mim.

Aos meus pais e irmãos pelo carinho e incentivo.

À Prof^a Dr^a Teresa Massako Kakuta Ravagnani, pela orientação e amizade a mim prestados.

Ao Prof. Dr. João Alexandre F. R. Pereira por suas contribuições.

Aos colegas Fernando e Ronaldo, por suas contribuições.

À CAPES, pelo auxilio financeiro

À todos aqueles que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

RESUMO

O presente trabalho estuda o efeito da adição de partículas sólidas na dispersão formada sobre o prato perfurado sem vertedor de uma coluna de destilação na eficiência de separação. Para tal, foi realizado um trabalho experimental em uma coluna de destilação com 5,5 cm de diâmetro, utilizando o sistema etanol-nbutanol, operando em condições de refluxo total.

Os efeitos da molhabilidade e da densidade de partículas sobre características da dispersão sólido-líquido-vapor, eficiência de Murphree e faixa de operação estável do prato foram estudados.

As medidas de eficiência e altura da dispersão empregando 4g de partículas com diâmetro equivalente de 1,86 mm de polietileno de alta densidade (PEAD), silicone e politetrafluoretileno (TEFLON) em diversas condições operacionais foram realizadas.

Uma análise comparativa dos resultados obtidos com operações sem o uso de partículas e com partículas de PVC são também apresentados.

Os resultados experimentais mostram que o tipo de partícula influencia significativamente os valores de eficiência de separação e faixa de operação estável do prato. Observou-se que para partículas molháveis obteve-se um aumento da eficiência em toda a faixa de composição quando comparados às operações sem o uso de partículas, enquanto que para partículas não molháveis esse aumento não é sempre verificado mostrando-se dependente da composição, da vazão de vapor e da densidade. Observou-se que a faixa de operação diminui drasticamente com partículas molháveis porém mantém-se inalterado com partículas não molháveis.

Verificou-se que a presença de partículas molháveis não provocou grande variação no comportamento da eficiência de separação com a composição ou seja, seus valores máximos correspondem à composições medianas e apresenta uma queda nos extremos de composição. Nas partículas não molháveis essa queda é menos acentuada, mostrando-se eficiências mais constantes com a composição.

SUMÁRIO

	Página
Resumo	V
Nomenclatura	VIII
CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2 - ANÁLISE DA LITERATURA	
2.1 - Introdução	3
2.2 - Fluidização Trifásica	3
2.2.1 - Influência da Densidade	4
2.2.2 - Influência da Molhabilidade das Partículas	5
2.3 - Eficiência de Separação do Prato	10
2.4 - Coeficientes de Transferência de Massa Volumétricos	11
2.5 - Destilação com Partículas Fluidizadas	11
CAPÍTULO 3 - EQUIPAMENTO E PROCEDIMENTO EXPERIM	ENTAL
3.1 - Introdução	18
3.2 - Equipamento	18
3.3 - Operação da Coluna	
3.4 - Sistema Destilante e Partículas Sólidas	23
3.5 - Medida da Composição	25
CAPÍTULO 4 - ANÁLISE DOS RESULTADOS EXPERIMENTAI	S
4.1 - Introdução	26
4.2 - Influência do tipo de partícula na altura da dispersão	26
4.3 - Influência da Velocidade Superficial do Vapor na Eficiê	nciade
Murphree	
4.3.1 - Composição 20%	29
4.3.2 - Composição 40%	31
4.3.3 - Composição 60%	32
4.3.4 - Composição 80%	

4.3.5 - Composição 90%	34
4.4 - Influência do Tipo da Partícula na Eficiência de separação	36
4.5 - Influência da Composição na Eficiência de Murphree	37
4.6 - Coeficiente de Transferência de Massa Volumétrico	39
CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES E SUGESTÕES	
5.1 - Conclusões	41
5.2 - Sugestões	42
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	44
APÊNDICE A - Dados Experimentais	47
APÊNDICE B - Cálculo das Variáveis de Operação e Propriedades Físicas	
do Sistema	54

NOMENCLATURA

A: área interfacial por unidade de área da seção transversal da coluna (m^2/m^2)

a: área interfacial por unidade de volume (cm^2/cm^3)

d_p: diâmetro da partícula (mm)

D: diâmetro da coluna

Dp: denominação dada à dimensão das partículas

EM: eficiência de Murphree (%)

F: área livre (%)

f: força motriz (fração molar)

G1: vazão mássica superficial do líquido (Kg/h.m²)

G_m: vazão molar do vapor por unidade de área (mol/s.cm²)

Hd altura da dispersão (cm)

H_{st}: altura estática do leito (mm)

K_ga: coeficiente global de transferência de massa volumétrico da fase vapor (mol/atm.s.cm³)

Kd: Razão da área de arraste pela área da bolha

L: vazão molar do líquido (mol/s)

n: número do prato

P: pressão absoluta total (atm)

PM: peso molecular (g/mol)

Q: vazão volumétrica (cm³/s)

R: constante dos gases ideais (atm.cm³/mol.K)

t: tempo (s)

T: temperatura (°C)

U: velocidade superficial (cm/s)

V: vazão molar do vapor (mol/s)

v: volume molar (cm³/mol)

W_A: trabalho de adesão (ergs/cm²)

x: fração molar de etanol na mistura líquida no prato

y*: fração molar de etanol no vapor em equilíbrio com o líquido do pratoy: fração molar de etanol na fase vapor

Letras gregas:

η : índice de refração
μ: viscosidade (cp)
ρ: massa específica (g/cm³)

σ: tensão superficial (dinas/cm)

 γ_{LV} : tensão superficial da água (dinas/cm)

 θ : ângulo de contato

Subscritos:

1: etanol

2: butanol

b: ebulição normal

e: entrada

ep: equivalente da partícula

ex: equilíbrio da fase líquida

ey: equilíbrio da fase vapor

g: gás ou vapor

v: vapor

L: líquido no prato

R: refluxo

s: saída

CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO

1 - INTRODUÇÃO

A separação de misturas de líquidos nos seus constituintes puros é uma das principais operações das indústrias químicas e petrolíferas e a destilação é o método mais correntemente usado para conseguir este objetivo. Por ser um processo energeticamente muito intensivo, um requisito importante de uma unidade de destilação é a promoção do ótimo contato entre as correntes de vapor e líquido sobre o prato, de maneira a que haja máxima eficiência de separação, resultando em uma considerável economia de energia.

A literatura apresenta diversos trabalhos indicando que sistemas destilantes classificados segundo Zuiderweg e Harmens (1958) como neutro e negativo, apresentam baixa eficiência de separação, pois não há estabilização das bolhas pelo gradiente de tensão superficial. A dispersão destes tipos de sistemas caracterizam-se pela presença bolhas de diâmetros grandes e jatos de gás e líquido. A adição de partículas objetiva a quebra dessas bolhas e jatos, melhorando o contato entre as fases.

Neste trabalho é estudada a influência da adição de partículas sólidas não molháveis de PEAD, Silicone e TEFLON na eficiência de separação e faixa de operação do prato sem vertedor, onde é analisado o comportamento das mesmas com a velocidade superficial do vapor e composição do sistema destilante.

O capítulo 2 apresenta a análise da literatura, onde são abordados assuntos que envolvem destilação com fluidização trifásica, que servem como base de análise dos resultados aqui obtidos.

A descrição do procedimento experimental realizado bem como todo o equipamento utilizado para a aquisição dos dados é descrito no capítulo 3.

A análise dos resultados é apresentada no capítulo 4, onde são abordados a influência da molhabilidade e densidade dos sólidos na eficiência de separação e altura da dispersão para diversas composições do sistema destilante e velocidades superficial do vapor.

No capítulo 5 são apresentadas algumas conclusões e sugestões desse estudo.

Finalmente no apêndice A são apresentados os dados obtidos experimentalmente e no apêndice B as metodologias de cálculo das variáveis e das propriedades físicas do sistema destilante envolvidas neste estudo.

CAPÍTULO 2

ANÁLISE DA LITERATURA

2.1 - INTRODUÇÃO

A análise da literatura foi subdividida para melhor compreensão em operações que envolvem fluidização trifásica em geral, eficiência de separação de prato sem vertedor e destilação com partículas fluidizadas propriamente dita.

2.2 - FLUIDIZAÇÃO TRIFÁSICA

A expressão fluidização trifásica é usada para descrever operações em que partículas sólidas são fluidizadas por dois fluidos. Sua principal aplicação é em reações de componentes gasosos e líquidos catalisados por partículas sólidas como hidrogenação de frações líquidas de petróleo, hidrogenação de gorduras insaturadas entre outros.

O leito fluidizado usado nas aplicações e estudos sobre fluidização trifásica pode ser estabelecido por fluxo concorrente ascendente das fases gasosa e líquida, onde o líquido é a fase contínua e o gás a descontínua ou por fluxo contracorrente, com fluxo ascendente de gás e descendente de líquido. Dentre estes dois modos de operação, os que caracterizam-se pelo fluxo concorrente são os mais estudados.

Estudos envolvendo operações de absorção utilizando colunas de borbulhamento feitos por Ostergaard (1971), Dhanuka & Stepanek (1980) e Jamialahmad & Steinhagein (1991) mostraram que se pode aumentar a taxa de transferência de massa por fluidização de partículas sólidas, formando um sistema trifásico sólido-líquido-gás, alterando-se o comportamento hidrodinâmico. Este aumento pode ser alcançado dependendo de diversos fatores como quantidade e tipo (forma, densidade, molhabilidade, atividade química da superfície) da partícula presente no meio, como também da taxa de escoamento e propriedades (viscosidade, tensão superficial) dos fluidos.

Fan (1989) indica que os efeitos dos fluxos de gás e de líquido bem como de suas propriedades sobre a taxa de transferência de massa, dependem sobretudo da característica e quantidade de partículas no meio. Assim uma análise mais detalhada da influência da quantidade e tamanho das partículas quimicamente inertes na fluidização trifásica podem ser encontradas respectivamente em Job (1994) e Oliveira (1995). No presente trabalho serão discutidos apenas as propriedades de molhabilidade e densidade das partículas.

2.2.1 - Influência da densidade

Existem poucos trabalhos na literatura que abordam os efeitos da densidade em fluidização trifásica. No entanto dois grandes grupos podem ser observados: quando as partículas tem densidade menor que a do líquido, formando leitos de fluidização inversa, onde o líquido descendente arrasta as partículas para baixo. E quando as partículas tem densidade superior à do líquido podendo ser operado em fluxo concorrente de líquido e vapor, sendo este o caso mais citado na literatura

Estudos qualitativos da característica da expansão do leito dividem-se em dois grupos distintos: das partículas pequenas/leves e partículas grandes/pesadas, sugerindo que o comportamento de uma partícula pequena seja similar ao de uma partícula com baixa densidade.

Tsuchiya et al (1992), compararam as características da esteira de partículas formadas na passagem de uma bolha de gás pelo leito entre partículas leves (1,2 g/cm³) e pesadas (2,5 g/cm³) utilizando uma coluna (retangular de 30x0,8x1,40 cm³) de borbulhamento com nitrogênio e água. Os autores determinaram a variação da área da esteira de partículas arrastadas pela bolha de gás acima da superfície livre do leito com o tempo, através de filmagens. Concluiu-se que houve diferença no grau de arraste entre partículas de alta e baixa densidade. As partículas pesadas não atingem um perfil constante de arraste com o tempo, enquanto que os sólidos leves exibem um perfil quase estável por longos períodos conforme se pode observar pela figura 2.2, que mostra a variação de Kd (razão da área da atraste pela área da bolha) com o tempo. Consequentemente o arraste em sentido amplo e com relação ao tempo deverá ser maior para partículas com baixa

densidade, assim uma partícula que persiste por longo tempo no arraste, tem maior probabilidade de ser capturada por bolhas sucessivas e o transporte desses sólidos serem conduzidos axialmente.



figura 2.2 - Perfil do grau de arraste com o tempo [Tsuchiya et al (1992)].

2.2.2 - Influência da molhabilidade das partículas

As partículas sólidas podem ser caracterizadas de acordo com o seu grau de molhabilidade. A molhabilidade de uma partícula sólida pode ser definida como a extensão com que um líquido se espalha sobre sua superfície. A partículas não molháveis não possuem grupo polar em sua unidade molecular e portanto não podem formar ligações com líquidos polares, mas as partículas molháveis por possuírem grupos polares tem a capacidade de formar ligações físicas com substâncias polares.

A molhabilidade de partículas sólidas em um leito fluidizado trifásico tem significativa influência no comportamento hidrodinâmico do leito. Entre outros fenômenos, poderá ocorrer tanto a coalescência como a quebra das bolhas devido às interações entre as bolhas que se elevam, outras bolhas existentes no meio, partículas sólidas e o meio líquido vizinho. A coalescência das bolhas pode implicar na redução no "hold-up" do gás .

Armstrong et al (1976) concluíram em seus estudos que a baixas velocidades de gás, em leitos com partículas não molháveis de 6mm, ocorria a desintegração das bolhas e com maior expansão do leito e menor "hold-up" do gás comparado com partículas molháveis com mesmo diâmetro.

Bhatia et al (1972) estudaram a influência da molhabilidade das partículas na expansão do leito numa coluna de 2 cm de diâmetro, usando o sistema ar-água e partículas de vidro de 1 mm de diâmetro e densidade 2,82 g/cm³. Vários ensaios foram realizados variando-se as velocidades superficiais do líquido e vapor, com as partículas limpas, que caracterizavam-se como molháveis e com as partículas cobertas com Teflon, o que caracterizavam-nas como não molháveis. A cobertura das partículas foi feita com um "spray" de Teflon, de modo que não foi alterada a densidade das mesmas. Os resultados obtidos pelos autores estão representados na figura 2.3, onde nota-se que em todos os casos houve uma maior expansão do leito quando utilizadas as partículas não molháveis. Quando utilizadas as partículas molháveis, ocorreram contrações do leito nas velocidades superficiais do gás mais baixas.

Chen e Fan (1989), concluíram em seus estudos que esferas de vidro encapadas com Teflon com tamanho de 2mm penetrariam a bolha esférica do leito sem sua quebra, enquanto que a mesma partícula sem o Teflon não o faria (figura 2.4), pois partículas não molháveis são mais capazes de penetrar a bolha sem sua quebra porque em uma superfície molhável a fase líquida tende a se espalhar em um filme líquido estável, mas em uma superfície não molhável o filme líquido se quebra em gotas (figura 2.5). Isto porque em partículas não molháveis, a ação da força de empuxo durante a colisão é menor, pois somente parte da superfície da partícula não molhável é circundada pelo líquido. Assim, com estas partículas há um maior tempo de contato e isto implica que a interação partícula-bolha é mais efetiva. Este experimento foi desenvolvido em uma coluna de borbulhamento onde foram usados água (fase líquida) e nitrogênio (fase gasosa) como meio fluidizante.



Figura 2.3 - Efeito da molhabilidade do sólido na expansão do leito fluidizado gás - líquido [Bhatia et al (1972)].



Figura 2.4 - Partícula esférica colidindo com uma bolha esférica [Chen & Fan (1989)].



Figura 2.5 - Diferentes superfícies de contato em partículas sólidas [Chen & Fan (1989)].

Os autores concluiram também que a densidade do aglomerado partícula-bolha é menor do que a densidade da partícula sozinha, assim uma maior expansão do leito é esperado com a presença de partículas não molháveis. A menor densidade do aglomerado conduz a uma menor tendência a quebra da bolha, consequentemente em leitos com partículas não molháveis as bolhas deveriam se grandes e o "hold-up" do gás menor. Segundo esses autores em operações com multipartículas a penetração através de uma bolha não se dá apenas por uma única partícula, mas sim por duas ou mais partículas simultaneamente ou consecutivamente provocando a instabilidade da bolha e permitindo sua quebra. Relataram que o tamanho crítico para a quebra das bolhas, em um leito fluidizado trifásico num sistema ar-água-esferas de vidro foi predito como sendo de 2,2mm.

Tsutsumi et al (1991) de forma análoga aos trabalhos de Bhatia et al (1972) e Chen & Fan (1989), também em experimentos utilizando uma coluna de borbulhamento com nitrogênio, água e esferas de vidro ou esferas de vidro encapadas com Teflon, concluíram que em um leito fluidizado trifásico com partículas não molháveis houve grande expansão do leito e menor "hold-up" do gás comparado à partículas molháveis.

Jamialahmadi e Steinhagen (1991) estudaram o efeito da molhabilidade das partículas no ""hold-up"" do gás, utilizando uma coluna de borbulhamento. O sistema utilizado foi o ar e água e partículas de poliestireno (não molhável) e nylon (molhável). Como pode ser visto nas figuras 2.6 e 2.7, foi observado que as partículas não molháveis proporcionam uma redução do "hold-up" do gás, enquanto as molháveis promovem um aumento do mesmo..



Figura 2.6 - Efeito das partículas não molháveis, de poliestireno, no "hold-up" do gás [Jamialahmadi & Steinhagen (1991)].

Segundo os autores, isto pode ser explicado fundamentando-se na resistência do filme líquido que separam duas bolhas. Quando a água, que é altamente polar, é posta em contato com uma superfície sólida não-molhável, tal como poliestireno, não é possível que ela tenha aderência à superfície sólida, portanto a presença de partículas de poliestireno no filme líquido entre duas bolhas, reduz a resistência do filme e então ocorre a coalescência. Por outro lado, fortes ligações físicas são estabelecidas entre a água e a superfície sólida, quando esta superfície é o nylon, devido à polaridade deste material e da água. Neste caso, a presença destas partículas no filme líquido aumenta a resistência à coalescência das bolhas e consequentemente, aumenta o "hold-up" do gás



Figura 2.7 - Efeito das partículas molháveis, de nylon, no "hold-up" do gás [Jamialahmadi & Steinhagen (1991)].

2.3 - EFICIÊNCIA DE SEPARAÇÃO DO PRATO

A eficiência de um prato depende dos regimes de escoamento, que por sua vez dependem das propriedades físicas da dispersão gás-líquido, da geometria do prato e das condições de operação.

Existem diversas definições da eficiência do prato, sendo que o mais comum e o mais aplicado é a de Murphree. A eficiência de Murphree relaciona o comportamento de um prato real com um ideal e pode ser calculada com relação a fase vapor de acordo com as seguinte equação:

$$EM_{v} = \frac{y_{n} - y_{n-1}}{y_{n}^{*} - y_{n-1}}$$
(2.1)

onde y_n é a fração molar de etanol na fase vapor que deixa o prato, y_{n-1} é a fração molar de etanol na fase vapor que chega ao prato e y_n^* é a composição do vapor que estaria em equilíbrio com o líquido que deixa o prato, conforme a figura 2.3.



Figura 2.8 - Esquema do escoamento dos fluidos em prato com vertedor

2.4 - COEFICIENTES DE TRANSFERÊNCIA DE MASSA VOLUMÉTRICOS

O coeficiente global de transferência de massa volumétrico da fase gasosa (K_ga), pode ser determinado supondo-se que o líquido sobre o prato esteja perfeitamente misturado o que implica em dizer que y* é constante em qualquer ponto da dispersão (West et al, 1952).

Sabendo-se que o número de unidades de transferência global da fase gasosa (N_{OG}) é definido por:

$$N_{OG} = K_g a.Hd.P/G_m = \int \frac{dy}{y^* - y}$$
(2.2)

integrando-se o termo do extremo direito, obtém-se:

$$-\ln(1-EM_v) = K_g a.(Hd.P/G_m)$$
(2.3)

A partir desta equação, o coeficiente global de transferência de massa volumétrico da fase gasosa pode ser obtido, conhecendo-se a eficiência de separação do prato, a altura da dispersão, a pressão de operação e a vazão molar do gás por unidade de área.

2.5 - DESTILAÇÃO COM PARTÍCULAS FLUIDIZADAS

Job (1994) estudou o efeito da adição de partículas sólidas de cloreto de polivinila (PVC) na dispersão líquido-vapor, utilizando como sistema destilante etanol/n-butanol em uma coluna de destilação de 5,5 cm de diâmetro com um prato sem vertedor. A massa das partículas cilíndricas de diâmetro equivalente a 2,5mm, foi variada de 2, 4, 6, 8 e 16g. Verificou-se que com a adição das partículas sobre o prato, o comportamento hidrodinâmico foi distinto à operações sem sólidos, reduzindo-se drasticamente a faixa de operação devido a expansão do leito. Verificou-se que quanto maior a massa de partículas sólidas presentes na dispersão, maior foi a expansão do leito (figura 2.9).

Verificou-se também que a composição influencia na eficiência de forma prevista por estudos anteriores (Zuiderweg & Harmens, 1958), ou seja, a presença das partículas não altera a forma com que a composição influencia a eficiência, obtendo-se maior variação da eficiência nos valores extremos de composição do sistema, como pode ser observado na figura 2.10.

Pela figura 2.11a Job (1994) observou que na ausência de partículas de PVC a eficiência cresce a medida que se aumenta a velocidade superficial do vapor até alcançar um valor máximo, a partir do qual começa a decrescer, comportamento similar ao obtido por Finch & van Winkle (1964). No entanto, a presença de partículas sólidas altera esse comportamento como se pode ver na figura 2.11b.



Figura 2.9 - Influência da velocidade superficial do vapor na altura da dispersão, em leitos de diferentes massas [Job (1994)].



Figura 2.10 - Influência da composição na eficiência de Murphree em leitos de diferentes massas [(Job (1994)].

Nas velocidades mais baixas obteve-se as mais altas eficiências de Murphree, possivelmente porque nestes tipos de regime tem-se um gradiente de concentração na direção axial da dispersão obtendo-se valores de eficiência de Murphree superiores a 100%.





Verificou-se que os sistemas com composição em torno de 60% foram os que apresentaram as maiores eficiências. Não houve variação significativa da eficiência com a velocidade superficial do vapor a não ser para valores mais elevados de velocidade superficial do vapor, para os quais notou-se uma pequena queda na eficiência (figura 2.12a).

Para sistemas com composição a 90% observou-se que, analogamente a 60%, a eficiência sofreu pouca influência com a velocidade superficial do vapor (figura 2.13a) porém foram os que apresentaram as menores eficiências entre todos os estudados. Segundo Job (1994), esta tendência de se obter menores eficiências quanto mais próximo se está do componente puro foi verificado por Zuiderweg & Harmens (1958) e por Hart & Haselden (1969).Verificou-se um comportamento semelhante para a composição de 80%.

<u>14</u>



Figura 2.13 - Influência da velocidade superficial do vapor na eficiência [Job (1994)].

Dando continuidade ao trabalho desenvolvido por Job (1994), Oliveira (1995) estudou a influência do tamanho de partículas de PVC na eficiência de separação e hidrodinâmica do prato, utilizando o mesmo equipamento e sistema destilante que Job (1994) e 4g de sólidos, pois esta massa foi a que apresentou melhor faixa de operação e eficiência de separação. A tabela 3.1 mostra os tamanhos das partículas estudadas por Oliveira (1995).

"Tyler"	Diâmetro equivalente das partículas - d _{ep} (mm)	Denominação Dp
12	1,70	G12
10	1,86	G10
09	2,00	G09
08	2,50	G08
Operações sem o uso de partículas		SP

Tabela 3.1 - Dimensão das partículas utilizadas [Oliveira (1995)]

Oliveira (1995) verificou também que com o uso de partículas de PVC o aumento da eficiência pode ou não, ser conseguido com a adição de partículas dependendo do tamanho das mesmas. Observa-se na figura 2.14 que as operações com partículas de tamanho G08, G10 e G12 apresentam maior eficiência que as sem partículas, enquanto as operações com partículas G09 apresentam menor eficiência.



2.14 - Efeito da composição na eficiência em operações sem partículas e com partículas de PVC de vários tamanhos [Oliveira (1995)].

O autor também indica que houve uma significativa redução na faixa de operação, como se pode notar pela drástica expansão do leito (figura 2.15), idêntico ao apresentado por Job (1994), independente do tamanho da partícula.



2.15 - Influência da velocidade superficial na altura da dispersão em operações sem partículas e com partículas de PVC de vários tamanhos [Oliveira (1995)].

CAPÍTULO 3

EQUIPAMENTO E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 - INTRODUÇÃO

No capítulo anterior, foram apresentados vários trabalhos e fundamentos referentes ao estudo da hidrodinâmica e eficiência de pratos perfurados e fluidização trifásica que serviram como base para a execução deste trabalho.

Neste capítulo será feita uma descrição do equipamento experimental utilizado, bem como do procedimento de operação do mesmo.

Job (1994) estudou o efeito da massa das partículas na eficiência e hidrodinâmica do prato e verificou que uma melhora na eficiência de separação é obtida com a adição de partículas. No entanto resulta em uma drástica redução na faixa de operação.

Oliveira (1995) estudou a influência do tamanho das partículas na eficiência e hidrodinâmica do prato e verificou que partículas de PVC utilizadas na dispersão, independente dos seus tamanhos, provocam expansão do leito, reduzindo a faixa de operação do prato em aproximadamente 50% em relação às operações sem o uso de partículas. Dando continuidade a estes estudos, no presente trabalho é estudado a influência do tipo de partícula na eficiência de separação e hidrodinâmica do prato, com o intuito de melhorar a faixa de operação, uma vez que com partículas de cloreto de polivinila obteve-se uma drástica redução na mesma.

3.2 - EQUIPAMENTO

A figura 3.1 apresenta o esquema do equipamento utilizado, que é constituído basicamente pela coluna de destilação, refervedor e o condensador.

O refervedor "2" foi confeccionado com uma chapa de latão e tem 450 mm de comprimento e 250 mm de diâmetro. Sobre o refervedor, foi conectado um cilindro, também de latão, de 55 mm de diâmetro e 70 mm de altura, com a finalidade de melhor direcionar o fluxo de vapor para o interior da coluna. Para o aquecimento da mistura líquida no refervedor, foram utilizadas resistências elétricas de diferentes potências, variando de 140 a 2000 W. A escolha da potência de aquecimento, que está relacionada com a taxa de vaporização desejada, era feita através das chaves liga/desliga "1".



- 1 Chaves das resistências para o aquecimento
- 2 Refervedor
- 3 Prato estudado
- 4 Condensador
- 5 Termômetro para medir a temperatura do refluxo
- 6 Válvula de descarga do destilado
- 7 Tubo indicador do sêlo de líquido
- 8 Indicador do nível de líquido e alimentação do refervedor
- 9 Válvula de descarga da solução do refervedor

- 10 Válvula para controlar a vazão de água de refrigeração
- 11 Coleta de amostra do vapor que chega ao prato
- 12 Coleta de amostra do líquido no prato
- 13 Coleta de amostra do vapor que deixa o prato
- 14 Cone para coleta de vapor
- 15 Flange
- 16 Dispersão sólido-líquido-vapor
- 17 Mangueira

Figura 3.1 - Esquema Experimental

O condensador "4" fornece uma área de troca térmica de $1,2 \text{ m}^2$. A vazão da água de refrigeração, que circulava no interior da serpentina, era controlada pela válvula "10".

Para garantir a pressão atmosférica no sistema, dois pontos foram mantidos em comunicação com o ambiente: um deles era a mangueira de borracha "17" conectada ao casco do condensador e o outro era o tubo, também de borracha, indicador do nível do sêlo de líquido, "7". Este sêlo impedia o desvio de vapor da coluna para o refluxo, além de indicar uma possível inundação da mesma.

A coluna de destilação propriamente dita, era constituída de tubos de vidro Pirex, de 55 mm de diâmetro e 140 mm de altura, de modo que permitia a visualização das dispersões ("16") formadas sobre o prato estudado ("3"). No tubo de vidro onde na sua base se encontrava o prato estudado, foi colocada uma escala milimétrica ao longo da sua altura para se fazer a medida visual da altura da dispersão. Os tubos eram intercalados ou por pratos ou por flanges, conectados entre si através de hastes de latão. No topo da coluna, um tubo de latão, de iguais dimensões, também foi acoplado aos demais, onde foi conectado um tubo lateral por onde escoava o refluxo proveniente do condensador. Um termômetro ("5") foi colocado neste tubo lateral para medir a temperatura do refluxo.

Entre os tubos de vidro e os pratos foram colocadas arruelas de borracha como vedantes. O cone de amostragem do vapor de saída ("14") foi conectado a um prato perfurado para melhorar a redistribuição do líquido proveniente do refluxo. Já o cone da amostragem "11" foi conectado a uma flange.

Como o objetivo deste trabalho é estudar o comportamento da hidrodinâmica e eficiência de um prato perfurado sem vertedor com a presença de partículas sólidas no mesmo, uma tela de latão de área livre 47% foi colocada sob o prato "3", de área livre 39,6%, conforme a figura 3.2, resultando uma área livre de aproximadamente 19%.

O prato perfurado, incluindo a flange, visto na figura 3.2, possui diâmetro externo de 90 mm e a região perfurada, composta de 19 orifícios não chanfrados, 55 mm de diâmetro. Sua espessura é de 2 mm e cada orifício tem 7,9

mm de diâmetro, distribuídos num arranjo triangular. Os furos menores localizados na flange, serviram para a junção dos tubos de vidro, através de hastes de latão.

Para a coleta de amostras de líquido e vapor, necessárias para o cálculo da eficiência de Murphree em relação à fase vapor, foram utilizadas seringas de plástico. Na amostragem da fase líquida ("12"), a agulha da seringa permanecia introduzida na dispersão líquido-vapor através da arruela de borracha de vedação. Já na amostragem da fase vapor ("11" e "13") foi conectado à agulha fixa na borracha, um pequeno tubo capilar que fazia a ligação entre a agulha e o ponto de amostragem. Um cone fixo no prato ("14") protegia o ponto de amostragem de vapor, impedindo a presença de líquido. O vapor era então succionado e condensado na seringa.



Figura 3.2 - Prato perfurado sem vertedor equipado com uma tela

3.3 - OPERAÇÃO DA COLUNA

A descrição do procedimento de operação da coluna, feita a seguir, se baseia na legenda utilizada na figura 3.1.

Estando a solução dentro do refervedor, ligava-se algumas resistências através das chaves "1" para se dar início ao seu aquecimento. Enquanto a solução era aquecida, abria-se a válvula "10" que permitia a circulação de água de resfriamento no condensador e fechava-se o tubo "7" para permitir a formação do sêlo de líquido. Quando se iniciava a vaporização da solução contida no refervedor, era atribuída uma determinada potência de aquecimento sob a qual obtinha-se uma determinada vazão de vapor através da coluna. Com a coluna já em plena operação, abria-se o tubo "7", já com o sêlo formado e fazia-se o ajuste da composição do vapor de entrada do prato (y_e), que já deveria estar próxima da desejada via ajuste prévio da composição no refervedor. O ajuste do ye era realizado através da combinação da adição de reagentes ou retirada de solução do refervedor ("8" e "9") ou ainda retirada de destilado ("6"). Após o ajuste da composição a vazão de água de refrigeração era ajustada de forma a manter o refluxo o mais próximo possível do estado de líquido saturado, o que era indicado pelo termômetro "5", que media a temperatura do refluxo. Em seguida eram retiradas simultaneamente amostras do líquido no prato "3" e do vapor de entrada e saída do mesmo (respectivamente nos pontos "12", "11" e "13") em intervalos de 10 a 15 minutos e medidos as suas respectivas composições molares. Isto era repetido até que todas as três amostras mantivessem as suas composições constantes com o tempo, caracterizando o estado estacionário. Atingida a estabilização, anotavam-se os valores das composições do líquido no prato (x) e do vapor na entrada (y_e) e saída (y_s) do mesmo, para o cálculo da eficiência de separação de Murphree. Altura, tipo e outras características da dispersão também eram observadas e anotadas, além da temperatura do refluxo e do nível de líquido no refervedor. Por fim era medida a vazão volumétrica do líquido condensado, utilizada para o cálculo da velocidade superficial do vapor. Para isso, descarregava-se num becker todo o líquido do sêlo de líquido, abrindo-se totalmente a válvula "6". Imediatamente ao fim da descarga do líquido retido, coletava-se o destilado proveniente do condensador numa proveta durante 10 segundos, obtendose a vazão volumétrica do condensado.

Para cada tipo de partícula, este procedimento foi realizado de cinco a seis vezes para cada uma das cinco composições estudadas, procurando-se sempre abranger toda a faixa de operação, desde a mínima fluidização até o limite de inundação, onde a dispersão líquido-vapor ocupava todo o espaço entre o prato estudado "3" e a flange "15".

3.4 - SISTEMA DESTILANTE E PARTÍCULAS SÓLIDAS

Estudos anteriores mostram que bolhas grandes e jatos estão presentes nas dispersões líquido-vapor de sistemas neutros e negativos (zuiderweg e harmens, 1958), causando redução da área interfacial e, portanto, da eficiência de separação. Já no caso dos sistemas positivos, existe uma estabilização do filme líquido que favorece a eficiência de separação, tornando-a superior a dos demais sistemas.

Como no presente trabalho será estudado o efeito da adição de partículas sólidas à dispersão líquido-vapor na eficiência de separação, procurou-se adotar um sistema destilante que não tivesse as características de sistema positivo, já que o objetivo das partículas é quebrar as bolhas e assim aumentar a área interfacial, o que seria observado com mais destaque nos sistemas neutros ou negativos. Portanto, optou-se pelo sistema destilante etanol/n-butanol que se caracteriza como neutro.

Segundo Thomas Young o ângulo de contato (θ) entre uma bolha de líquido e uma superfície plana sólida (figura 3.3) é fundamental para definir a molhabilidade de uma superfície sólida. Quando $\theta > 0^\circ$, o líquido não se espalha na superfície sólida; quando $\theta = 0$, o líquido se espalha livremente na superfície em função da viscosidade do líquido e do tipo da superfície sólida. A tendência de um líquido se espalhar aumenta a medida que θ diminui.

Na tabela 3.1, se encontram algumas propriedades físicas destas partículas sólidas estudadas neste trabalho, em que são caracterizadas a tensão superficial da água ($\gamma_{LV}^{\circ} = 72,8$ dinas/cm), o trabalho de adesão (W_A) e o ângulo de contato entre a gota e a superfície sólida, onde W_A = $\gamma_{LV}^{\circ}(1 + \cos \theta)$.


ligura 5.5 - Angulo de contato entre uma superfície solida e a gota de lídu	figura 3.3 -	Ângulo de	contato en	tre uma s	superfície s	sólida e a	gota de lí	auid
---	--------------	-----------	------------	-----------	--------------	------------	------------	------

	PVC	PEAD	Silicone	TEFLON
ρ (g/cm ³)	1,3	0,9	1,2	2,3
θ	87°	94°	101°	108°
σ _c a 20° (dinas/cm)	39,5	31	24	18,5
W_A (ergs/cm ²)	76,6	67,7	58,9	50,3

Tabela 3.1 - Molhabilidade de partículas sólidas.

Quanto às partículas sólidas, adotou-se as de PEAD, Silicone e TEFLON.

Para a definição da massa de partículas, verifica-se que de acordo com os resultados obtidos por Job (1994), a massa pouco influencia na eficiência de Murphree, mas, por outro lado, este parâmetro influencia consideravelmente na faixa de operação do prato, reduzindo-a à medida em que se aumenta a mesma. Diante disso, optou-se pela massa de 4g, pois apresentou faixa de operação próxima à obtida com a de 2g e bastante superior às obtidas com as demais massas, além de apresentar uma leve superioridade de eficiências de separação em relação à de 2g.

Para a definição do tamanho das partículas, verifica-se que de acordo com os resultados obtidos por Oliveira (1995), operações com partículas de tamanhos iguais a 1,7 e 1,86 mm apresetara maior eficiência em relação a operações sem o uso de partículas e que não há variação considerável na faixa de operação em relação ao tamanho das partículas na maioria da composições estudadas. Desta forma optou-se por partículas de tamanho igual a 1,86 mm.

3.5 - MEDIDA DA COMPOSIÇÃO

O conhecimento das composições do líquido no prato e do vapor à sua entrada e saída é necessário para se efetuar o cálculo da eficiência de Murphree da fase vapor, adotado neste trabalho.

O método utilizado para tal, baseou-se numa calibração da composição da mistura líquida em relação ao seu índice de refração (η), já que o etanol e o butanol puros têm índices de refração bastante diferentes (respectivamente 1,3620 e 1,3994). Então foram feitas várias soluções de composições molares conhecidas e medidos os seus respectivos índices de refração a 20 °C através de um Refratômetro de Abbé, da Carl Zeiss modelo nº 32.G110d. A partir desses dados, foi construída uma curva de calibração da composição versus índice de refração, que está apresentada na figura 3.3. A curva foi ajustada por polinomios, utilizando-se o método dos mínimos quadrados e o seu melhor ajuste foi obtido com o seguinte polinômio:

$$\mathbf{x} = 12173,6 - 26854,4\eta + 19761,2\eta^2 - 4850,37\eta^3$$
(3.1)

Sendo: $1,3620 \le \eta \le 1,3994$

Erro médio: 1,43 %



Figura 3.3 - Curva de calibração da composição do sistema etanol-butanol em relação ao índice de refração

CAPÍTULO 4

ANÁLISE DOS RESULTADOS EXPERIMENTAIS

4.1 - INTRODUÇÃO

Neste capítulo será apresentado uma análise dos resultados obtidos a partir dos procedimentos experimentais descritos no capítulo anterior. Os dados experimentais estão apresentados no apêndice-A.

Será verificada a influência da molhabilidade e densidade das partículas a serem fluidizadas na dispersão na eficiência de separação e na hidrodinâmica do prato, com o objetivo de verificar o comportamento destas partículas no meio.

Será analisada a influência da velocidade superficial do vapor, composição do sistema destilante, altura da dispersão, densidade e tipo de partículas na faixa de operação e na eficiência de separação (definida por Murphree).

Na análise dos dados experimentais, serão utilizados alguns resultados obtidos por Job (1994) e Oliveira (1995) correspondentes respectivamente aos experimentos sem o uso de partículas e com 4g de partículas de PVC com 1,86 mm de diâmetro.

4.2 - INFLUÊNCIA DO TIPO DE PARTÍCULA NA ALTURA DA DISPERSÃO

O conhecimento da altura da dispersão e as variáveis que a influenciam é um fator fundamental para o projeto da coluna. Dela dependem o limite de operação estável e o tempo de contato entre as fases. Neste trabalho, quanto maior for a expansão do leito (aumento da altura da dispersão com a velocidade superficial do gás) menor é a faixa de operação, posto que o limite de operação foi considerado como sendo o preenchimento do espaço entre os pratos pela dispersão, como foi mencionado anteriormente. Sabe-se também que quanto maior for a altura da dispersão maior é o tempo de contato, porém maior é o arraste de líquido e ambos os fatores tem efeitos contrários sobre a eficiência de separação. O tipo de partícula sólida influencia fortemente na expansão do leito como discutiremos a seguir.

Pelas figuras 4.1a, b, c e d podemos observar o comportamento da altura da dispersão com a Velocidade superficial do vapor para operações sem o uso de partículas e com partículas não molháveis de PEAD, Silicone e TEFLON para todas as composições estudadas.



Figura 4.1 - Influência da velocidade superficial do vapor na altura da dispersão.

Pela altura da dispersão podemos verificar a maior ou menor expansão do leito e assim os limites de operação do prato. Pela figura 4.1 podemos observar que a altura da dispersão depende linearmente da velocidade superficial do vapor para cada composição. Quanto maior a inclinação, maior é a expansão do leito e menor é a faixa de operação estável do prato.

Podemos observar também que a presença de partículas PVC (molhável) na dispersão causa uma drástica expansão do leito. Partículas de PEAD e Silicone(não molhaveis), ocasionam uma leve expansão do leito enquanto que com partículas de TEFLON (não molháveis) ocasionam uma leve contração do mesmo quando comparadas com dispersões formadas em operações sem partículas. Esta leve contração ou expansão, pode em parte ter sido causada pela limitação da escolha do conjunto de resistências que controlam o ajuste fino da vazão de vapor, uma vez que a menor resistência é de 140W.

Como mencionado na revisão da literatura, Jamialahmad e Steinhagem (1991) e Bhatia e colaboradores (1972), concluíram que a adição de partículas molháveis causam a contração do leito e as não molháveis a expansão do leito.

A divergência entre os resultados pode ser devido à diferenças nas condições de operação da coluna uma vez que esses autores utilizaram colunas de borbulhamento, com fluxo concorrente, a frio, o que de alguma forma poderia contribuir para tal discordância.

Em se tratando de apenas partículas não molháveis, maior expansão do leito foi obtido com partículas de PEAD que com partículas de Silicone. Com partículas de TEFLON pode-se operar basicamente na mesma faixa de velocidade à operações sem o uso de partículas, em que a velocidade de fluidização mínima é um pouco maior que a mínima retenção de líquido no prato e a velocidade máxima é maior que às obtidas nas operações sem partículas. Desta forma obteve-se que a ordem crescente da faixa de operação é dado por PEAD, Silicone e TEFLON.

Uma possível causa para este comportamento, seria a influência da tensão superficial crítica da partícula sólida (σ_c) no comportamento hidrodinâmico do prato. Os valores de σ_c para partículas de PEAD, Silicone e TEFLON são respectivamente , 31, 24, 18,5 dinas/cm. Porém a densidade também pode ter colaborado para tal resultado, Porém observações visuais durante as realizações do

experimentos, mostraram que partículas menos densas de PEAD eram ejetadas pelos jatos de vapor.Os valores da massa específica são respectivamente 0,9; 1,2 e 2,3 g/cm³. É conveniente lembrar que o PVC ($\rho = 1,32$ g/cm³ e $\sigma_c = 39$ dinas/cm), tem massa específica próxima ao silicone, porém com maior tensão superficial crítica e apresenta uma drástica expansão do leito.

4.3 - INFLUÊNCIA DA VELOCIDADE SUPERFICIAL DO VAPOR NA EFICIÊNCIA DE MURPHREE

O uso de partículas sólidas não molháveis provocou na dispersão regimes do tipo "misto" (espuma turbulenta sobre uma camada límpida de líquido) para menores velocidades superficiais de vapor e "froth" para as demais velocidades, enquanto que a presença de partículas molháveis de PVC provocou na dispersão regimes tipo "borbulhamento", "misto" e "froth" respectivamente para baixa, média e alta velocidade de vapor.

No procedimento experimental a composição de etanol a entrada do prato (y_e) , foi mantida constante a cada vazão de vapor em toda faixa de operação. Para uma melhor compreensão dos resultados, será feita uma análise separadamente para cada composição.

4.3.1 - Composição 20%

As figuras 4.2a e b apresentam o efeito da velocidade superficial do vapor na eficiência para operações sem partículas (SP), com partículas de PVC, TEFLON e PEAD.



Figura 4.2 - Influência da velocidade superficial do vapor na eficiência de Murphree com composição 20%.

Pelas figuras verifica-se que seus comportamentos são bastante distintos. Em operações sem o uso de partículas as dispersões são todas do tipo "froth" e a eficiência cresce com o aumento da velocidade superficial do vapor até alcançar um valor máximo, a partir do qual começa a decrescer. No entanto a presença de partículas sólidas altera esse comportamento. Com o uso de partículas de PVC a eficiência diminui a medida que aumenta a velocidade superficial do vapor (transição da dispersão "borbulhamento"-misto), em seguida aumenta até um valor máximo (transição da dispersão misto-"froth"), e a partir daí ocorre uma drástica redução da eficiência. O mesmo não ocorre com partículas de PEAD e TEFLON , em que se observa apenas redução da eficiência com o aumento da velocidade.

Os valores da eficiência com o uso de PEAD foram basicamente os mesmos comparados a operações sem o uso de partículas (fig. 4.2a), superando levemente nas menores e nas maiores velocidades, próximos ao limite de operação. Com o uso do TEFLON obteve-se melhor eficiência em toda faixa de operação com ganhos de até 10% para maiores velocidades e como mencionou-se no item anterior, a faixa de operação se encontra deslocada ligeiramente para a direita. Em operações com PVC melhor eficiência foi alcançada principalmente a baixas velocidades de

vapor, porém a dispersão não apresenta uma boa mistura da fase líquida, conforme indicam os valores de eficiências superiores a 100%.

Convém ressaltar que os dados experimentais de Oliveira(1995) utilizados neste trabalho, dizem respeito a partículas com massa igual a 4g de PVC e tamanho de 1,86mm, sendo mesma massa e granulometria das partículas utilizadas no presente trabalho.

4.3.2 - Composição 40%

O comportamento da eficiência com a velocidade superficial do vapor na composição de 40% (figura 4.3) ocorre de forma similar ao de composição 20%, porém tanto o PEAD como TEFLON apresentam uma queda na eficiência quando comparadas às operações sem partículas. É possível observar que com partículas de PEAD na dispersão, a eficiência é menor ou basicamente a mesma em relação a operações sem o uso de partículas (figuras 4.3a). Com partículas de PVC observa-se melhora nos valores de eficiência e os dados apresentam menor variação de eficiência com a velocidade superficial em vista das dispersões apresentarem menor alteração nos tipos de dispersão.

Em operações com partículas de TEFLON os valores de eficiência, de uma maneira geral permaneceram constantes em toda faixa de Velocidade superficial do vapor, sendo que a eficiência é menor para baixas vazões e com bons resultados de eficiência para altas vazões em relação a operações sem o uso de partículas (figura 4.3b). Com partículas de Silicone (figura 4.3c) o comportamento é similar ao de PEAD para menores velocidades e ao TEFLON para maiores velocidades.



Figura 4.3 - Influência da velocidade superficial do vapor na eficiência de Murphree com composição 40%.

4.3.3 - Composição 60%

Nos experimentos realizados com composição do vapor a entrada do prato em torno de 60% (figura 4.4), observa-se uma queda nos valores da eficiência do prato com o aumento da velocidade superficial do vapor para todas as operações. A presença de partículas de PEAD e TEFLON na dispersão ocasionou uma redução na eficiência em toda faixa de operação, enquanto que com a presença de partículas



de PVC houve melhores valores de eficiência quando comparados às operações sem o uso de partículas.

Figura 4.4 - Influência da velocidade superficial do vapor na eficiência de Murphree com composição 60%.

4.3.4 - Composição 80%

Na composição de 80% (figura 4.5), as operações sem o uso de partículas e com partículas de PEAD, Silicone e TEFLON, apresentam um comportamento semelhante ao apresentado pela composição de 40%, porém com partículas de PVC deixa de apresentar o máximo de eficiência com a velocidade superficial de vapor e passa a apresentar um comportamento similar aos demais tipos de partículas. Observou-se melhores resultados de eficiência em relação às operações sem partículas para partículas de PEAD e Silicone (figura 4.5a e c), principalmente às velocidades superficiais de vapor próximas ao limite de operação.

Já a figura 4.5b mostra que a eficiência são semelhantes em operações sem o uso de partículas e com partículas de TEFLON.



Figura 4.5 - Influência da velocidade superficial do vapor na eficiência de Murphree com composição 80%.

4.3.5 - Composição 90%

A eficiência obtida nas operações com composição do sistema em 90% (figuras 4.6a a c) são as mais baixas, provavelmente devido a diminuição da força motriz. Nas figuras observa-se que valores de eficiência bem maiores são obtidos com partículas de PEAD e Silicone em comparação a operações sem o uso de partículas e com partículas de PVC. As partículas de Silicone apresentam maior eficiência que as de PEAD e as partículas de PVC tem maiores eficiências que operações sem o uso de partículas.

Em operações com partículas de TEFLON observou-se uma melhora na eficiência somente em baixa velocidade superficial do vapor..



Figura 4.6 - Influência da velocidade superficial do vapor na eficiência de Murphree com composição 90%.

4.4 INFLUÊNCIA DO TIPO DA PARTÍCULA NA EFICIÊNCIA DE SEPARAÇÃO

Esta análise será feita baseada nas figuras 4.1 a 4.5 apresentadas no item anterior. Iniciaremos a análise comparando-se partículas de PVC ($\sigma_c=39$ dinas/cm e $\rho=1,3$ g/cm³) e Silicone ($\sigma_c=24$ dinas/cm e $\rho=1,2$ g/cm³), ambas com densidade similares e tensão superficial crítica bem distintas.

Observando-se as figuras 4.2, 4.4 e 4.5 verifica-se que ocorre uma inversão de comportamento, isto é, para composição de 40% as eficiências com PVC são maiores que Silicone, a 80% são aproximadamente iguais, tornando-se menores a 90%.

A variação da composição, mesmo para um sistema ideal como etanolbutanol, pode causar alterações na altura da dispersão como também o "hold-up" do gás.

Segundo Chen e Fan (1989), que estudaram a quebra de bolha pelo ataque de uma única partícula utilizando sistema água-ar e partículas com $\rho=2,5$ g/cm³, indicam que pequenas partículas (2mm) molháveis (vidro) não penetram nas bolhas enquanto que partículas não molháveis (vidro encapado com TEFLON) penetram. Em ambos os casos não ocorreu a quebra da bolha. Estes resultados parecem não convergir com os obtidos neste trabalho, uma vez que eficiências maiores não foram sempre obtidas com operações utilizando Silicone (não molhável), porém convém ressaltar que no presente trabalho, as bolhas sofrem ataques sucessivos de partículas menos densas, existe um fluxo de líquido descendente além de propriedades físicas do sistema bastante distinto ao estudado pelos autores.

Os autores também indicam o efeito da densidade na quebra das bolhas. Segundo os mesmos as partículas de 3 mm pouco densas (acrílico recoberto com TEFLON) são ejetadas pelas bolhas sem penetrá-las enquanto que partículas mais densas (vidro encapada com TEFLON) penetram. Em ambos os casos também não há quebra de bolha.

A influência da densidade também foi observada neste trabalho. Observandose operações com PEAD ($\sigma_c=31$ dinas/cm e $\rho=0.9$ g/cm³) e Silicone ($\sigma_c=24$ dinas/cm e ρ =1,2 g/cm³), se analisarmos apenas o efeito da molhabilidade (supondo-se que o mesmo comportamento obtidos com PVC e Silicone se repetiria) era de se esperar que maiores eficiências seriam obtidos com PEAD às baixas concentrações e por Silicone às altas concentrações. Observando-se as figuras 4.2 e 4.5 respectivamente para concentrações 20 e 90%, verifica-se que em ambos os casos obtém-se eficiências maiores com partículas de Silicone. Este comportamento pode sugerir que maior densidade favorece o aumento da eficiência em baixas concentrações. Isto pode ser a causa do bom desempenho das partículas de TEFLON às concentrações de 20 e 40% como se pode verificar nas figuras 4.1 e 4.2.

4.5 - INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO NA EFICIÊNCIA DE MURPHREE

Pelas figuras 4.7a,b,c e d observa-se a influência da composição na eficiência para diversas velocidades superficiais do vapor. Zuiderweg & Harmens (1958) concluíram que maiores valores da eficiência ocorrem nas composições medianas e menores valores ocorrem em composições próximas aos componentes puros. Nas operações com partículas sólidas observou-se o mesmo comportamento.

Com o uso de partículas de PVC os valores da eficiência foram aproximadamente constantes nas composições de 20 a 60% e houve uma redução drástica para composições maiores. Este mesmo comportamento foi observado em toda faixa de velocidade superficial do vapor.

Com a presença de PEAD na dispersão observou-se que as eficiências se mantiveram constantes nas composições de 20 a 80%, reduzindo levemente a 90%.

Em operações com partícula de TEFLON, observou-se o mesmo comportamento que o PVC para toda faixa de Velocidade superficial do vapor, em que a diminuição da eficiência é mais acentuada nas composições de 80 e 90%.



Figura 4.7 - Influência da composição na eficiência de Murphree a diferentes velocidades superficiais de vapor.

4.6 - COEFICIENTE DE TRANSFERÊNCIA DE MASSA VOLUMÉTRICO

Para o cálculo do Coeficiente Global de Transferência de Massa Volumétrico (K_ga) utilizou-se a equação 2.3, que supõe a mistura de líquido no prato como sendo perfeita, ou seja, a eficiência pontual igual à eficiência global do prato. Verificou-se através das figuras 4.8 a, b e c que existe uma relação linear entre a EM_V e a razão entre a altura da dispersão e a vazão molar de vapor por



unidade de área, indicando que K_{ga} manteve-se constante. Os valores e K_{ga} são obtidos pelo cálculo do coeficiente angular da reta.

Figura 4.8 - Relação entre a eficiência de Murphree global e a relação entre a altura da dispersão pela vazão molar de vapor por unidade de área.

Foi possível determinar os valores de K_{ga} em operações com partículas PEAD em todas as composições, mas em operações sem o uso de partículas e com partículas de Teflon essa relação linear só foi verificada para as composições de 20, 40, 80 e 90%. Em operações com Silicone, pôde-se determinar o K_{ga} nas composições de 40, 80 e 90%. Esses resultados estão listados na tabela 4.1. Nos casos em que o K_{ga} não se manteve constante, isto é, não foi possível ajustar os dados com uma reta, o cálculo do mesmo foi feito utilizando a equação 2.3, obtendo-se assim os coeficientes de transferência de massa volumétricos médios. A não linearidade dos pontos em operações com partículas de Teflon, Silicone e sem partículas em algumas composições ocorreu provavelmente devido a imprecisão na leitura da altura da dispersão (\pm 1cm) aliado às pequenas variações de eficiência.

ye	TEFLON	SILICONE	PEAD	Sem part.
	Kga	Kga	Kga	Kga
20%	3,60		1,91	2,59
40%	2,10	1,88	1,81	3,10
60%	*4,48		2,88	*4,80
80%	3,90	2,41	2,04	2,88
90%	2,10	3,58	1,65	0,19
*	Coeficientes de transfe	rência de massa volumétr	icos médios, obtidos vi	a equação 2.3

 Tabela 4.1 - Coeficientes de transferência de massa volumétricos em opearações com e sem partículas (Kga.10⁴gmol/atm.s.cm³).

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

5.1 - CONCLUSÕES

O presente trabalho estudou uma das alternativas para aumentar o grau de contato entre as fases líquida e vapor em um prato perfurado sem vertedor, adicionando-se partículas sólidas à dispersão. De acordo com a análise dos resultados, as seguintes conclusões foram obtidas :

A hidrodinâmica em operações sem e com partículas é bastante distinta. As partículas molháveis (PVC) apresentaram dispersões do tipo borbulhamento, misto e "froth" enquanto que as não molháveis (PEAD, Silicone e TEFLON) apresentaram maior turbulência e as dispersões encontradas foram do tipo misto e "froth".

A faixa de operação estável também foi significantemente alterada. Segundo Job (1994) quanto maior a massa maior é a expansão e segundo Oliveira (1995) o tamanho das partículas não interfere na expansão do leito. Neste trabalho verificou-se que a expansão de um leito depende também da molhabilidade e densidade das partículas. Se a partícula é molhável ocorre uma drástica expansão enquanto que as não molháveis não apresentam alterações significativas na faixa de operação em comparação com operação sem partículas. A análise realizada entre as partículas não molháveis, verificou-se que quanto menor a densidade das partículas, menor a faixa de operação devido ao arraste das partículas.

Através da análise da influência da velocidade superficial do vapor na eficiência verificou-se que o comportamento depende da concentração. No caso de partículas não molháveis quanto maior a velocidade do vapor menor a eficência de separação. Já no caso de partículas molháveis operando a baixas concentrações de etanol, verificou-se a presença de um máximo de eficiência com a velocidade superficial de vapor.

O efeito do tipo da partícula na eficiência também é significativo. Operação com partículas molháveis resultaram sempre em maior eficiência que sem partículas. Porém o mesmo resultado não foi obtido com partículas não molháveis, pois depende também da concentração. Para partículas com igual densidade, maior eficiência é obtida com partículas molháveis se a concentração de etanol é baixa, porém a eficiência é menor em altas concentrações.

A densidade do material também tem efeitos significativos sobre a eficiência em baixas concentrações de etanol. Quanto maior a densidade maior a eficiência.

Melhores resultados de eficiência na faixa de concentração de 20-40% foram obtidos com o TEFLON para altas velocidades e PVC para menores velocidades; para 80-90% foi obtido com o Silicone em toda faixa de operação. Já para concentração intermediária 60% foi obtido com PVC para menores velocidades. Sugerindo-se desta forma, que dificilmente poderá se operar com um único tipo de partícula.

Verificou-se também que partículas molháveis não altera o efeito da composição sobre a eficiência quando comparados com operações sem partículas. Já partículas não molháveis deixam de apresentar a brusca queda de eficiência quando se aproxima do componente puro, tornando-a mais constante.

A densidade parece não influenciar o perfil de eficiência com a composição.

5.2 - SUGESTÕES

Os resultados deste trabalho mostram que diversos estudos são ainda necessários para perfeita compreensão dos fenômenos que ocorrem na destilação trifásica. Desta forma sugere-se os seguintes trabalhos :

Estudos sobre a hidrodinâmica do leito trifásico utilizando sistema água-ar em fluxo contracorrente com a finalidade de compreender o fenômeno da coalescência das bolhas, análogo ao estudado por Chen e Fan (1989) inclusive com ataques sucessivos de partículas.

Estudos em condições de destilação trifásica abordando os seguintes aspectos:

Efeito da densidade com partículas molháveis, por exemplo comparar resultados das operações utilizando PVC e vidro recoberto com PVC.

Efeito da molhabilidade com partículas densas, por exemplo vidro e TEFLON ou vidro recoberto com TEFLON.

Queda de pressão nos pratos com partículas.

Dinâmica da operação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Armstrong, E. R., Baker C. G.& Bergougnou, M. A. The effects of solids wettability on the caracteristics of three phase fluidization "Fluidization technology", (1) 405-409, (1976).
- Bhatia, V. K., Evans, K. A. & Epstein, N. Effect of solids wettability on expansion of gas-liquid fluidized beds. Ind. Eng. Chem. Process Des. Develop., 11 (1) : 151-152, 1972.
- Bowers, R. C. & Zisman, U. S.. Surface properties. Engineering design for plastics.
- Chen, Y. M. & Fan, L. S. Buble breakage due to particle collision in a liquid medium: particle wettability effects. Chemical Engineering Science, 44(11):2762-2767, 1989.
- Dhanuka, V. R. & Stepanek, J. B. Simultaneous measurement of interfacial area and mass transfer coefficient in three-phase fluidized bed. AIChE Journal, 26 (6) : 1029-1038, 1980.
- Epstein, N. Three-phase fluidization: some knowledge gaps. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 59 (12) : 649-657, 1981.
- Fan, L. S. Gas-liquid-solid fluidization engineering. Butterworths Series in Chemical Engineering. Boston, 1989.
- Finch, R. N. & Van Winkle, M., "A estatistical correlation of the efficiency of perforate trays", i & process design and development, 3, (2), april, (1964)
- Gimenes, M. L. Estudo de uma coluna de destilação com pratos perfurados sem vertedores. Tese de Mestrado. UNICAMP. Campinas, 1986.
- Gmehhling, J. & Onken, U. Vapour-liquid equilibrium data collection. Dechema Chemistry Data Series, 1977.

- Hart, D. J. & Haselden, G. G. Influence of mixture composition on distillation-plate efficiency. I. Chem. Eng. Symposium Series, 32 (1) : 16-25, 1969.
- Humphrey, J. L. E Seibert, A. F. New horizons in distillation. Chemical Engineering, (12): 86-98, 1992.
- Jamialahmadi, M. & Muller-Steinhagen, H. Effect of solid particles on gas hold-up in bubble columns. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 69 : 390-393, 1991.
- Job, F. P. P. Destilação com partículas fluidizadas: análise dos parâmetros operacionais sobre a eficiência de separação. Tese de Mestrado. UNICAMP. Campinas, 1994.
- Kim, S. D., Baker, C. G. J. & Bergougnou, M. A. Bubble characteristics in three phase fluidized beds. Chemical Engineering Science, 32 (11) : 1299-1306, 1977.
- Oliveira J. R., Estudo do efeito do tamanho das partículas sobre a hidrodinâmica e eficiência de separação do prato na destilação com partículas fluidizadas. Tese de Mestrado. UNICAMP. CAMPINAS, 1995.
- Ostergaard, K. Three-phase fluidization. In: Davidson, J. F. & Harrison, D. Fluidization. Ed. Academic Press, New York, 1971.
- Reid, R. C., Prausnitz, J. M. & Sherwood, T. K. The properties of gases and liquids. 4^a ed., Ed. McGraw Hill, USA, 1984.
- Sharma, M. M. & Gupta, R. K. Mass transfer characteristics of plate columns without downcomers. **Trans. IChemE**, 45 : 1169-1175, 1967.
- Strumillo, C. & Kudra, T. Interfacial area in three-phase fluidization beds. Chemical Engineering Science, 32 : 229-232, 1977.

- Tsutsumi, A., Nieh, J. Y. & Fan, L. S. Particle wettability effects on buble wake dynamics in gas-liquid-solid fuidization. Chemical Engineering Science, 46(9):2381-2384, 1991.
- Tsuchiya K., Song G. H., Tang W. T & Fan L. S. Particle drift by a bubble in a liquid-solid fluidized bed wiith low-density particles. Dept. of chemical Engineering, Aiche Journal, 38(11): 1847-1851, 1992.
- WEST, F. B., GILBERT, W. D. & SHIMIZU, T. Mechanism of mass transfer on bubble plates. Industrial and Engineering Chemistry, 44 (10) : 2470-2477, 1952.
- Wilhoit, R. C. & Zwolinski, B. J. Physical and termodynamic properties of aliphatic alchools. J. Phys. Chem. Ref. Data, (2): 88, 1973.
- Wozniak, M. & Ostergaard, K. An investigation of mass transfer in a countercurrent three-phase fluidized bed. **Chemical Engineering Science**, 28 : 167-171, 1973.
- Young, T. Phil. Trans. Roy. Soc.(London), citato por Bowers, R. C. & Zisman, U. S..
- Zuiderweg, F. J. & Harmens, A. The influence of surface phenomena on the performance of distillation columns. Chemical Engineering Science, 9 (2/3) : 89-108, 1958.

APÊNDICE A

DADOS EXPERIMENTAIS

A seguir são apresentados os dados obtidos experimentalmente, conforme descrito no Capítulo 3:

	Tipo de Partículas: PEAD								
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)									
Massa das Partículas: 4g									
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 20%									
Q1	Tipo de	X	Ye	Ys	Hđ				
(ml/s)	Dispersão.				(cm)				
3,15	froth	0,2831	0,2013	0,5561	9,0				
2,50	froth	0,2865	0,2196	0,5640	8,0				
1,90	froth	0,2831	0,2123	0,5746	7,0				
1,65	misto	0,2865	0,2123	0,5798	6,0				
1,05	misto	0,3035	0,2232	0,6230	5,0				

	Tipo de Partículas: PEAD								
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)									
Massa das Partículas: 4g									
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 40%									
Q1	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd				
(ml/s)	Dispersão.				(cm)				
3,35	froth	0,5068	0,4222	0,7377	8,5				
2,90	froth	0,4581	0,3945	0,7177	8,0				
2,20	froth	0,4492	0,3945	0,7222	7,5				
1,35	misto	0,4784	0,4007	0,7509	6,5				
1,00	misto	0,4899	0,4130	0,7745	5,3				

	Tipo de Partículas: PEAD								
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)									
Massa das Partículas: 4g									
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 60%									
Ql	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd				
(ml/s)	Dispersão.				(cm)				
3,70	froth	0,6620	0,5978	0,8402	11,5				
2,70	froth	0,6572	0,6130	0,8521	9,5				
2,05	froth	0,6524	0,6080	0,8599	8,5				
1,35	misto	0,6644	0,6180	0,8677	7,0				
1,20	misto	0,6809	0,6180	0,8832	6,0				

	Tipo de Partículas: PEAD								
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)									
Massa das Partículas: 4g									
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 80%									
QI	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd				
(ml/s)	Dispersão.				(cm)				
4,05	froth	0,8462	0,8140	0,9321	11,5				
3,15	froth	0,8382	0,7976	0,9321	10,5				
2,40	froth	0,8501	0,7996	0,9358	8,5				
1,80	misto	0,8560	0,8079	0,9413	7,0				
1,00	misto	0,8580	0,8161	0,9505	5,5				

Tipo de Partículas: PEAD								
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)								
Massa das Partículas: 4g								
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 90%								
Ql	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd			
(ml/s)	Dispersão.				(cm)			
4,30	froth	0,9265	0,9097	0,9650	11,0			
3,45	froth	0,9247	0,9041	0,9650	9,5			
2,85	froth	0,9265	0,9022	0,9650	8,5			
1,90	misto	0,9135	0,8908	0,9650	7,0			
1,15	misto	0,9210	0,8946	0,9705	5,5			

	Tipo de Partículas: Silicone								
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)									
Massa das Partículas: 4g									
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 40%									
Ql	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd				
(ml/s)	Dispersão.				(em)				
3,60	froth	0,4842	0,4069	0,7355	8,5				
3,00	froth	0,4813	0,4100	0,7399	7,5				
2,35	froth	0,4726	0,4069	0,7421	7,0				
1,65	misto	0,4755	0,4130	0,7552	6,0				
1,00	misto	0,4842	0,4130	0,7760	5,0				

Tipo de Partículas: Silicone								
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)								
Massa das Partículas: 4g								
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 80%								
Ql	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd			
(ml/s)	Dispersão.				(cm)			
4,20	froth	0,8382	0,7996	0,9265	10,0			
3,45	froth	0,8382	0,7934	0,9284	9,0			
2,65	froth	0,8442	0,8038	0,9339	8,0			
2,10	froth	0,8481	0,8058	0,9413	7,5			
1,55	misto	0,8560	0,8120	0,9468	6,0			
0,95	misto	0,8677	0,8181	0,9541	4,5			

Tipo de Partículas: Silicone								
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)								
Massa das Partículas: 4g								
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 90%								
Ql	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd			
(ml/s)	Dispersão.				(cm)			
4,55	froth	0,9154	0,8946	0,9614	10,0			
3,85	froth	0,9154	0,8946	0,9632	9,0			
2,95	froth	0,9191	0,8965	0,9668	8,0			
2,45	froth	0,9247	0,9041	0,9705	7,0			
1,60	misto	0,9247	0,8984	0,9705	6,0			
1,1	misto	0,9321	0,9097	0,9741	5,0			

Tipo de Partículas: TEFLON								
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)								
Massa das Partículas: 4g								
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 20%								
Ql	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd			
(ml/s)	Dispersão.				(cm)			
4,50	froth	0,2123	0,1903	0,4784	8,8			
3,70	froth	0,2482	0,2050	0,5290	8,0			
2,90	froth	0,2517	0,2123	0,5399	7,0			
2,50	froth	0,2623	0,2123	0,5614	6,5			
1,65	misto	0,2692	0,2087	0,5719	6,0			

Tipo de Partículas: TEFLON						
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)						
Massa das Particulas: 4g						
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 40%						
Ql	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd	
(ml/s)	Dispersão.				(cm)	
4,70	froth	0,4522	0,4191	0,7222	8,5	
3,80	froth	0,4551	0,4130	0,7244	7,5	
3,05	froth	0,5012	0,4130	0,7509	7,0	
2,45	froth	0,5012	0,4100	0,7530	6,5	
1,65	misto	0,5068	0,4130	0,7660	6,0	

Tipo de Partículas: TEFLON						
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)						
Massa das Partículas: 4g						
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 60%						
Q1	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd	
(ml/s)	Dispersão.				(cm)	
4,65	froth	0,6329	0,5978	0,8282	11,0	
3,80	froth	0,6500	0,6004	0,8402	9,0	
3,10	froth	0,6452	0,5901	0,8382	8,0	
2,40	misto	0,6763	0,6080	0,8580	7,5	
1,70	misto	0,6786	0,6130	0,8658	7,0	

Tipo de Partículas: TEFLON						
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)						
Massa das Partículas: 4g						
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 80%						
Q1	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd	
(ml/s)	Dispersão.				(cm)	
4,70	froth	0,8079	0,7955	0,9097	11,5	
3,90	froth	0,8120	0,7976	0,9135	10,5	
3,20	froth	0,8302	0,7955	0,9228	9,0	
2,60	misto	0,8181	0,7976	0,9284	8,0	
1,75	misto	0,8402	0,7976	0,9339	6,5	

Tipo de Partículas: TEFLON						
Dimensão das Partículas: (1,86 mm)						
Massa das Partículas: 4g						
Composição Nominal do Vapor que Chega ao Prato: 90%						
Ql	Tipo de	X	Ye	Ys	Hd	
(ml/s)	Dispersão.				(cm)	
5,00	f	0,9060	0,8946	0,9468	10,5	
4,05	f	0,9060	0,8927	0,9486	9,0	
3,20	f	0,9135	0,8908	0,9505	8,0	
2,70	m	0,9172	0,8946	0,9596	7,5	
1,80	m	0,9154	0,8908	0,9596	6,5	

APÊNDICE B

CÁLCULO DAS VARIÁVEIS DE OPERAÇÃO E PROPRIEDADES FÍSICAS

A partir dos dados experimentais de altura da dispersão, composições do vapor e líquido no prato, temperatura do refluxo e vazão volumétrica do condensado, foram calculadas as seguintes variáveis:

- composição do vapor em equilíbrio com o líquido no prato (y*);

- eficiência de Murphree (EM_v);
- peso molecular da mistura (PM_L);
- massa específica da mistura (ρ_L);
- vazão molar do vapor e líquido (V e L);
- vazão volumétrica do vapor (Q_v);
- velocidade superficial do vapor (Ug);
- temperaturas de ponto de bolha e orvalho ($T_{ex} e T_{ey}$);
- vazão molar do vapor por unidade de área (G_m);
- coeficiente de transferência de massa volumétrico (Kga)

B.1 - Composição do Vapor em Equilíbrio com o Líquido no Prato

Os dados de equilíbrio líquido-vapor do binário etanol-butanol à pressão de 715 mmHg (pressão média da cidade de Campinas), foram preditos através de um programa de cálculo de equilíbrio líquido-vapor (cálculo do ponto de bolha). A razão de equilíbrio entre as fases (K_n) é calculada aplicando-se o critério de isofugacidade segundo a equação B1.

$$\mathbf{f}_{n}^{\mathrm{V}} = \mathbf{f}_{n}^{\mathrm{L}} \tag{B1}$$

A fugacidade do componente "n" na fase vapor é dada por:

$$\mathbf{f}_{\mathbf{n}}^{\mathbf{V}} = \boldsymbol{\varphi}_{\mathbf{n}} \cdot \mathbf{y}_{\mathbf{n}} \cdot \mathbf{P} \tag{B2}$$

onde ϕ_n e P são respectivamente o coeficiente de fugacidade do componente "n" e a pressão total do sistema.

A fugacidade do solvente na fase líquida é descrita por:

$$\mathbf{f}_{n}^{L} = \mathbf{x}_{n} \cdot \boldsymbol{\gamma}_{n} \cdot \mathbf{f}_{n}^{0} \tag{B3}$$

 γ_n e f_n^o são respectivamente o coeficiente de atividade e a fugacidade de referência do solvente "n".

A fugacidade de referência do componente "n" puro, à temperatura T e pressão P do sistema, está relacionada com a fugacidade $f_n^{\ S}$ no estado de saturação através da equação B4.

$$\mathbf{f}_{n}^{0} = \mathbf{f}_{n}^{S} \cdot \mathbf{POY} \tag{B4}$$

onde a fugacidade do vapor saturado à temperatura T e pressão de saturação P_n^S é dada por:

$$\mathbf{f}_{n}^{S} = \boldsymbol{\varphi}_{n}^{S} \cdot \mathbf{P}_{n}^{S} \tag{B5}$$

e o termo de correção de Poynting é dado por:

$$POY = \exp \frac{\int_{P_n^S}^{P} \frac{v_n^L \cdot dP}{R \cdot T}}{R \cdot T} = \exp \frac{v_n^L \cdot \left(P - P_n^S\right)}{R \cdot T}$$
(B6)

 ϕ_n^s é o coeficiente de fugacidade do solvente "n" no estado de saturação. O mesmo é calculado a partir de propriedades de pressão-volumetemperatura da fase vapor. R é a constante universal dos gases.
O termo de correção de Poynting (POY) corrige a compressão do líquido à pressão P. A variação do volume molar do líquido V_n^L com a pressão pode ser desprezada para sistemas afastados das condições críticas. Conforme assinalado por Prausnitz et all (1986), o termo de correção de Poynting é bastante próximo da unidade para diferenças de até 10 atm entre a pressão total P e a pressão de saturação de cada líquido.

A pressão de saturação P_n^s para os componentes puros é calculada através da equação de Antoine (B7).

$$\log P_n^S = ANTA_n - \frac{ANTB_n}{ANTC_n + T}$$
(B7)

 P_n^S = Pressão de saturação em mmHg e A_n , B_n , e C_n são constantes de Antoine T = Temperatura de ebulição do componente puro em °C

As constantes ANTA, ANTB e ANTC, baseadas apenas nas propriedades das espécies puras, encontram-se tabeladas e foram extraidas do Gmehhling & Onken (1977).

A razão de equilíbrio de fases é definida como a proporção entre a fração molar do solvente "n" na fase vapor e sua fração molar na fase líquida. Considerando as equações (B2) e (B3), esta proporção é dada por:

$$K_{n} = \frac{y_{n}}{x_{n}} = \frac{\gamma_{n} \cdot f_{n}^{o}}{\phi_{n} \cdot P}$$
(B8)

Desconsiderando a não-idealidade da fase vapor e o termo de correção de Poynting, o termo POY da equação (B4), o termo φ_n^s da equação (B5) e o termo φ_n^s da equação (B2) foram considerados iguais a um. Desta forma, a equação (B8) pode ser reescrita de acordo com a equação B9:

$$K_n = \frac{\gamma_n \cdot P_n^s}{P} \tag{B9}$$

O procedimento iterativo utilizado nesse programa para o cálculo das composições líquido vapor do sistema etanol/n-butanol na pressão de 715 mmHg, obedece a seguinte relação:

$$\sum_{n} y_{n} = \sum K_{n} \cdot x_{n} = 1 \tag{B10}$$

Esta relação colocada sob a forma funcional ficará da seguinte forma:

$$F(T) = \sum K_{n} \cdot x_{n} - 1 = 0$$
(B11)

As correlações de Wilson podem ser aplicadas a misturas de compostos polares e para o cálculo dos coeficientes de atividade deve-se definir as constantes de interação binária Aij. Elas dependem dos parâmetros de interação energética Dij e dos volumes molares Vb para cada componente puro a temperatura de ebulição. Esses valores foram compilados dos trabalhos de Gmehhling & Onken (1977). Os coeficientes de atividade das misturas multicomponente são determinados pelas correlações de Wilson segundo a equação (B12).

$$Ln\gamma_{i} = -Ln\left[\sum_{i}^{NC} x_{j}\Lambda_{ij}\right] + 1 - \sum_{k}^{NC} \frac{x_{i}\Lambda_{ki}}{\sum_{j}^{NC} x_{j}\Lambda_{kj}}$$
(B12)
$$\Lambda_{ij} = \frac{Vb_{j}}{Vb_{i}} exp\left[\frac{D_{ij}}{RT}\right]$$
(B13)

onde R é a constante dos gases perfeitos, igual a 82,05 cm³.atm/mol.K. Os valores de temperatura de orvalho e de bolha que melhor satisfaçam a relação (B11), foram encontrados através do método Newton-Raphson.

Através dos dados foi construído o diagrama Txy, representado na figura B.1. As curvas foram ajustadas pelos seguintes polinômios:

$$T_{ex} = 115,998 - 81,5438 x + 82,0826 x^{2} - 58,3044 x^{3} + 18,639 x^{4}$$
(B.14)
Erro médio: 0,019 %

 $T_{ey} = 116,015 - 26,0599x + 33,5561x^{2} - 118,598x^{3} + 139,429x^{4} - 67,4948x^{3} (B.15)$

Erro médio: 0,020 %



Figura B.1 - Diagrama Txy do sistema etanol-butanol, a 715 mmHg.

Desta forma, foram adotados neste trabalho os dados a pressão de 715 mmHg. A relação y* versus x foi ajustada pelo método de Nelder-Mead, obtendo-se o seguinte polinômio:

$$y^* = 0,000312+3,93844x-9,21857x^2+15,3954x^3-16,6878x^4+10,1905x^5-2,6185x^6$$
 (B.16)
Erro médio: 0,046%

A figura B.2 representa a curva de equilíbrio do sistema etanolbutanol.



Figura B.2 - Curva de equilíbrio líquido-vapor do sistema etanol-butanol

B.2 - Eficiência de Murphree do Prato

A eficiência de Murphree foi calculada em função das composições da fase vapor, conforme a seguinte equação:

$$EM_{v} = \left[\frac{\left(y_{s} - y_{e}\right)}{\left(y^{*} - y_{e}\right)}\right] \cdot 100$$
(B.17)

B.3 - Peso Molecular da Mistura

Foram calculados os pesos moleculares médios do líquido no prato (PM_L) e do refluxo (PM_R) , considerando no último caso, a composição do refluxo igual a do vapor que deixava o prato (y_s) , já que este era condensado e retornava para a coluna. Desta forma as seguintes equações foram utilizadas:

$$PM_{L} = xPM_{1} + (1-x)PM_{2}$$
 (B.18)
 $PM_{R} = y_{s}PM_{1} + (1-y_{s})PM_{2}$ (B.19)

B.4 - Massa Específica da Mistura

Considerou-se para o cálculo da massa específica, a mistura líquida como sendo solução ideal, ou seja:

$$v_{L} = xv_{1} + (1 - x)v_{2}$$
 (B.20)

e, portanto:

$$1/\rho_{\rm L} = \frac{1}{\rm PM_{\rm L}} \left[\frac{\rm xPM_1}{\rho_1} + \frac{(1-\rm x)PM_2}{\rho_2} \right]$$
(B.21)

As massas específicas dos componentes puros ($\rho_1 e \rho_2$) foram obtidas através dos dados apresentados por Wilhoit & Zwolinski (1973). Dessa forma, as seguintes equações foram adotadas:

$$\rho_1 = 0.7638 + 0.9853 \cdot 10^{-4} T_{ex} - 0.5766 \cdot 10^{-5} (T_{ex})^2$$
 (B.22)
Erro médio: 0.05%

$$\rho_2 = 0,8372 - 9,463 \cdot 10^{-4} T_{ex}$$
(B.23)
Erro médio: 0,06%

B.6 - Vazões Molares

Como a coluna foi operada a refluxo total, considerou-se a vazão molar do vapor igual a do líquido.

Para o cálculo, utilizou-se a vazão volumétrica (medida experimentalmente), a massa específica e o peso molecular médio do refluxo, organizados pela seguinte equação:

$$V = L = \frac{Q_L \rho_R}{PM_R}$$
(B.24)

B.7 - Vazão Volumétrica do Vapor

Para efetuar este cálculo, considerou-se a fase vapor comportando-se como um gás ideal. Assim, a lei dos gases ideais pôde ser utilizada e a vazão volumétrica do vapor foi obtida pela seguinte equação:

$$Q_v = \frac{VRT_{ev}}{P}$$
(B.25)

sendo T_{ey} dada em Kelvin.

B.8 - Velocidade Superficial do Vapor

Conhecendo-se a vazão volumétrica do vapor, a velocidade superficial é obtida através da divisão da vazão pela área da seção transversal da coluna (23,76 cm²), ou seja:

$$U_{g} = \frac{Q_{v}}{23,76}$$
 (B.26)

B.9 - Vazão Molar do Vapor por Unidade de Área

Obtida pela relação:

$$G_{\rm m} = \frac{V}{23,76}$$
 (B.27)

B.13 - Coeficiente de Transferência de Massa Volumétrico

Para o cálculo do $K_{g}a$, foi adotada a equação 2.8 definida no Capítulo 2, que considera a eficiência de ponto igual à eficiência do prato, ou seja:

$$K_{g}a = -\frac{G_{m}}{Hd*P}\ln(1-EM_{v})$$
(B.28)

ABSTRACT

The present work repports the effects of adding solid particles to the vapourliquid dispersion formed on perforated plates without downcomer in distillation columns. The influences of wettability and particle density on the solid-liquidvapour dispersion characteristics, Murphree efficiency and plate operating range were studied in detail.

Experimental work was conduced in a 5.5 cm diameter column, containing one perforated plate without downcomer. Ethanol - buthanol was used as distillating system and the column was operated under total reflux. In each experiment 4 grams of 1.86 mm diameter particles were fluidized on the plates. Particles made of different non wettable materials were employed:- high density polyethylene, silicon and TEFLON. Measurements of plate efficiency and dispersion height were made for a wide range of operational conditions.

A comparative analysis was made between the efficiency and plate operating range results obtained without fluidized particles and those obtained with wettable particles (polyvinil chloride).

The obtained results show that the particle material has a significant influence on the separation efficiency and plate operating range.

It was observed that when the particle wettability is high, the separation efficiency is higher than that obtained without fluidized particles, for the all composition range. On the other hand, when the particle wettability is low the increase in separation efficiency depends on the composition, vapour flow rate and particle density.

In terms of the plate operating range, when the particle wettability is high the presence of fluidized particles decreases significantly the operating range. For particles with low wettability the plate operating range did not change, as compared to that with no fluidized particles.

The way the separation efficiency changes with composition is also influenced by the particle wettability. When the wettability is high the efficiency presents a maximum value in the middle composition range, decreasing in the extremity. When the wettability is low, more constant efficiency values are observed for the all composition range.

٠

ŧ

•