

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

**MODELAGEM E SIMULAÇÃO DO PROCESSO DE
DESTILAÇÃO EXTRATIVA EM BATELADA**

Autor: Márcia Izabel Santos Cirne

Orientador: Prof^a Dr^a Maria Regina Wolf Maciel

Área de concentração: Desenvolvimento
de Processos Químicos

Dissertação de Mestrado apresentada à
Faculdade de Engenharia Química como
parte dos requisitos exigidos para
obtenção do título de Mestre em
Engenharia Química.

Setembro de 1998



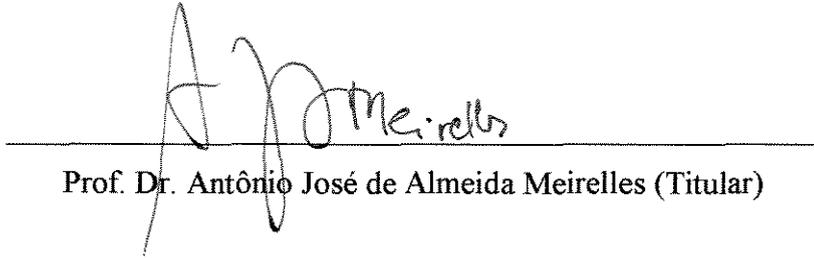
14

Dissertação de Mestrado defendida e aprovada em 11 de setembro de 1998 pela banca examinadora constituída pelos professores doutores:



Prof.ª Dr.ª Maria Regina Wolf Maciel

Orientador



Prof. Dr. Antônio José de Almeida Meirelles (Titular)



Prof.ª Dr.ª Liliane Maria Ferrareso Lona Batista (Titular)

Esta versão corresponde a redação final da Dissertação de Mestrado em Engenharia Química defendida pela Engenheira Márcia Izabel Santos Cirne e aprovada pela Comissão Julgadora em 11/09/1998.

A handwritten signature in black ink, written in a cursive style, positioned above a horizontal line. The signature appears to read 'Maria Regina Wolf Maciel'.

Profª Drª Maria Regina Wolf Maciel

Orientador

AGRADECIMENTOS

À Deus, pela vida e condições de aprender.

Aos meus pais Walfredo e Célia, meus irmãos Walfredo, Gustavo e Henrique pela força, apoio e ajuda durante todos esses anos. Meu abraço de coração à toda minha família, que esteve sempre presente em todos os momentos.

À Profª Drª Maria Regina Wolf Maciel por sua dedicação e orientação durante o decorrer deste trabalho.

Ao Luiz Fernando Luz Jr. por todos os esclarecimentos e pela valiosa ajuda. A todos os amigos do LDPS e do LOPCA e aos colegas de Mestrado pelo companheirismo e amizade.

Aos grandes amigos de Campina Grande, meus agradecimentos pelo incentivo e amizade sincera que sempre nos uniu. Aos professores da Universidade Federal da Paraíba, que me transmitiram conhecimentos valiosos e sempre torceram pelo meu sucesso.

À CAPES, pelo suporte financeiro.

A todos aqueles que contribuíram para a realização deste trabalho, meu muito obrigada.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	1
CAPÍTULO 2 - DESTILAÇÃO EXTRATIVA: ESTADO DA ARTE	4
2.1 - Introdução	4
2.2 - Destilação em Batelada Convencional	4
2.3 - Processo de Destilação Extrativa em Operação Contínua	9
2.4 - Destilação Extrativa em Batelada	11
2.5 - Conclusões	18
CAPÍTULO 3 - MODELAGEM E DESENVOLVIMENTO DE ESTRATÉGIAS DE OPERAÇÃO DO PROCESSO DE DESTILAÇÃO EXTRATIVA EM BATELADA	20
3.1 - Introdução	20
3.2 - Considerações	20
3.3 - Modelo Matemático Desenvolvido	21
3.4 - Equações do Modelo	25
3.5 - Fluxograma do Programa UNIBED	30
3.6 - Desenvolvimento de Estratégias de Operação	33
3.6.1 - Classe 1: Etanol(1) / água(2) / etilenoglicol(3)	33
3.6.2 - Classe 2: Acetona(1) / n-heptano(2) / tolueno(3)	35
3.6.3 - Classe 3: Acetona(1) / etanol(2) / tolueno(3)	37
3.7 - Conclusões	37
CAPÍTULO 4 - MISTURA CLASSE 1: ETANOL / ÁGUA / ETILENOGLICOL	38
4.1 - Introdução	38
4.2 - Estudo sistemático	38
4.2.1 - Influência do calor fornecido ao refeedor (QR)	40
4.2.2 - Influência da razão de refluxo (RR)	47
4.2.3 - Influência da taxa de introdução do solvente (Solv)	51

4.2.4 - Influência da composição inicial da mistura	58
4.3 - Obtenção de etanol à 99,99% de pureza	61
4.4 - Conclusões	67
CAPÍTULO 5 - MISTURA CLASSE 2: ACETONA / N-HEPTANO / TOLUENO	68
5.1 - Introdução	68
5.2 - Estratégia A	68
5.3 - Estratégia B	75
5.3.1 - Estudo comparativo entre as estratégias A e B	77
5.3.1.1 - Recuperação da Acetona	77
5.3.1.2 - Recuperação do Tolueno	81
5.4 - Efeito da Temperatura do Solvente	83
5.5 - Conclusões	86
CAPÍTULO 6 - MISTURA CLASSE 3: ACETONA / ETANOL / TOLUENO	88
6.1 - Introdução	88
6.2 - Análise dos resultados	88
6.3 - Colunas com menos estágios	98
6.4 - Conclusões	100
CAPÍTULO 7 - CONCLUSÕES E SUGESTÕES	102
7.1 - Conclusões	102
7.2 - Sugestões	104
CAPÍTULO 8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	105

LISTA DE FIGURAS

CAPÍTULO 2

- 2.1 Diagrama da destilação em batelada convencional. 5
- 2.2 Diagrama da destilação extrativa contínua. 10

CAPÍTULO 3

- 3.1 Diagrama da destilação extrativa em batelada. 22
- 3.2.a Modelo do estágio “n”. 24
- 3.2.b Modelo do estágio de alimentação de solvente. 24
- 3.3 Fluxograma simplificado do programa UNIBED.FOR. 32

CAPÍTULO 4

- 4.1 Recuperação do etanol (%) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes taxas de introdução do solvente, operando à $RR = 4,0$. 42
- 4.2 Tempo total (h) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes taxas de introdução do solvente, operando à $RR = 4,0$. 42
- 4.3 Recuperação do etanol (%) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes taxas de introdução do solvente, operando à $RR = 10,0$. 43
- 4.4 Tempo total (h) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes taxas de introdução do solvente, operando à $RR = 10,0$. 43
- 4.5 Recuperação do etanol (%) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes razões de refluxo, operando à $Solv = 2.000,0$ moles/h. 44

4.6	Recuperação do etanol (%) em função do calor fornecido ao refervedor para diferentes razões de refluxo, operando à $Solv = 3.000,0$ moles/h.	44
4.7	Recuperação do etanol (%) em função do calor fornecido ao refervedor para diferentes razões de refluxo, operando à $Solv = 5.000,0$ moles/h.	45
4.8	Tempo total (h) em função do calor fornecido ao refervedor para diferentes razões de refluxo, operando à $Solv = 2.000,0$ moles/h.	45
4.9	Tempo total (h) em função do calor fornecido ao refervedor para diferentes razões de refluxo, operando à $Solv = 3.000,0$ moles/h.	46
4.10	Tempo total (h) em função do calor fornecido ao refervedor para diferentes razões de refluxo, operando à $Solv = 5.000,0$ moles/h.	46
4.11	Recuperação do etanol (%) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refervedor, operando à $Solv = 2.000,0$ moles/h.	48
4.12	Recuperação do etanol (%) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refervedor, operando à $Solv = 3.000,0$ moles/h.	48
4.13	Recuperação do etanol (%) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refervedor, operando à $Solv = 5.000,0$ moles/h.	49
4.14	Tempo total (h) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refervedor, operando à $Solv = 2.000,0$ moles/h.	49
4.15	Tempo total (h) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refervedor, operando à $Solv = 3.000,0$ moles/h.	50
4.16	Tempo total (h) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refervedor, operando à $Solv = 5.000,0$ moles/h.	50
4.17	Recuperação do etanol em função do calor fornecido ao refervedor, para $RR = 6,0$ e $Solv = 2.000,0$ e $3.000,0$ moles/h.	63

4.18	Tempo total e consumo de solvente em função do calor fornecido ao refervedor, para $RR = 6,0$ e $Solv = 2.000,0$ e $3.000,0$ moles/h.	63
4.19	Tempo total em função da taxa de introdução de solvente, para $RR = 4,0$ e diferentes calores fornecidos ao refervedor.	64
4.20	Composição do destilado em função do tempo, para $Solv = 4.000,0$ moles/h, $RR = 4,0$ e $QR = 350,0$ kgvapor/h.	66
4.21	Temperatura em função do tempo, para $Solv = 4.000,0$ moles/h, $RR = 4,0$ e $QR = 350,0$ kgvapor/h.	66

CAPÍTULO 5

5.1	Recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (kmoles) e tempo total da batelada (h) para diferentes estágios de introdução do solvente, com $Solv = 1000,0$ moles/h, $QR = 100,0$ kgvapor/h e $RR = 10,0$.	71
5.2	Composição acumulada do destilado em função do tempo, com $Solv = 2.000,0$ moles/h, $QR = 200,0$ kgvapor/h, $RR = 6,0$ e $NSolv = 25$, utilizando-se a estratégia A.	74
5.3	Composição acumulada do destilado em função do tempo, com $Solv = 2.000,0$ moles/h, $QR = 200,0$ kgvapor/h, $RR = 6,0$ e $NSolv = 25$, utilizando-se a estratégia B.	76
5.4	Recuperação de Acetona em função da razão de refluxo para as estratégias A e B.	78
5.5	Tempo total e quantidade de solvente em função da razão de refluxo para as estratégias A e B.	78
5.6	Recuperação de Acetona em função da razão de refluxo para as estratégias B e B*.	79

- 5.7 Tempo total e quantidade de solvente em função da razão de refluxo para as estratégias B e B*. 79
- 5.8 Temperatura em função do tempo, para $Solv = 2.000,0$ moles/h, $QR = 200,0$ kgvapor/h, $RR = 6,0$ e $NSolv = 25$, utilizando a estratégia B. 84

CAPÍTULO 6

- 6.1 Recuperação do tolueno em função do estágio de alimentação do solvente para diferentes taxas de solvente, com $QR = 300,0$ kgvapor/h e $RR = 2,0$. 90
- 6.2 Recuperação do tolueno em função do estágio de alimentação do solvente para diferentes taxas de solvente, com $QR = 500,0$ kgvapor/h e $RR = 2,0$. 90
- 6.3 Recuperação do tolueno em função do estágio de alimentação do solvente para diferentes calores fornecidos ao refeedor; $Solv = 1.000,0$ moles/h e $RR = 2,0$. 92
- 6.4 Recuperação do tolueno em função do estágio de alimentação do solvente para diferentes calores fornecidos ao refeedor; $Solv = 3.000,0$ moles/h e $RR = 2,0$. 92
- 6.5 Recuperação do tolueno em função do estágio de alimentação do solvente para diferentes calores fornecidos ao refeedor; $Solv = 5.000,0$ moles/h e $RR = 2,0$. 93
- 6.6 Composição do refeedor em função do tempo, com $Solv = 5.000,0$ moles/h, $QR = 300,0$ kgvapor/h, $RR = 2,0$ e $NSolv = 10$. 96
- 6.7 Temperatura em função do tempo, com $Solv = 5.000,0$ moles/h, $QR = 300,0$ kgvapor/h, $RR = 2,0$ e $NSolv = 10$. 97

LISTA DE TABELAS

CAPÍTULO 4

- 4.1 Características do sistema etanol / água / etilenoglicol e resumo das condições operacionais usadas no estudo sistemático. 39
- 4.2 Recuperação e produtividade do etanol, tempo total e consumos energético e de solvente, à diferentes razões de refluxo e calor no refulvedor, com $Solv = 1000,0$ moles/h. 53
- 4.3 Recuperação e produtividade do etanol, tempo total e consumos energético e de solvente, à diferentes razões de refluxo e calor no refulvedor, com $Solv = 2000,0$ moles/h. 54
- 4.4 Recuperação e produtividade do etanol, tempo total e consumos energético e de solvente, à diferentes razões de refluxo e calor no refulvedor, com $Solv = 3000,0$ moles/h. 55
- 4.5 Recuperação e produtividade do etanol, tempo total e consumos energético e de solvente, à diferentes razões de refluxo e calor no refulvedor, com $Solv = 4000,0$ moles/h. 56
- 4.6 Recuperação e produtividade do etanol, tempo total e consumos energético e de solvente, à diferentes razões de refluxo e calor no refulvedor, com $Solv = 5000,0$ moles/h. 57
- 4.7 Comparação do desempenho do processo para misturas de diferentes composições iniciais, com: $Solv = 3.000,0$ moles/h, $QR = 300,0$ kgvapor/h e $RR = 6,0$. 58
- 4.8 Comparação do desempenho do processo para misturas de diferentes composições iniciais, com: $Solv = 5.000,0$ moles/h, $QR = 300,0$ kgvapor/h e $RR = 6,0$. 59
- 4.9 Comparação do desempenho do processo para uma mistura rica em água, para diferentes taxas de introdução de solvente, com $QR = 300,0$ kgvapor/h e $RR = 6,0$. 60

- 4.10 Condições operacionais: $Solv = 4.000,0$ moles/h, $RR = 4,0$ e $QR = 350,0$ kgvapor/h. 61
- 4.11 Condições operacionais: $Solv = 3.000,0$ moles/h, $RR = 6,0$ e $QR = 250,0$ kgvapor/h. 61
- 4.12 Condições operacionais: $Solv = 1.000,0$ moles/h, $RR = 6,0$ e $QR = 100,0$ kgvapor/h. 62
- 4.13 Recuperação de etanol (%), tempo total (h) e consumo de solvente (moles), para $Solv = 2.000,0$ moles/h e $QR = 150,0$ kgvapor/h. 64
- 4.14 Recuperação de etanol (%), tempo total (h) e consumo de solvente (moles), para $Solv = 4.000,0$ moles/h e $QR = 350,0$ kgvapor/h. 65

CAPÍTULO 5

- 5.1 Condições operacionais e características do sistema acetona / n-heptano/ tolueno. 69
- 5.2 Dados de recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes calores fornecidos ao refeedor e diferentes razões de refluxo, considerando-se a taxa de introdução de solvente, $Solv = 1.000,0$ moles/h e o prato de introdução do solvente, $NSolv = 25$. 70
- 5.3 Dados de recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes calores fornecidos ao refeedor e diferentes razões de refluxo, considerando-se a taxa de introdução de solvente, $Solv = 2.000,0$ moles/h e o prato de introdução do solvente, $NSolv = 25$. 72
- 5.4 Dados de recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes condições operacionais de calores fornecidos ao refeedor e taxa de introdução de solvente, em todos os casos o solvente foi introduzido no estágio $NSolv = 25$. 73

- 5.5 Dados de recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (moles) e tempo total da batelada (h), para as estratégias A, B e B*, com $Solv = 2.000,0$ moles/h, $RR = 6,0$, $QR = 200,0$ kgvapor/h e $NSolv = 25$. 80
- 5.6 Recuperação do tolueno (%) e tempo total da batelada (h), consumo total de solvente (moles) para as estratégias A, B e B*, com $Solv = 2.000,0$ moles/h, $RR = 6,0$, $QR = 200,0$ kgvapor/h, $NSolv = 25$. 81
- 5.7 Dados de recuperação da acetona e do tolueno (%), tempo total do processo (h) e quantidade de solvente usada (moles) para os casos 1, 2 e 3. 82
- 5.8 Recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes temperaturas do solvente, com $Solv = 3.000,0$ moles/h, $NSolv = 25$, $RR = 6,0$ e $QR = 200,0$ kgvapor/h. 85

CAPÍTULO 6

- 6.1 Condições operacionais e características do sistema acetona / etanol / tolueno. 89
- 6.2 Dados de recuperação do tolueno (%), quantidade de solvente utilizada no processo (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes calores fornecidos ao refeedor e diferentes razões de refluxo, considerando-se a taxa de introdução de solvente, $Solv = 1000$ moles/h e o prato de introdução do solvente, $NSolv = 20$. 94
- 6.3 Dados de recuperação do tolueno (%), quantidade de solvente utilizada no processo (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes calores fornecidos ao refeedor e diferentes razões de refluxo, considerando-se a taxa de introdução de solvente, $Solv = 3000$ moles/h e o prato de introdução do solvente, $NSolv = 20$. 95
- 6.4 Dados de recuperação do tolueno (%), quantidade de solvente utilizada no processo (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes calores fornecidos ao refeedor e diferentes razões de refluxo, considerando-se a taxa de introdução de solvente, $Solv = 5000$ moles/h e o prato de introdução do solvente, $NSolv = 20$. 95

- 6.5 Dados de recuperação do tolueno (%), quantidade de solvente utilizada (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes estágios de introdução do solvente, considerando-se a coluna com 10 estágios, e $Solv = 3.000,0$ moles/h, $QR = 300,0$ kgvapor/h e $RR = 2,0$. 99
- 6.6 Dados de recuperação do tolueno* (%), quantidade de solvente utilizada* (moles) e tempo total da batelada* (h) em função do número de estágios da coluna, para $Solv = 3.000,0$ moles/h, $QR = 300,0$ kgvapor/h e $RR = 2,0$. 100

NOMENCLATURA

C1	Primeiro corte (moles)
C2	Segundo corte (moles)
C3	Terceiro corte (moles)
D	Vazão molar de destilado (moles/h)
HB	Hold up molar do refeedor (moles)
HD	Hold up molar do condensador / acumulador (moles)
hL	Entalpia molar do líquido (J/mol)
HN	Hold up molar dos pratos (moles)
hSolv	Entalpia do solvente (J/mol)
hV	Entalpia molar do vapor (J/mol)
i	número do componente [1,nc], índice para a integração numérica
j	número do estágio [1,NP+2], índice para a integração numérica
k	constante de equilíbrio líquido vapor
L	Vazão molar de líquido (moles/h)
n	número do estágio [1,NP+2]
N	Número de estágios da coluna incluindo o condensador e o refeedor
nc	número de componentes da mistura
NP	Número de pratos da coluna
NSolv	Estágio onde é realizada a introdução do solvente
P	Pressão (bar)
Prod	Produtividade (moles)
QC	Calor trocado no condensador (J/h)
QE	Consumo energético total (kgvapor)
QR	Calor fornecido ao refeedor (J/h ou kgvapor/h)
QS	Consumo total de solvente (moles)
Rec	Recuperação (%)
RR	Razão de refluxo
Solv	Taxa de alimentação de solvente (moles/h)
T	Temperatura (K)

T_b	Temperatura de ebulição (K)
T_{Solv}	Temperatura do solvente (K)
t_t	tempo total da batelada (h)
V	Vazão molar de vapor (moles/h)
x	fração molar da fase líquida
x_{Solv}	fração molar do solvente
y	fração molar da fase vapor

RESUMO

CIRNE, M.I.S., *Modelagem e simulação do processo de destilação extrativa em batelada*, Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Química - UNICAMP, 1998

A destilação extrativa em batelada possibilita a separação de misturas azeotrópicas e misturas de baixa volatilidade relativa utilizando-se colunas em batelada. Para descrever o comportamento do processo foi desenvolvido um modelo realístico considerando-se as contribuições dos balanços de massa e energia, os acúmulos líquidos na coluna, o cálculo rigoroso do equilíbrio de fases e principalmente a forma e posição de introdução do solvente à coluna. Considerando-se que a base da coluna de destilação em batelada contém toda a mistura a ser separada, que a entrada de solvente é na parte superior da coluna, e que o modo de introdução deste solvente é diferente com o decorrer do tempo, é extremamente complexa a política operacional deste processo. O sistema rígido de equações gerado pelo modelo é solucionado pelo método implícito de Gear, através da subrotina LSODAR. O simulador desenvolvido, UNIBED, foi utilizado no estudo da separação de diferentes classes de misturas, explorando-se parâmetros relevantes ao processo, como a razão de refluxo, o calor fornecido ao refulvedor e a taxa de introdução de solvente. As misturas azeotrópicas estudadas foram classificadas em três diferentes tipos de acordo com as características do solvente empregado em cada uma delas. As misturas pertencentes à classe 1 são aquelas em que o solvente é o componente de maior ponto de ebulição; o uso desses solventes é típico em processos de destilação extrativa. As misturas das classes 2 e 3 fazem uso de solventes alternativos. Na classe 2, o componente utilizado como solvente possui uma temperatura de ebulição apenas levemente superior a dos outros componentes da mistura, enquanto que na classe 3 o solvente é o componente de menor ponto de ebulição, ou seja, o mais volátil. Em todos os casos estudados neste trabalho avaliou-se a melhor estratégia operacional da coluna visando aumentar as recuperações do produto principal e do solvente, bem como diminuir o tempo total do processo e, conseqüentemente, os custos operacionais, em termos de quantidade total de solvente utilizado em cada batelada e do consumo energético do processo. Análises de produtividade assim como de possibilidade física de processo serão discutidas.

Palavras-chave: (1) Destilação extrativa em batelada, (2) Misturas azeotrópicas, (3) Modelagem e simulação.

ABSTRACT

Batch extractive distillation allows the separations of azeotropic and low relative volatility mixtures using batch columns. To describe the process behaviour it has been developed a realistic model considering the contributions of mass and energy balances, the column liquid holdups, the rigorous phase equilibrium calculation and principally the way and the position of the solvent introduction at the column. Considering that the still of the column contains all the mixture to be separated, the solvent entrance is near the column top, and the solvent introduction way is different along the time, this process operating policy is extremely complex. The stiff equation system generated by the model is sorted out by Gear's implicit method in the LSODAR subroutine. The developed simulator, UNIBED, has been used to study separations of different type of mixtures, exploring important process parameters, like reflux ratio, reboiler duty and solvent introduction flow. The azeotropic mixtures studied have been classified into three different types according to the characteristics of the solvent used in each one. In the mixtures belonging to class 1, the solvent is the least volatile component. In extractive distillation columns the use of this class of solvent is typical. Mixtures in classes 2 and 3 use alternative solvents. In class 2, the solvent boiling point is only lightly greater than the others boiling points of the components and in class 3, the solvent is the most volatile component. In all cases studied in this work, it was evaluated the best column operating strategy in order to increase the principal product and solvent recoveries, and to decrease the process total time and, consequently, the operational costs, in terms of the total solvent amount used and the process energetic consumption. Productivity analysis as well as process physical possibility will be discussed.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

Atualmente, a destilação em batelada vem sendo muito usada devido à necessidade de se separar pequenas quantidades de produtos que possuam alto valor agregado, como ocorre nos processos biotecnológicos e de química fina. A recuperação de resíduos líquidos industriais é uma outra aplicação do processo, possibilitando a diminuição das perdas de produtos de valor comercial que estejam presentes nos resíduos ou minimizando poluentes. Devido à alta flexibilidade do processo, a qual proporciona a separação de diversos tipos de misturas numa mesma coluna, isto é, com o mesmo projeto, a sua utilização vem crescendo muito nos dias atuais.

Em muitas situações industriais, as misturas a serem separadas no processo de destilação em batelada apresentam pontos de azeótropo, ou possuem volatilidade relativa muito baixa. Pode ser citado como exemplo; as correntes de rejeito de solventes dos processos industriais, que na grande maioria das vezes são compostas por misturas azeotrópicas e devido às restrições ambientais e econômicas, o solvente precisa ser recuperado.

O processo de destilação extrativa em batelada possibilita a separação de misturas não ideais usando-se colunas em batelada através da introdução de um solvente adequado, que irá modificar o equilíbrio líquido vapor na coluna, favorecendo a separação da mistura original em seus componentes puros.

Os principais objetivos deste trabalho de tese são:

1. Modelar o processo de destilação extrativa em batelada.
2. Desenvolver uma metodologia para a introdução do solvente no processo em batelada.
3. Desenvolver um simulador para se calcular o processo de destilação extrativa em batelada.

4. Estudar as possibilidades de separação de vários tipos de misturas não ideais e as diferentes estratégias de operação para cada caso.
5. Simular o processo e identificar parâmetros relevantes ao desempenho global do processo.

Foi realizada uma modelagem rigorosa do processo de destilação extrativa em batelada, levando-se em consideração as contribuições dos balanços mássicos e entálpicos, o cálculo rigoroso do equilíbrio de fases líquido-vapor na coluna, os acúmulos líquidos (holdups) nos pratos e no condensador e, principalmente, a posição e a forma de introdução do solvente à coluna.

A partir desse modelo matemático desenvolveu-se o programa UNIBED em FORTRAN para simular o processo de destilação extrativa em batelada. O sistema de equações algébricas e diferenciais gerado na modelagem do processo é frequentemente rígido. Para sua resolução utilizou-se o método implícito de integração numérica de Gear, com o auxílio da subrotina LSODAR.

O software desenvolvido, UNIBED, é um simulador robusto, de fácil utilização e apto para auxiliar tomadas de decisão por fornecer uma previsão realística do comportamento do processo de destilação extrativa em batelada. Esse tipo de processo ainda não se encontra disponível em simuladores comerciais.

Com o auxílio do UNIBED, a separação de misturas de diferentes características foi estudada, analisando-se parâmetros importantes como a taxa de introdução do solvente à coluna, a recuperação do produto principal, o tempo total da batelada e a melhor política operacional para cada caso.

No capítulo 2, inicialmente, é feita uma pequena revisão dos processos de destilação em batelada convencional e destilação extrativa contínua como forma de suporte para um melhor entendimento da destilação extrativa em batelada. Apresenta-se uma análise dos artigos já publicados na literatura à respeito desse processo bastante complexo.

No capítulo 3, o processo de destilação extrativa em batelada é descrito e as estratégias operacionais empregadas para cada tipo de mistura a ser separada são discutidas e analisadas. As equações do modelo matemático bem como o fluxograma simplificado do simulador UNIBED são apresentados.

A separação do típico binário azeotrópico, etanol / água, tendo o etilenoglicol como solvente é analisada no capítulo 4. Foi realizado um estudo sistemático variando-se parâmetros relevantes ao processo, como a razão de refluxo, o calor fornecido ao refeedor e a taxa de introdução do solvente à coluna. A obtenção de etanol à elevada pureza (0,9999) também é um aspecto considerado neste capítulo.

O capítulo 5 apresenta os resultados obtidos nas simulações do sistema acetona / n-heptano / tolueno, onde o solvente tolueno é apenas levemente mais pesado que o componente intermediário. Duas estratégias de operação são analisadas e comentadas em função da recuperação da acetona e do tempo total para realização do processo.

Na destilação extrativa, normalmente, utilizam-se solventes cujo ponto de ebulição é bastante superior ao dos outros componentes da misturas, porém, em alguns casos pode-se usar outros tipos de solventes. No capítulo 6, os resultados obtidos com a mistura acetona / etanol / tolueno, onde o componente mais volátil, a acetona, é o solvente são apresentados. O estudo de solventes alternativos fornece outras possibilidades para a realização do processo, além de ter grande interesse devido a questões ambientais.

No capítulo 7 são apresentadas as conclusões, como também as sugestões para trabalhos futuros, e o capítulo 8 fornece as referências bibliográficas utilizadas neste trabalho.

CAPÍTULO 2

DESTILAÇÃO EXTRATIVA: ESTADO DA ARTE

2.1 – INTRODUÇÃO

Inicialmente, os processos convencionais de destilação em batelada e destilação extrativa contínua serão revistos e analisados como forma de suporte para uma melhor compreensão da destilação extrativa em batelada. Em seguida, os trabalhos existentes na literatura à respeito desse complexo processo serão avaliados e discutidos, sendo que os principais aspectos a serem considerados são a estratégia de operação da coluna, a modelagem matemática e, principalmente, o que diz respeito a introdução do solvente na coluna; de maneira que se possa situar o presente trabalho dentro do contexto atual.

2.2 – DESTILAÇÃO EM BATELADA CONVENCIONAL

A destilação em batelada é uma operação unitária que possibilita a obtenção de componentes puros de uma mistura multicomponente através de uma única coluna. Atualmente, o processo vem sendo muito usado devido à necessidade de se separar pequenas quantidades de produtos que possuam alto valor agregado, como ocorre nos processos biotecnológicos, de química fina, recuperação de solventes e minimização de poluentes. As colunas em batelada são extremamente flexíveis, o que significa que uma coluna pode ser utilizada para separar diversos tipos de misturas. Essa flexibilidade permite seu uso, ainda, em processos que envolvam misturas de aplicação sazonal.

A destilação em batelada promove a separação de uma mistura a qual é inicialmente colocada no refeedor. O fracionamento ocorre até que certa quantidade de produto desejado seja destilada. Durante a operação, são realizadas várias retiradas de produtos, conhecidas como cortes. Os cortes podem ser de produtos desejados ou podem ser cortes intermediários

fora de especificação, também chamados de “off cuts”. Esses cortes fora de especificação são estocados e reciclados para novas separações.

A Figura 2.1 apresenta um diagrama de uma destilação em batelada e é composta dos seguintes equipamentos: refervedor, coluna de retificação, condensador total ou parcial e tanques para estocagem de produtos.

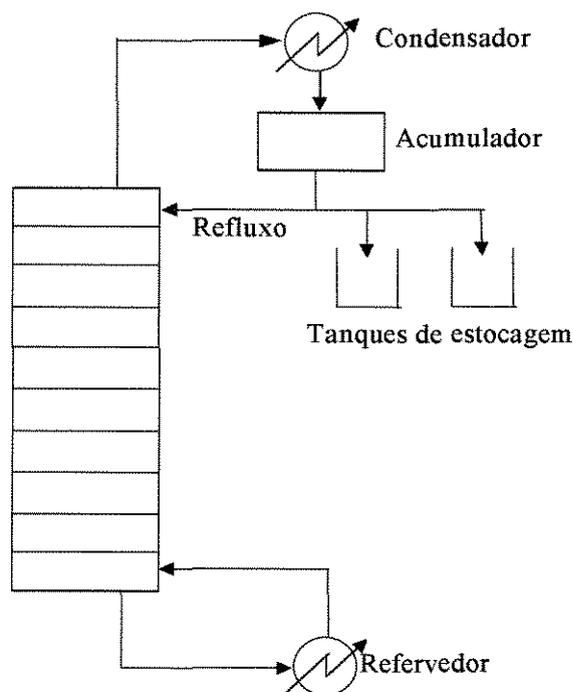


Figura 2.1 - Diagrama da destilação em batelada convencional

A primeira etapa do processo é a partida ou “startup”. Inicialmente, a mistura à ser separada (carga inicial) é colocada no refervedor, também conhecido como pote ou “reboiler”, e é aquecida até atingir seu ponto de bolha. Em seguida, ocorre a formação dos acúmulos líquidos ou “holdups” nos pratos e no condensador. A formação desses “holdups” pode acontecer com o mesmo líquido do refervedor no ponto de bolha [Luyben, 1971; Boston et al., 1980, etc]; dessa forma, as composições dos pratos e condensador são as mesmas da carga inicial.

A coluna começa a operar à refluxo total até atingir o estado estacionário ou até que a composição do destilado atinja a pureza desejada para o produto inicial. Como estado estacionário, considera-se aquele em que a composição nos pratos torna-se constante em tempos consecutivos [Luz Jr., 1993].

A segunda etapa do processo de destilação em batelada é a retirada de produtos ou período de produção, e inicia-se quando se começa a coleta de destilado. O procedimento de operação desta etapa está relacionado com as especificações do produto desejado.

Geralmente, nos processos de separação por destilação em batelada, o maior consumo de tempo se deve à etapa de retirada de produtos. Porém, em separações mais difíceis, como por exemplo quando se deseja obter elevada pureza, o tempo necessário para a etapa de “startup” também pode ser significativo [Sorensen e Skogestad, 1996].

Durante a retirada de produtos, a coluna pode operar basicamente de duas formas: operação a refluxo variável ou operação a refluxo constante.

De acordo com Luz Jr. (1993), a operação a refluxo variável mantém a composição do destilado constante pela variação da razão de refluxo até que certa quantidade de produto seja estocada. A operação segue até que a razão de refluxo torne-se antieconômica por atingir valores muito altos.

Na operação a refluxo constante, a retirada do destilado ocorre até que a composição do produto acumulado no destilado chegue à pureza especificada. Sabe-se que a refluxo constante, a composição instantânea do destilado é variável com o tempo, porém o importante neste caso é garantir que a composição acumulada, ou seja, a composição do produto final acumulado esteja dentro da especificação desejada.

A coluna também pode operar a uma política ótima de razão de refluxo para satisfazer determinada função objetivo, como tempo mínimo de processo, produção máxima, etc.

A coluna em batelada pode ser operada utilizando-se várias estratégias específicas de operação sendo que as principais são: (1) Vazão de vapor deixando o refeedor constante; (2) Vazão de destilado constante; (3) Calor fornecido ao refeedor constante.

Um dos modos de operação da coluna de destilação em batelada é a operação cíclica. De acordo com Sorensen et al. (1997) esta estratégia é caracterizada pela repetição de três períodos operacionais. No primeiro, enche-se o tambor de refluxo. No segundo período, a coluna opera a refluxo total e consegue-se a máxima separação possível; esta etapa ocorre até a coluna atingir o estado estacionário. No terceiro e último período, o tambor de refluxo é descarregado e obtém-se o produto desejado. Eles realizaram experiências de 3 ciclos numa coluna de laboratório de 8 estágios e constataram a facilidade de operação da estratégia cíclica e obtiveram uma separação satisfatória da mistura em questão. A estratégia cíclica é muito utilizada em escala de laboratório por ser menos sensível a distúrbios e de fácil controle.

A demanda por eficiência e produtividade na indústria química vem aumentando continuamente nos últimos anos. Como numa unidade em batelada a operação está limitada à estratégia de operação e aos equipamentos usados, novos estudos sobre estratégias operacionais alternativas que possam aumentar a produtividade vem surgindo na literatura.

Uma delas é a destilação em batelada invertida, onde a carga inicial é colocada no acumulador ou tambor de refluxo e os produtos são retirados no refeedor; a coluna opera no modo de esgotamento.

Skogestad et al. (1996) realizaram uma comparação entre a destilação em batelada convencional e a invertida em função da otimização do tempo operacional de cada processo. Foi observado que a coluna invertida possibilita menores tempos de operação quando o componente leve está presente na mistura em pequena quantidade. Com misturas equimolares ou ricas no componente leve, a batelada convencional apresenta melhor desempenho.

Uma outra alternativa é a destilação em batelada com um vaso intermediário, que consiste em duas seções de coluna e um vaso intermediário entre elas. A mistura é alimentada no vaso e os produtos são retirados simultaneamente no topo e fundo da coluna. Esse tipo de

processo foi analisado por Meski et al. (1995) usando modelos de separação infinita e refluxo mínimo. Foi mostrado que o processo pode oferecer melhor desempenho que a batelada convencional e a invertida.

A generalização da coluna com vaso intermediário é a destilação em batelada multivaso também chamada de destilação em batelada múltiplo efeito. O processo opera a refluxo total com $nc-2$ vasos, onde nc é o número de componentes. Os nc componentes são coletados no correspondente vaso intermediário, dependendo de suas volatilidades relativas. Em Wittgens et al. (1996) propõe-se uma estrutura de controle feedback baseado em $nc-1$ controladores de temperatura para controlar a taxa de refluxo nos $nc-1$ vasos, através de simulações mostra-se que este esquema de controle é fácil de implementar e operar. A grande vantagem desse tipo de coluna está em oferecer um menor consumo energético [Hasebe et al., 1997].

Wittgens e Skogestad (1997) verificaram experimentalmente a operação de destilação em batelada multivaso, e os resultados obtidos em escala de laboratório comprovaram as simulações de controle da coluna realizadas anteriormente. Uma outra vantagem apontada neste estudo é a operação simples da coluna multivaso à refluxo total.

O processo de destilação em batelada e todas as suas estratégias alternativas são inerentemente processos não estacionários o que acarreta numa modelagem dinâmica por natureza. As composições dos componentes nos estágios variam bastante no decorrer do processo, podendo até haver o desaparecimento de um ou mais componentes da mistura inicial na coluna.

Devido aos rápidos avanços computacionais, a tendência é o surgimento de modelos matemáticos cada vez mais rigorosos para simular, otimizar e controlar as colunas de destilação em batelada.

2.3 – PROCESSO DE DESTILAÇÃO EXTRATIVA EM OPERAÇÃO CONTÍNUA

A destilação extrativa em operação contínua é utilizada para separar misturas azeotrópicas ou misturas de baixa volatilidade relativa, ou seja, misturas não ideais. Nesse tipo de processo, um solvente é introduzido à coluna para alterar a volatilidade relativa dos componentes da mistura inicial e, então, proporcionar sua separação [Perry, 1984].

O solvente, que geralmente possui alto ponto de ebulição, não deve formar um novo azeótropo com os componentes da mistura original e não deve causar a separação de duas fases líquidas; esses dois aspectos constituem as principais diferenças entre a destilação azeotrópica e a destilação extrativa. Em ambos os processos, é necessária uma segunda coluna para recuperação do terceiro componente.

A Figura 2.2 apresenta um diagrama do processo de destilação extrativa. Há duas correntes de alimentação na coluna, uma da mistura a ser separada e outra do solvente. Na forma convencional da destilação extrativa, o componente mais leve é retirado no topo da coluna, enquanto que o solvente juntamente com o componente intermediário são removidos na base e seguem para a segunda coluna, a de recuperação.

Em algumas situações, o solvente é o componente de menor ponto de ebulição, e sai pelo topo juntamente com o componente intermediário, sendo o componente de maior temperatura de ebulição obtido no fundo da coluna. Uma outra variação do processo de destilação extrativa ocorre quando o componente intermediário, praticamente puro, é removido no topo da coluna, e os componentes mais e menos voláteis são recolhidos na base [Brito, 1997].

Na destilação extrativa se faz necessária uma segunda coluna para recuperação do solvente e obtenção do componente de maior ponto de ebulição da alimentação, no caso do processo convencional. O solvente recuperado é reciclado para a coluna principal para ser reutilizado.

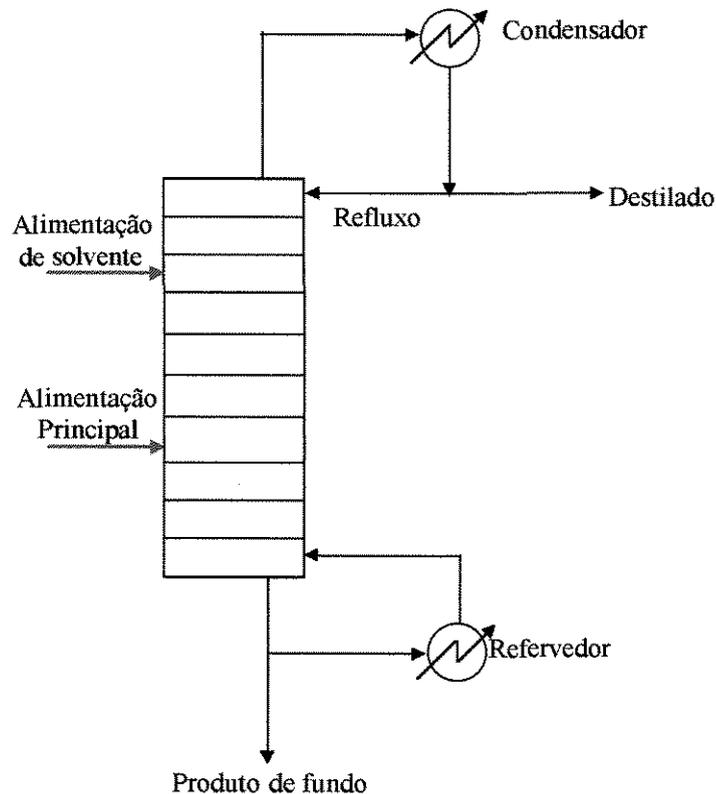


Figura 2.2 - Diagrama da destilação extrativa contínua

A destilação extrativa, apesar de ser um processo conhecido a muito tempo, somente na década de 80 ganhou importância industrial. Desde então, muitos trabalhos vem sendo desenvolvidos, principalmente na área de otimização, integração energética, sequenciamento de colunas com diferentes pressões e modelagem termodinâmica, sendo que a maioria deles foram realizados considerando o estado estacionário [Brito, 1997].

Andersen et al. (1995) estudaram o controle do processo de destilação extrativa. De acordo com os autores, o fluxo de alimentação de solvente representa um grau de liberdade que não existe na destilação convencional, esse grau de liberdade é de grande impacto nas propriedades de controle. Quando a razão entre a taxa de solvente e a taxa de alimentação principal é baixa e os fluxos internos são altos, a seção de extração da coluna é dominante e o controle da coluna torna-se mais difícil.

Bauer e Stichlmair (1995) propuseram um modelo para o cálculo dos mínimos fluxo de solvente e razão de refluxo. Os resultados obtidos com esse modelo são usados na primeira

etapa da síntese do processo de destilação extrativa e na escolha do solvente adequado; sendo utilizados como valores iniciais em procedimentos de otimização MINLP para garantir uma convergência rápida e segura.

Bauer et al. (1997) realizaram a otimização de um processo industrial de destilação extrativa usando um modelo MINLP, sendo a função objetivo baseada na descrição detalhada do processo em termos dos custos. O principal objetivo era avaliar o “design” e os parâmetros do processo atual e, visando uma diminuição dos custos totais, fazer uma reavaliação do processo.

Brito et al. (1997) propuseram uma nova configuração para o processo de destilação extrativa para obtenção do etanol anidro, onde os três componentes são separados utilizando-se apenas uma coluna de destilação, sendo que os componentes são obtidos em diferentes regiões da coluna.

2.4 - DESTILAÇÃO EXTRATIVA EM BATELADA

A destilação em batelada vem recuperando seu espaço nas indústrias químicas e correlatas devido à produção de substâncias de interesse sazonal, recuperações de resíduos e de materiais de alto valor agregado em plantas com baixa capacidade de produção ou com estoque de produtos. A atenção, no entanto, deve-se voltar para a separação de misturas azeotrópicas ou de baixa volatilidade relativa em colunas descontínuas, pois em muitos casos as misturas a serem separadas em processos em batelada são não ideais.

Muitos trabalhos utilizam diagramas triangulares e curvas resíduo para prever a sequência de cortes do destilado, dependendo da composição inicial da mistura a ser separada. Essa sequência pode ser alterada e revela a possibilidade ou não de ocorrer a separação dos componentes puros. No entanto, esse método não garante a separação da mistura, apenas analisa seu comportamento e as variáveis que o influenciam.

Van Dongen e Doherty (1985) desenvolveram um modelo simples para explicar o comportamento do processo de destilação azeotrópica em batelada multicomponente, que opere sob condições industriais de alta razão de refluxo e grande número de estágios. Foi utilizada a mistura azeotrópica metanol / acetona / clorofórmio, e através de diagramas de curvas resíduo da destilação simples pode-se prever a sequência de cortes do destilado e demonstra-se a possibilidade de separação da mistura ternária azeotrópica. A conclusão mais importante obtida nesse trabalho foi a possibilidade de prever a trajetória exata seguida pela composição do líquido no refeedor.

O comportamento geral do processo de destilação em batelada para separar misturas ternárias azeotrópicas é descrito em termos simples baseando-se nas modificações ocorridas nas composições do destilado e do refeedor por Bernot et al. (1990). O objetivo desse artigo é uma análise do comportamento da mistura para possibilitar o “design” e a síntese preliminares do processo, por isso o modelo utilizado é simplificado, não se considerando os “holdups” nos estágios e no condensador, nem os efeitos térmicos. Assume-se que o fluxo molar é constante (constant molar overflow) e trabalha-se no estado quase-estacionário. É possível prever o comportamento do sistema de misturas ternárias pela definição das diferentes regiões de destilação em batelada. Quando essas regiões são encontradas, as correspondentes sequências de cortes do destilado podem ser preditas sem nenhum esforço computacional, e pode-se determinar qual composição inicial fornecerá a sequência de destilado mais preferível para o processo. A determinação dos valores das variáveis de operação e de “design” não foram estudadas pelos autores.

Em Bernot et al. (1991) esse estudo foi estendido para misturas azeotrópicas quaternárias através de diagramas de tetraedros e desenvolveu-se um modelo simplificado para prever o comportamento de misturas azeotrópicas em colunas em batelada invertida. As simplificações deste modelo foram as mesmas já descritas nos parágrafos anteriores.

Em Diwekar (1991), foi usado o método de aproximação azeotrópica proposta por Anderson e Doherty para modificar o método “short-cut”. O novo método “short-cut” modificado foi utilizado para descrever o comportamento da separação de misturas azeotrópicas em colunas de destilação em batelada. O algoritmo modificado foi testado com

um grande número de sistemas binários azeotrópicos para os modos de operação a refluxo constante e a refluxo variável. De acordo com o autor, é um método muito útil em análises de regiões viáveis e proporciona soluções de razoável precisão sem muito esforço computacional. Porém, as simplificações que foram assumidas na modelagem matemática podem fazer diminuir a confiabilidade dos resultados obtidos.

Bernot et al. (1993) apresentam um método para otimizar tamanhos de equipamentos, tempos de operação e custos para destilação em batelada de misturas não ideais. O método fornece estimativas do “design” e da política operacional sem que haja necessidade de integração numérica do modelo total da coluna.

Ahmad e Barton (1996) estenderam os estudos gráficos de curvas resíduo para misturas ternárias que formam azeótropo para misturas multicomponentes, mostrando que a sequência de cortes de componentes puros e de azeótropos dependem fortemente da composição da mistura inicial.

Uma nova abordagem para automatizar a análise qualitativa de sistemas dinâmicos foi dada em Kalagnanam et al. (1993). Essa abordagem foi aplicada à destilação em batelada de misturas ternárias azeotrópicas; sendo que os diagramas de curvas resíduo são gerados automaticamente e usados para originar modelos precisos, esses modelos abstratos são excelentes ferramentas na análise preliminar e otimização da destilação em batelada de misturas ternárias. De acordo com os autores, essa nova abordagem em Inteligência Artificial, baseada em teorias matemáticas e dinâmica não linear, representa uma área promissora em aplicações de engenharia.

Apesar da utilização dos diagramas triangulares e das curvas resíduo permitir uma análise do comportamento das misturas azeotrópicas, esta não é uma metodologia prática para uso industrial. Atualmente, devido à necessidade de ferramentas mais robustas e mais práticas para a indústria, é de grande interesse o estudo da modelagem rigorosa da destilação extrativa em batelada para desenvolvimento de simuladores robustos e realísticos que possam auxiliar nas tomadas de decisões industriais.

Düssel e Stichlmair (1995) fornecem uma apresentação sistemática do processo de destilação em batelada para separação de misturas azeotrópicas binárias usando um solvente. Alguns exemplos são discutidos utilizando-se diferentes estratégias de operação, porém o artigo não faz nenhum comentário a respeito de variáveis operacionais, quantidade de solvente utilizada, nem pureza obtida dos componentes separados, mostrando apenas um estudo sistemático em forma de descrição do processo. Os autores mostram a possibilidade de reutilização do solvente em outras bateladas, bem como a adição de cortes fora de especificação à carga inicial. É feita uma análise de processos híbridos, que combinam a destilação com outra operação unitária, visando diminuir o consumo energético.

A separação do etanol / água, inicialmente colocado no refeedor, usando o etilenoglicol como solvente adicionado no topo da coluna, proporciona a retirada do etanol como produto de topo e uma mistura de solvente e água fica no refeedor. A segunda operação unitária seria a separação desta mistura remanescente, pois a coluna opera como uma destilação em batelada simples. Também discute-se a separação da mistura piridina / água com o solvente tolueno; nesse caso, o solvente é alimentado juntamente com a mistura inicial no refeedor; obtém-se piridina pura no fundo da coluna e uma mistura azeotrópica de água e tolueno no topo. A segunda etapa do processo seria o resfriamento desta mistura e posterior separação por decantação.

Além de não especificar as variáveis operacionais, nenhuma consideração à respeito da partida da coluna ou do critério de cortes foi dada.

De acordo com Lang et al. (1993 e 1994) um processo completo de destilação extrativa em batelada consiste das seguintes etapas:

- Operação a refluxo total sem introdução de solvente.
- Operação ainda a refluxo total com introdução de solvente.
- Operação a refluxo finito com introdução de solvente (Produção do componente mais volátil).
- Operação a refluxo finito sem introdução de solvente (separação do solvente e do componente menos volátil).

Na segunda etapa há uma diminuição da composição do componente menos volátil no topo da coluna, porém esse passo não é obrigatório, pois se o corte for fora de especificação poderá ser reciclado.

Uma coluna de destilação extrativa em batelada de 32 pratos e diâmetro de 9,7 cm, foi usada para separar o sistema acetona / metanol, utilizando água como solvente. A carga inicial a ser separada era de 9 l à uma composição de 50-50% mol acetona-metanol, o solvente foi introduzido no estágio 7 (a partir do topo) à uma razão de 2 l/h com temperatura de 80 °C. No final do processo, o consumo total de solvente foi aproximadamente 60% da carga inicial. Um programa computacional foi desenvolvido e utilizado para simular e comparar os experimentos deste processo. Nas simulações, a coluna foi considerada com 18 pratos e o solvente foi introduzido no estágio 6; obteve-se boa concordância entre os dados experimentais e simulados.

Para o desenvolvimento desse simulador os autores utilizaram um modelo que considera pratos teóricos, “holdup” líquido constante e “holdup” do vapor desprezível. Na integração do sistema de equações diferenciais utilizou-se o método de Runge-Kutta de 4ª ordem. No cálculo da entalpia e do equilíbrio líquido vapor utilizou-se um método de interpolação linear bidimensional para diminuir significativamente o tempo computacional. Além dessa simplificação no modelo, a especificação da acetona foi de apenas 96% de pureza. Através de dados de simulação, apresenta-se uma análise da influência de vários parâmetros operacionais, como a razão de refluxo, o calor fornecido ao refeedor, a taxa e o estágio de introdução de solvente, número de estágios da coluna e “holdup” dos estágios. O programa também foi usado para estudar a separação de misturas que possuem baixa volatilidade relativa, como heptano / tolueno, tendo o fenol como solvente, onde obteve-se heptano à 98,5 % de pureza.

No trabalho seguinte de Lang et al. (1995), diferentes políticas operacionais foram analisadas, onde observa-se que a fração molar do componente mais volátil no destilado pode ser influenciada não apenas pela razão de refluxo, mas também pela taxa de introdução do solvente à coluna.

Considerando-se a política de razão de refluxo constante, discute-se as vantagens em relação à etapa 2 do processo. Do ponto de vista do consumo energético e de solvente é mais interessante finalizar o passo 2 antes que a composição do mais volátil atinja o valor máximo possível, como havia sido proposto nos trabalhos anteriores, pois há uma diminuição do tempo do processo. Com a política de composição do destilado constante, os autores estudaram várias estratégias, variar a razão de refluxo, variar a taxa de solvente e variar ambas ao mesmo tempo, esta última estratégia analisada forneceu melhores resultados. Comparando as duas políticas operacionais, a de razão de refluxo constante apresentou maiores recuperações.

O artigo apresenta dados da mesma mistura já usada nos artigos anteriores, acetona / metanol / água, porém neste trabalho nada comentou-se sobre as condições iniciais da mistura nem os parâmetros operacionais do processo.

Em Watson et al. (1995) apresenta-se uma análise da separação de uma mistura industrial quaternária complexa de metanol, ciclohexano, etanol e água através do processo de destilação em batelada. Esse sistema contém 4 azeótropos binários e 1 ternário, 3 dos quais são heterogêneos. Dois métodos de separação são propostos, uma destilação extrativa em batelada e uma operação cíclica. O objetivo do processo é maximizar a produção de etanol. Na destilação extrativa em batelada, utilizou-se a introdução de um dos componentes da mistura inicial como solvente, o ciclohexano, pois baseando-se na evolução das curvas de destilado, na composição da carga inicial e na razão molar dos componentes dos azeótropos observou-se que uma maior quantidade de ciclohexano poderia eliminar o metanol e a água em forma de azeótropos nos cortes intermediários. A quantidade de ciclohexano a ser adicionada foi calculada através de balanços de massa nos azeótropos que contém metanol e água. Vale salientar que o ciclohexano foi adicionado à mistura inicial antes do início do processo.

Os autores também propõem a separação da mistura por um método cíclico, onde o sistema opera em sucessivas etapas à refluxo total e de retiradas de produtos. Nas etapas à refluxo total, há a concentração de um azeótropo que contém metanol no topo da coluna; esse azeótropo vai sendo continuamente retirado da coluna nas etapas à refluxo finito, de forma

que se consegue eliminar todo o metanol do sistema. O etanol pode, então, ser separado em um corte posterior.

A política cíclica é simples de ser implementada e oferece mais vantagens a nível industrial neste caso particular onde a restrição da quantidade de água no produto principal não é tão severa. Porém, os autores enfatizam que a adição de solvente viabiliza a separação de outras misturas que requeiram uma quantidade menor de solvente, tornando a destilação extrativa em batelada mais favorável que a política cíclica. Este artigo nada esclarece a respeito das condições operacionais utilizadas na separação desta mistura quaternária, não especifica a pureza do etanol obtido, nem sua produtividade.

Em Safrit et al. (1995) foram usadas técnicas gráficas desenvolvidas para destilação contínua para examinar o potencial de colunas de destilação em batelada de configuração não convencional na separação de misturas azeotrópicas. A coluna com um vaso intermediário contém uma seção de retificação e uma de “stripping” com um vaso entre elas, que é onde será colocada a mistura a ser separada. O solvente é adicionado num estágio próximo ao topo da coluna, sendo que a seção compreendida entre este estágio e o vaso intermediário é a seção de extração. Um modelo matemático foi desenvolvido para descrever o processo, utilizando-se a correlação de Wilson para calcular o coeficiente de atividade e os “holdups” líquido e vapor foram considerados desprezíveis. A mistura estudada foi acetona / metanol e água como solvente.

A coluna opera em três etapas. Inicialmente há um período de entrada de solvente sem remoções no fundo da coluna, mas com retirada no topo (acetona). No segundo período, ambos os produtos de fundo e de topo são retirados, sendo o produto de fundo (água) reciclado como solvente. No último período, cessa-se a introdução de solvente e no topo retira-se um corte fora de especificação rico em metanol, visando a obtenção de metanol puro no vaso intermediário ao término do processo.

Obteve-se acetona a 96% de pureza, o solvente água a 99,8%, o qual é reciclado para novas bateladas e metanol puro no vaso intermediário, demonstrando-se a possibilidade de separar uma mistura azeotrópica numa destilação em batelada com vaso intermediário. No

entanto, nenhuma consideração foi feita a respeito de parâmetros importantes como a taxa de introdução de solvente à coluna, nem sobre as variáveis operacionais e de “design”, além do que o modelo proposto não é rigoroso devido às considerações assumidas.

Uma investigação sistemática da influência de parâmetros operacionais e de processo, operando à razão de refluxo e taxa de introdução do solvente constantes foi apresentada por Warter et al. (1997). Esse estudo foi realizado utilizando-se a mistura etanol / água e etilenoglicol como solvente, e os principais parâmetros estudados foram o número de estágios da coluna, a razão de refluxo, a taxa e o estágio de introdução do solvente, bem como sua temperatura.

A determinação do número ótimo de estágios é relativamente simples. Já a escolha dos parâmetros de operação é extremamente difícil, pois eles influenciam o processo simultaneamente. Nas aplicações industriais, no que diz respeito ao aumento da lucratividade do processo, é de grande interesse o uso da combinação otimizada de parâmetros operacionais.

2.5 – CONCLUSÕES

No campo da destilação extrativa em batelada muita pesquisa ainda há para ser realizada. Como foi analisado nesta revisão, vários trabalhos utilizam métodos gráficos considerando apenas análises das sequências de produtos na separação de misturas azeotrópicas em colunas em batelada.

Os estudos focados na introdução de um solvente para alteração da volatilidade relativa dos componentes e, conseqüente, quebra do azeótropo, utilizam na grande maioria das vezes modelos simplificados, o “holdup” líquido foi considerado desprezível em quase todos os modelos apresentados para destilação extrativa em batelada.

Devido à crescente importância do processo, principalmente na produção de especialidades químicas e recuperação de resíduos em correntes azeotrópicas e também à

necessidade de um simulador realístico, este trabalho apresenta o desenvolvimento de um modelo matemático rigoroso para descrever a destilação extrativa em batelada e o desenvolvimento de um software robusto capaz de trabalhar com várias estratégias de operação e com diferentes tipos de misturas não ideais.

CAPÍTULO 3

MODELAGEM E DESENVOLVIMENTO DE ESTRATÉGIAS DE OPERAÇÃO DO PROCESSO DE DESTILAÇÃO EXTRATIVA EM BATELADA

3.1 – INTRODUÇÃO

Neste capítulo será apresentado o modelo matemático utilizado na descrição do processo de destilação extrativa em batelada, bem como o fluxograma do simulador desenvolvido. O modelo, constituído por um sistema de equações algébricas e diferenciais, é solucionado por um método implícito de integração numérica. No modelo desenvolvido levam-se em consideração os balanços mássicos e entálpicos, o cálculo rigoroso do equilíbrio de fases líquido-vapor (ELV) na coluna, o acúmulo líquido (“holdup”) nos pratos e no condensador e, principalmente, as posição e forma de introdução do solvente. Além disso, uma breve discussão sobre a estratégia operacional que melhor se adapta a cada um dos tipos de mistura estudados é apresentada.

3.2 – CONSIDERAÇÕES

É importante esclarecer que este trabalho dá continuidade à linha de pesquisa sobre destilação em batelada, que vem sendo desenvolvida no Laboratório de Desenvolvimento de Processos de Separação (LDPS) da Faculdade de Engenharia Química (FEQ) da Unicamp. Nesse sentido, os trabalhos anteriores foram utilizados como base para o desenvolvimento de um programa capaz de descrever o comportamento da destilação extrativa em batelada, que é um processo complexo devido à sua natureza dinâmica e à introdução de componentes extras ao sistema e não foi estudada ainda no LDPS.

O programa UNIBAT, um simulador para destilação em batelada convencional desenvolvido anteriormente por Luz Jr. (1993) em seu mestrado no LDPS, foi modificado de forma a adaptá-lo à separação de misturas azeotrópicas ou de baixa volatilidade relativa, ou seja, misturas não ideais. Converteu-se, então, o simulador já existente, UNIBAT, em um novo simulador capaz de prever o comportamento de uma destilação extrativa em batelada, o UNIBED.

O LDPS além de contar com um simulador para destilação em batelada UNIBAT, desenvolveu também um simulador capaz de prever o comportamento dinâmico de uma destilação extrativa contínua e de suas diferentes configurações e políticas operacionais [Brito, 1997].

As misturas azeotrópicas, comumente presentes nas indústrias químicas, em várias situações precisam ser separadas em colunas descontínuas, o que motivou o desenvolvimento do simulador apresentado neste trabalho. O UNIBED é um simulador robusto, de fácil utilização e pronto para tomadas de decisões, que vem a preencher o espaço deixado pelos softwares comerciais que não contemplam o processo de destilação extrativa em batelada.

3.3 – MODELO MATEMÁTICO DESENVOLVIDO

Como foi visto no Capítulo 2, os modelos utilizados por muitos autores não são rigorosos, o que pode levar a predições do comportamento do processo diferentes do real. Na destilação extrativa em batelada, é de fundamental importância a forma de se introduzir o solvente na coluna, como também a posição em que é feita essa introdução, para que possa haver um deslocamento do equilíbrio líquido-vapor em toda a coluna, separando assim a mistura inicial.

No modelo desenvolvido neste trabalho, além de considerarmos a forma e a posição de introdução do solvente na coluna, leva-se em consideração as contribuições dos balanços de massa e de energia, os “holdups” líquidos nos pratos e no condensador / acumulador e o

cálculo rigoroso do equilíbrio líquido-vapor. Algumas suposições são feitas, assim como segue:

- (1) “holdup” do vapor desprezível;
- (2) “holdup” líquido molar constante;
- (3) mistura perfeita nos pratos;
- (4) pratos adiabáticos;
- (5) condensação total.

A Figura 3.1 apresenta o diagrama de uma coluna de destilação extrativa em batelada. Inicialmente, a partida se dá a refluxo total, até que se atinja o estado estacionário. Nesse momento inicia-se a alimentação contínua de solvente na lateral superior da coluna; essa alimentação é feita até que ocorra a separação do componente mais volátil na composição especificada; isto para o processo convencional, onde o solvente é o menos volátil.

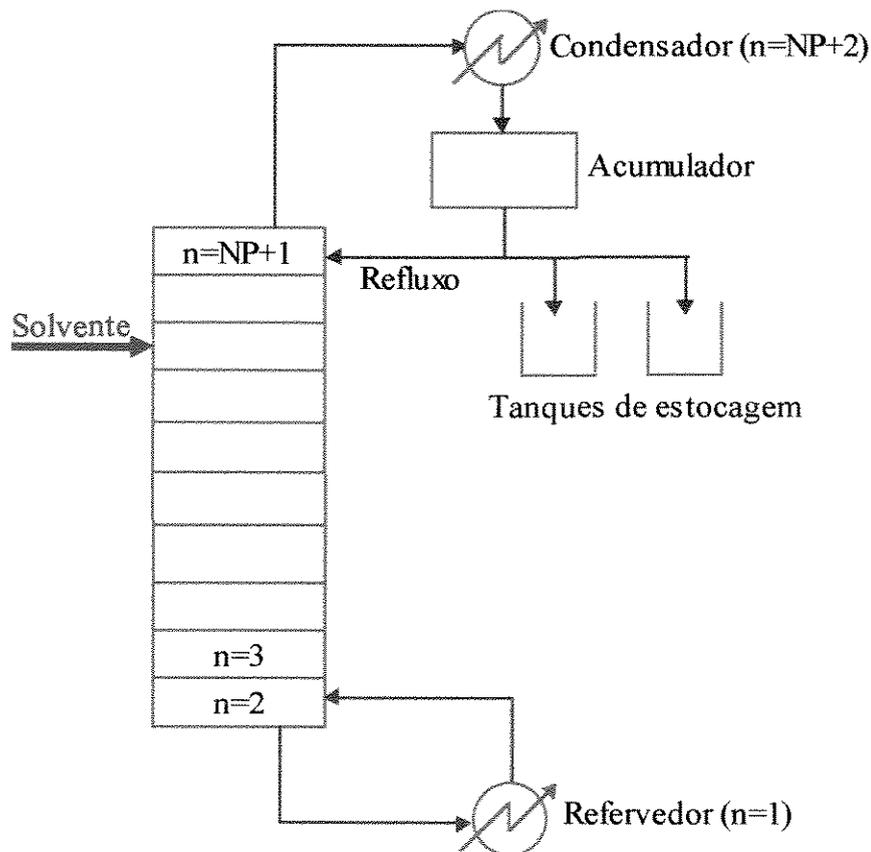


Figura 3.1 - Diagrama da destilação extrativa em batelada

O cálculo do equilíbrio de fases pode ser feito através de várias maneiras, onde o usuário do simulador determina qual a metodologia que será usada, possibilitando assim, a escolha do método de cálculo do ELV em função do tipo de mistura em questão. Esse é um aspecto de grande importância devido ao caráter multipropósito desse processo, que por ser em batelada, vários tipos diferentes de misturas são tratados em uma mesma coluna.

O simulador oferece os seguintes procedimentos para cálculo do ELV:

(1) Para a fase vapor, usar a equação do virial que pode utilizar os seguintes métodos:

- Hayden-O'Connell (Prausnitz et al, 1980)
- Tsonopoulos (Tsonopoulos, 1974)

ou, então, considerar a fase vapor ideal calculada utilizando-se a Lei de Dalton.

Para a fase líquida, utilizar um modelo de coeficiente de atividade, neste caso o modelo para representar a fase líquida pode ser um dos seguintes:

- NRTL
- UNIQUAC
- UNIFAC
- ASOG
- Wilson
- UNIFAC Modificado
- Scatchard-Hildebrandt.

(2) Utilizar uma equação de estado para descrever tanto a fase vapor como a líquida. Se esta for a opção escolhida o programa dispõe da equação de Soave-Redlich-Kwong (SRK).

(3) Considerar ambas as fases ideais, e o equilíbrio será calculado pelos modelos da Lei de Raoult e Lei de Dalton.

Com relação ao cálculo das entalpias das correntes de líquido e vapor, essas podem ser calculadas através dos seguintes métodos:

- (1) Entalpia do vapor calculada pela equação de Soave-Redlich-Kwong (Christansen et al., 1979) e através do calor latente de vaporização se obtém a entalpia da corrente líquida. Para o cálculo dos calores de vaporização utilizam-se as equações de Vetere (Reid et al., 1988) e Watson (Reid et al., 1988).
- (2) Entalpia da corrente líquida obtida através da entalpia de excesso, que é calculada utilizando-se os parâmetros do UNIFAC.

As equações do modelo que serão apresentadas são baseadas na configuração da coluna mostrada na Figura 3.1 e nos modelos de estágio dados nas Figuras 3.2.a para qualquer estágio “n”, e 3.2.b para o estágio no qual é feita a alimentação do solvente.

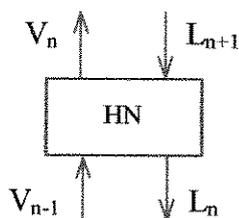


Figura 3.2.a -
Modelo do estágio “n”

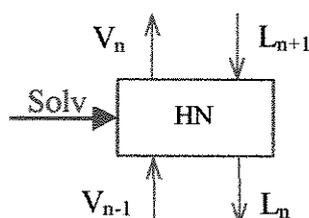


Figura 3.2.b – Modelo do
estágio de alimentação de solvente

A seguir, apresentam-se as equações do modelo utilizadas na descrição do processo, para uma coluna com NP número de pratos. A contagem dos estágios foi feita do refeedor ($n=1$) para o topo, sendo o condensador NP+2. Vale salientar que este é um modelo bastante generalizado devido ao cálculo rigoroso do equilíbrio de fases, à consideração do “holdup” líquido nos pratos e condensador e ao cálculo dos balanços de energia.

3.4 – EQUAÇÕES DO MODELO

3.4.1 - Balanços Globais de Massa

Refrervedor ($n = 1$)

$$\frac{dHB}{dt} = L_2 - V_1 \quad (3.1)$$

Pratos internos ($n = 2, NP+1$)

$$0 = V_{n-1} + L_{n+1} + Solv_n - V_n - L_n \quad (3.2)$$

Condensador / Acumulador ($n = NP+2$)

$$0 = V_{NP+1} - L_{NP+2} - D \quad (3.3)$$

3.4.2 - Balanços de Massa para o Componente i ($i = 1, nc$)

Refrervedor ($n = 1$)

$$\frac{dx_{1,i}}{dt} = \frac{1}{HB} [L_2(x_{2,i} - x_{1,i}) - V_1(k_{1,i}x_{1,i} - x_{1,i})] \quad (3.4)$$

Pratos internos ($n = 2, NP+1$)

$$\frac{dx_{n,i}}{dt} = \frac{1}{HN} [V_{n-1}(k_{n-1,i}x_{n-1,i} - x_{n,i}) + L_{n+1}(x_{n+1,i} - x_{n,i}) + Solv_n(x_{Solv,i} - x_{n,i}) - V_n(k_{n,i}x_{n,i} - x_{n,i})] \quad (3.5)$$

Condensador / Acumulador ($n = NP+2$)

$$\frac{dx_{NP+2,i}}{dt} = \frac{1}{HD} V_{NP+1}(k_{NP+1,i}x_{NP+1,i} - x_{NP+2,i}) \quad (3.6)$$

3.4.3 - Balanços de Energia

Refrervedor ($n = 1$)

$$\frac{dhL_1}{dt} = \frac{1}{HB} [QR + L_2(hL_2 - hL_1) - V_1(hV_1 - hL_1)] \quad (3.7)$$

Pratos internos ($n = 2, NP+1$)

$$\frac{dhL_n}{dt} = \frac{1}{HN} [V_{n-1}(hV_{n-1} - hL_n) + L_{n+1}(hL_{n+1} - hL_n) + Solv_n(hSolv_n - hL_n) - V_n(hV_n - hL_n)] \quad (3.8)$$

Condensador / Acumulador ($n = NP+2$)

$$\frac{dhL_{NP+2}}{dt} = \frac{1}{HD} [V_{NP+1}(hV_{NP+1} - hL_{NP+2}) - QC] \quad (3.9)$$

3.4.4 - Equilíbrio

$$y_{j,i} = k_{j,i} x_{j,i} \quad i = 1, nc \quad j = 1, NP+1 \quad (3.10)$$

3.4.5 - Somatória

$$\sum y_{j,i} = \sum k_{j,i} x_{j,i} = 1 \quad i = 1, nc \quad j = 1, NP+1 \quad (3.11)$$

$$\sum x_{j,i} = 1 \quad i = 1, nc \quad j = 1, NP+2 \quad (3.12)$$

3.4.6 – Relações definindo as Propriedades Termodinâmicas

$$k_{j,i} = k_{j,i}(y_{j,i}, x_{i,i}, T_j, P_j) \quad i = 1, nc \quad j = 1, NP+1 \quad (3.13)$$

$$hL_j = hL_j(x_{j,i}, T_j, P_j) \quad i = 1, nc \quad j = 1, NP+2 \quad (3.14)$$

$$hV_j = hV_j(y_{j,i}, T_j, P_j) \quad i = 1, nc \quad j = 1, NP+1 \quad (3.15)$$

Este modelo resulta em $[3(N-1)nc + 6N - 4]$ equações diferenciais e algébricas, para uma mistura de nc componentes e uma coluna de N estágios, incluindo o refeedor e o condensador.

Uma das dificuldades encontradas na simulação do processo de destilação extrativa em batelada se deve ao fato do sistema de equações gerado ser um sistema rígido, o que acarreta numa diminuição do passo de integração para poder garantir a confiabilidade dos resultados (Distefano, 1968).

O programa UNIBED inicialmente resolve as equações algébricas para em seguida solucionar o sistema de equações diferenciais ordinárias. Na resolução desse sistema, o programa utiliza o pacote LSODAR que usa o método implícito de Gear para realizar a integração numérica dos sistema de equações diferenciais. De acordo com Luz Jr. (1996), esse é um método de integração eficiente para solucionar o sistema de equações formado na modelagem rigorosa de uma destilação em batelada.

Em todas as simulações realizadas neste trabalho considerou-se os valores das variáveis peso e tolerância como 1 e $1e-05$, respectivamente. Esses valores foram fixados de acordo com Luz Jr. (1995).

Com relação ao “holdup” líquido do condensador, a utilização de valores na faixa de 1 a 5% da carga inicial é proposta por Luz Jr. (1994) por fornecer melhores desempenhos ao processo de destilação em batelada. No presente trabalho utilizou-se 2,5% da carga inicial como “holdup” do condensador, sendo o “holdup” de cada estágio 10% do valor deste “holdup” do condensador.

Antes de apresentarmos o fluxograma simplificado do programa desenvolvido para simulação do processo de destilação extrativa em batelada, algumas considerações sobre o programa devem ser feitas.

Uma coluna de destilação extrativa em batelada pode ser operada em etapas operacionais. Em cada uma dessas etapas, diferentes condições operacionais podem ser especificadas durante um certo tempo determinado pelo critério de parada da etapa em questão.

As condições operacionais a serem especificadas podem ser a razão de refluxo (RR), a taxa de destilado (D), o calor fornecido ao refeedor (QR) e a taxa de vapor deixando o refeedor (V_1). Juntamente com os critérios de parada possíveis para cada etapa operacional, as condições operacionais são mostradas no fluxograma do programa dado na Figura 3.3.

A introdução de solvente na coluna se dá após o sistema atingir o estado estacionário. Essa alimentação é realizada de forma contínua e na grande maioria das vezes ocorre em um estágio próximo do topo da coluna. Porém, em cada etapa operacional do processo pode-se trabalhar com maiores ou menores taxas de introdução de solvente, a posição de alimentação pode ser modificada durante uma mesma batelada, e algumas etapas operacionais podem ocorrer sem nenhuma entrada de solvente caso não haja necessidade de sua adição à coluna.

Como será discutido mais adiante, a estratégia de operação da coluna, com relação a introdução do solvente, é função do tipo de mistura que será tratada. O programa foi desenvolvido de forma a possibilitar essas diferentes estratégias, o que num processo em batelada é de grande valia devido à flexibilidade desse tipo de coluna, que pelo seu caráter multipropósito pode ser utilizada na separação de diversos tipos de misturas.

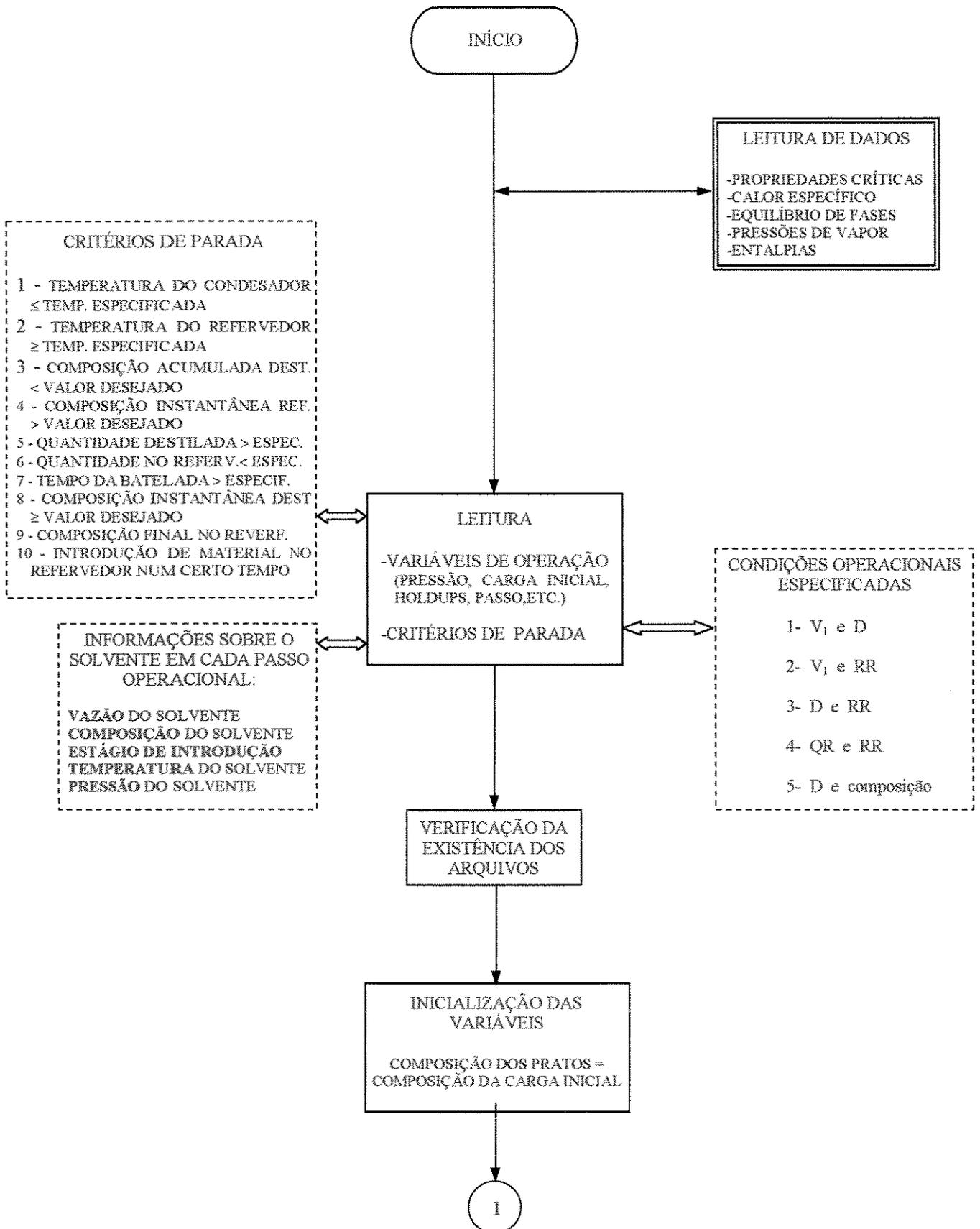
As diferentes especificações dadas à coluna, os diferentes tipos de critérios de parada e a estratégia de introdução de solvente na coluna permitem simular qualquer separação operando em colunas já existentes, propor mudanças na política de operação dessas colunas visando o aproveitamento energético, como também possibilita projetar novas colunas.

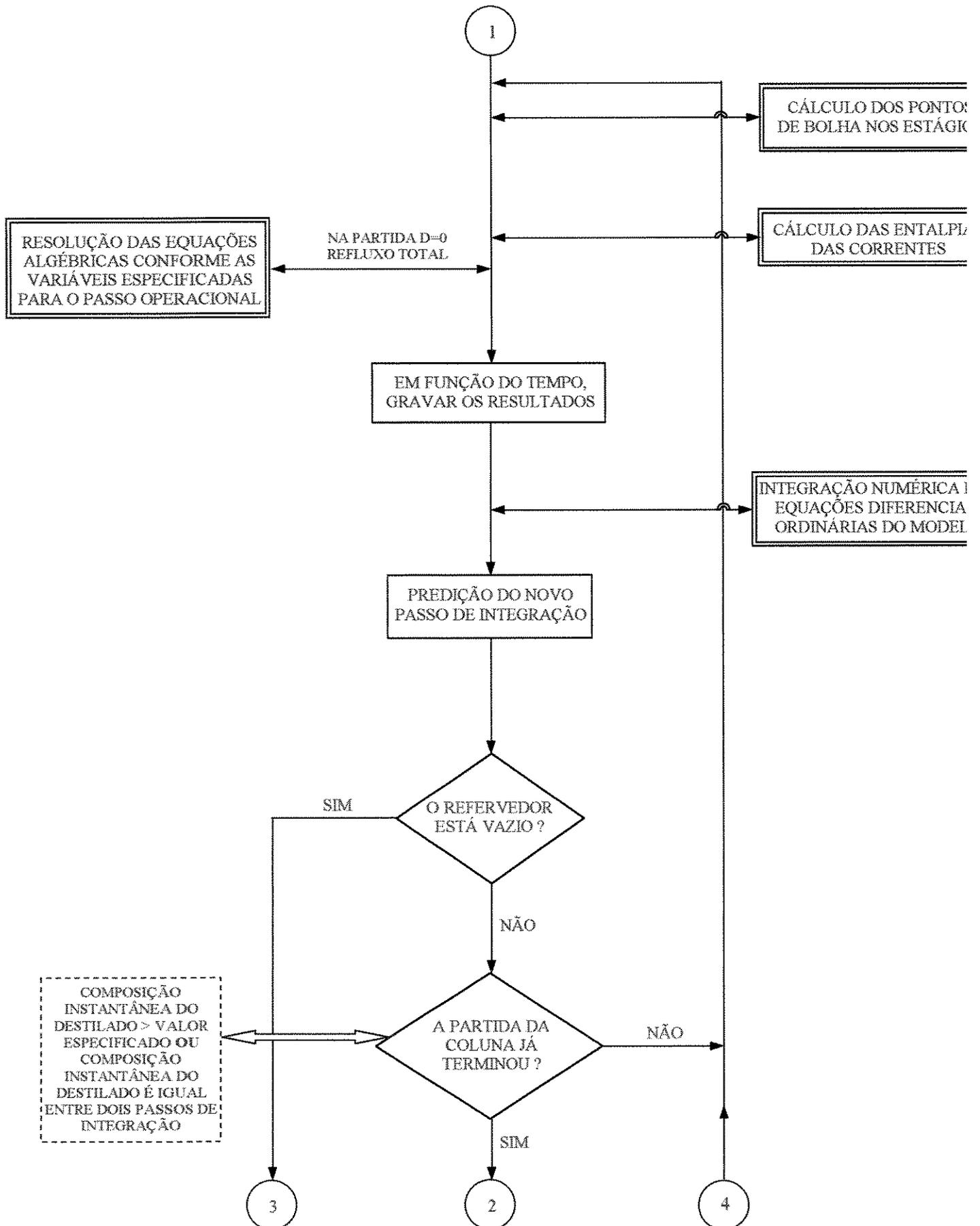
“O programa foi desenvolvido usando a linguagem de programação FORTRAN e pode ser usado em qualquer microcomputador da linha IBM PC/AT e compatíveis. Sua única exigência em termos computacionais é a necessidade de computadores com coprocessador aritmético, sem o que, o tempo computacional gasto durante a simulação seria exageradamente longo.” [Luz Jr., 1993].

É interessante ressaltar, mais um vez, que este simulador desenvolvido para prever o comportamento da destilação extrativa em batelada, UNIBED, foi adaptado através de modificações no UNIBAT, simulador para destilação em batelada convencional, já desenvolvido anteriormente no LDPS, por Luz Jr. em 1993. As modificações foram realizadas em toda a modelagem matemática, mantendo-se o mesmo rigor, possibilitando assim, prever o comportamento da separação de misturas não ideais, sem formação de novos azeótropos, nem zonas de imiscibilidade parcial na coluna; o que caracteriza o processo de destilação extrativa em batelada.

A seguir, apresenta-se o fluxograma do simulador desenvolvido para representar o processo de destilação extrativa em batelada.

3.5 – FLUXOGRAMA DO PROGRAMA UNIBED





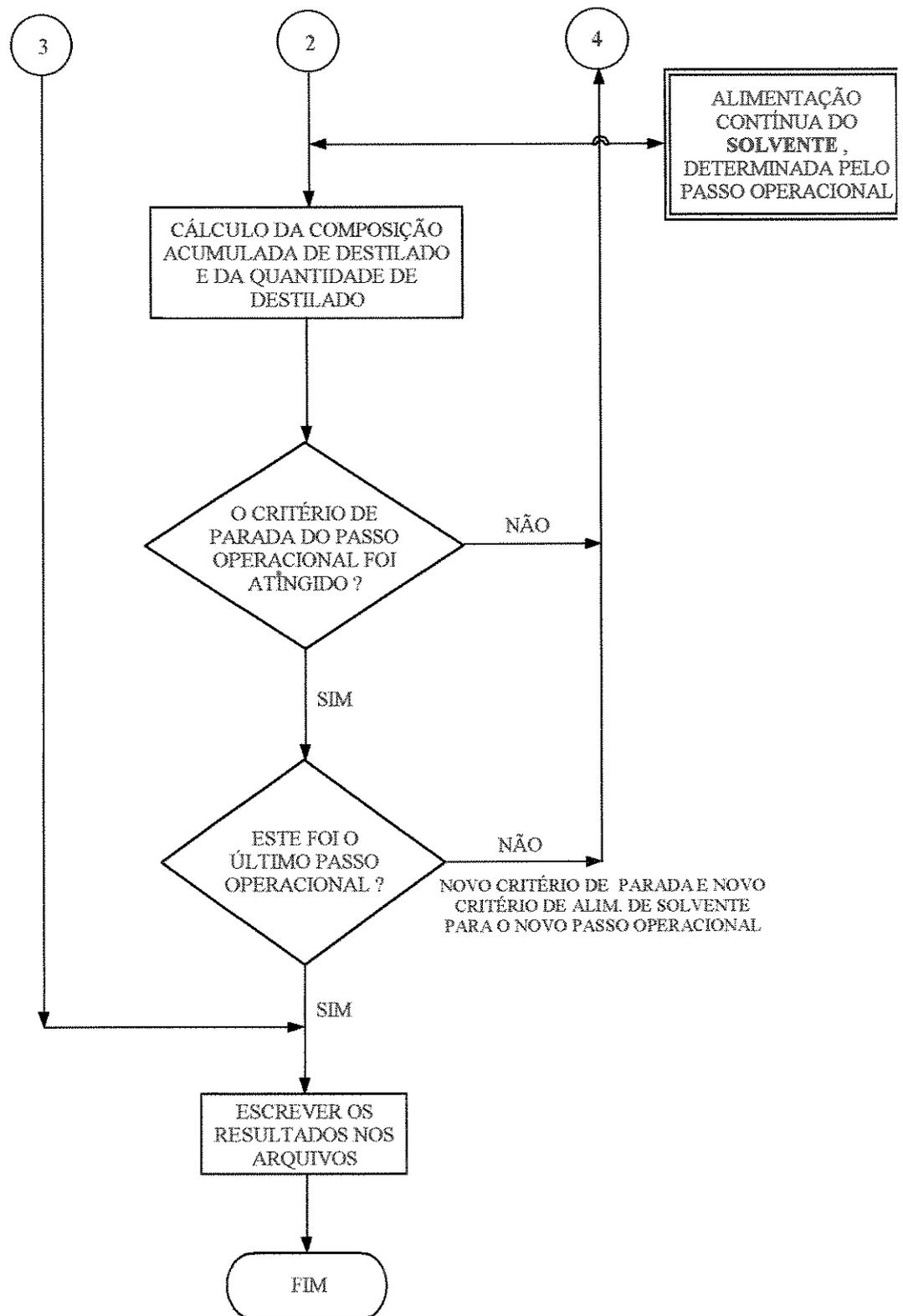


Figura 3.3 – Fluxograma simplificado do programa UNIBED.FOR

3.6 – DESENVOLVIMENTO DE ESTRATÉGIAS DE OPERAÇÃO

A flexibilidade é uma das principais características dos processos em batelada. No caso da destilação extrativa em batelada, a maneira como é feita a introdução do solvente na coluna é um parâmetro decisivo na separação da mistura não ideal a ser tratada, e influi diretamente nesse caráter multipropósito do processo.

Foi realizado um estudo da estratégia de operação da coluna com relação à introdução do solvente para algumas misturas com características diferentes. Observa-se a possibilidade de adaptação da estratégia operacional de acordo com o tipo de mistura em questão, possibilitando vários sistemas diferentes serem separados numa única coluna, mantendo-se a flexibilidade do processo.

Como a estratégia operacional da coluna depende do tipo de mistura que será tratada, o programa foi desenvolvido de forma a possibilitar o uso de várias estratégias de operação distintas. A seguir, serão comentadas as estratégias usadas para algumas misturas que foram analisadas, tais como:

- (1) Etanol / água / etilenoglicol
- (2) Acetona / n-heptano / tolueno
- (3) Acetona / etanol / tolueno

3.6.1 – Classe 1: Etanol(1) / água(2) / etilenoglicol(3)

Na destilação extrativa comumente são utilizados solventes mais pesados que os componentes originais da mistura a ser separada, ou seja, solventes com alta temperatura de ebulição. Nesse trabalho, sistemas dessa natureza serão chamados de sistemas classe 1.

O exemplo mais conhecido de um sistema da classe 1 (a 1 atm) é a mistura composta pelo binário azeotrópico etanol ($T_b = 78,25\text{ °C}$) / água ($T_b = 100,00\text{ °C}$) tendo como solvente o etilenoglicol ($T_b = 197,35\text{ °C}$). Essa mistura apresenta um azeótropo à uma temperatura de $78,17\text{ °C}$ com 89,0% de etanol em base molar.

Inicialmente, a mistura que se deseja separar, etanol / água, é colocada no refulvedor, onde calor é fornecido ao processo. A coluna fica operando à refluxo total, sem nenhuma retirada de produto, até atingir o estado estacionário. Nesse momento, inicia-se a introdução contínua do etilenoglicol na lateral da coluna num estágio próximo ao topo e começa a haver retirada de produtos.

O etilenoglicol altera o equilíbrio líquido vapor dos estágios, quebrando o azeótropo etanol / água, e como é o mais pesado dos componentes, sua tendência é descer para o fundo da coluna; já o etanol, por ser o mais volátil, tende a subir e será o primeiro componente a ser retirado no destilado.

Quando a composição instantânea do etanol no topo da coluna atinge o valor especificado é realizado o primeiro corte. Este é um corte intermediário, também conhecido como corte fora de especificação (“off cut”). Numa destilação em batelada, os cortes fora de especificação podem ser estocados para futuras separações ou adicionados a uma nova carga do processo e, então, separados.

O segundo corte, no qual obtém-se o produto principal etanol dentro das especificações desejadas, ocorre quando a composição acumulada do etanol no destilado diminui do valor especificado. A partir desse ponto, cessa-se a alimentação do solvente etilenoglicol na coluna e a mistura resultante composta principalmente por água e etilenoglicol pode ser separada.

O processo continua, objetivando a retirada da água pura no topo da coluna. Para isso mais um corte intermediário se faz necessário, esse é um corte rico em água, porém certa quantidade de etanol e muito pouco de etilenoglicol são perdidas nessa etapa. Trata-se do terceiro corte e é realizado quando a composição instantânea da água no topo chega ao valor especificado. A partir desse momento, a água dentro da especificação desejada vai sendo retirada no topo até que a sua composição acumulada no destilado saia da especificação; é, então, realizado o quarto e último corte.

No final do processo, o solvente é recuperado no fundo da coluna. É importante salientar que em todas as simulações realizadas nesse estudo, o etilenoglicol foi recuperado à 0,999 de pureza, com um rendimento também elevado.

Em alguns casos, o processo termina antes que todos os cortes descritos acima tenham sido realizados. Isso acontece quando a composição do etilenoglicol no refeedor atinge a pureza desejada antes de ter ocorrido todos os cortes.

3.6.2 – Classe 2: **Acetona(1) / n-heptano(2) / tolueno(3)**

Existem alguns sistemas que utilizam solventes cujo ponto de ebulição é apenas ligeiramente superior ao do componente intermediário, como é o caso do sistema acetona ($T_b = 56,05\text{ °C}$) / n-heptano ($T_b = 98,45\text{ °C}$) / tolueno ($T_b = 110,65\text{ °C}$). O binário azeotrópico acetona / n-heptano ocorre à 93,50% em mol de acetona, numa temperatura de 55,85°C. Esse tipo de sistema será aqui classificado como sistema classe 2.

Nesse caso, o solvente tolueno possui uma temperatura de ebulição de apenas 12 °C superior à do componente intermediário, o n-heptano. Atualmente, é de grande interesse o estudo de solventes alternativos principalmente devido a questões ambientais e também por proporcionar outras possibilidades para a realização do processo. Tanto os sistemas classe 2, como os classe 3 (que serão descritos mais adiante) utilizam solventes não convencionais.

- **Estratégia A**

A separação da mistura acetona / n-heptano usando-se o tolueno como solvente, inicialmente ocorreu com a mesma estratégia empregada no caso anterior (misturas classe 1).

A carga inicial é colocada no refeedor. A partida se dá a refluxo total e ao se atingir o estado estacionário inicia-se a introdução do tolueno. O primeiro corte, como no caso anterior, também é fora de especificação, porém deve-se comentar que, para essa mistura, houve ocorrência de perdas consideráveis da acetona (produto principal) neste primeiro corte. Esse fato não foi verificado no sistema da classe 1.

O segundo corte é composto de acetona na composição desejada. Depois dessa retirada do produto principal, cessa-se a alimentação de solvente na coluna. O próximo corte, o qual espera-se ser um intermediário rico no produto intermediário n-heptano, apresenta-se com grandes quantidades de tolueno, devido à proximidade dos pontos de ebulição dos dois componentes. A recuperação do solvente tolueno no final do processo foi de apenas cerca de 50%. Problemas de perdas de solventes em cortes intermediários também não ocorreram no sistema da classe 1.

Na tentativa de diminuir as perdas de acetona (produto principal) e de tolueno (solvente) nos cortes intermediários, uma nova estratégia de operação foi desenvolvida, a estratégia B.

- Estratégia B

Durante as simulações da separação da mistura acetona / n-heptano usando a estratégia A, observou-se uma maior dificuldade para que a composição instantânea da acetona no topo da coluna atingisse o valor especificado, momento esse em que ocorre o primeiro corte, o que provocou um aumento no tempo gasto para esse corte intermediário; logo houve a perda de uma quantidade considerável do produto principal.

No corte fora de especificação seguinte, o tolueno começou a subir juntamente com o n-heptano pela proximidade de seus pontos de ebulição. Não foi possível proceder com a separação desses dois componentes e o processo finalizava apenas quando a composição do tolueno restante no retervedor atingia o valor especificado. Até que isso ocorresse, o solvente ia se perdendo junto com o componente intermediário num corte fora de especificação.

Uma boa solução encontrada para esses problemas foi o aumento da razão de refluxo nesses cortes e/ou a diminuição do calor fornecido ao retervedor. Com isso, a taxa de destilado diminui bruscamente, evitando a saída indesejável desses componentes da coluna. No corte principal, onde obtém-se a acetona pura, a coluna volta a operar com razão de refluxo baixa para poder permitir a retirada do produto. Os resultados comparativos entre as duas estratégias de operação serão mostrados no Capítulo 5.

3.6.3 – Classe 3: **Acetona(1) / etanol(2) / tolueno(3)**

O sistema da classe 3 é o caso mais atípico de todos. O binário azeotrópico é constituído pelo etanol ($T_b = 78,25 \text{ °C}$) e tolueno ($T_b = 110,65 \text{ °C}$), sendo o solvente a acetona ($T_b = 56,05 \text{ °C}$) que é o componente mais volátil. O azeótropo ocorre à $76,70 \text{ °C}$ com uma composição de 80,95% em mol de etanol (a 1 atm).

Pouco conhecimento se tem de destilações extrativas que utilizem como solvente componentes de menor ponto de ebulição. De acordo com Brito (1997), na literatura, apenas Hunek et al. (1989) cita o uso desse tipo de solvente para destilações extrativas convencionais. O processo é chamado de destilação extrativa reversa.

No caso da destilação extrativa em batelada, inicialmente a mistura etanol / tolueno é colocada no refulvedor, a partida do processo ocorre a refluxo total até que se atinja o estado estacionário, quando inicia-se a alimentação contínua do solvente acetona; nesse tipo de sistema o solvente é alimentado até o final do processo.

O produto principal tolueno na composição especificada é obtido no fundo da coluna, pois a acetona, por ser o mais volátil, tem a tendência de subir levando o componente intermediário etanol. O término do processo ocorre quando se alcança a composição desejada de tolueno no refulvedor. Esse foi o único sistema que não foi possível a recuperação do solvente. A análise dos resultados para esse caso é apresentada no Capítulo 6.

3.7 – CONCLUSÕES

Através de modificações realizadas na modelagem do simulador UNIBAT, mantendo-se o mesmo rigor matemático, desenvolveu-se o simulador UNIBED para possibilitar a descrição de processos de destilação extrativa em batelada. O novo simulador foi utilizado na separação de vários tipos de misturas não ideais, adaptando-se a estratégia de operação da coluna de acordo com o tipo de mistura a ser separada. Os resultados dessas simulações serão apresentados nos próximos capítulos.

CAPÍTULO 4

MISTURA CLASSE 1: ETANOL / ÁGUA / ETILENOGLICOL

4.1 - INTRODUÇÃO

Neste trabalho, os sistemas que utilizam solvente cuja temperatura de ebulição é muito elevada em relação a dos outros componentes são classificados como misturas classe 1, como é o caso da mistura etanol / água / etilenoglicol.

No presente capítulo, apresentam-se os resultados obtidos nas simulações da separação deste clássico exemplo usando-se colunas não contínuas. O capítulo encontra-se dividido em duas partes: na primeira é feita a análise de um estudo sistemático, onde o programa UNIBED foi exaustivamente executado, com uma ampla faixa de variações de parâmetros operacionais, visando obter etanol à 99,9% de pureza e realizar um estudo do comportamento da coluna neste tipo de separação; na segunda parte, a coluna opera objetivando a obtenção do etanol à 99,99%, uma pureza muito alta, obtida apenas quando utiliza-se certas condições operacionais, que serão analisadas e discutidas.

4.2 - ESTUDO SISTEMÁTICO

Para um melhor entendimento do comportamento da coluna de destilação extrativa em batelada foi realizado um estudo sistemático da obtenção do etanol anidro usando o etilenoglicol como solvente. Nesse estudo, considera-se a coluna composta por 30 pratos, a carga inicial é de 10.000,0 moles à uma composição de 85% em etanol. O solvente etilenoglicol foi introduzido na coluna no estágio 28, contando-se a partir do fundo, à uma temperatura de 25 °C. Em todas as simulações realizadas neste estudo o etanol foi obtido à 99,9% de pureza.

Os parâmetros operacionais que foram analisados são a razão de refluxo, o calor fornecido ao refeedor e a taxa de introdução do etilenoglicol na coluna. Na Tabela 4.1 apresenta-se um resumo do estudo sistemático, vale salientar que esse estudo cobriu todas as possibilidades de combinações dentro da faixa em que os três parâmetros foram variados.

Tabela 4.1 - Características do sistema etanol / água / etilenoglicol e resumo das condições operacionais usadas no estudo sistemático.

Sistema	Etanol / água
Composição do binário azeotrópico	0,89 / 0,11
Temperatura do azeótropo	78,17 °C
Carga inicial	10.000,0 moles
Composição da carga inicial	0,85 / 0,15
Solvente	Etilenoglicol
Temperatura do solvente	25 °C
Holdup líquido no condensador	250 moles
Holdup líquido em cada prato	25 moles
Número de estágios da coluna	30
Estágio de introdução do solvente	28
Composição especificada de etanol	0,999
Razão de refluxo	2,0 / 4,0 / 6,0 / 8,0 / 10,0
Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)	100 / 150 / 200 / 250 300 / 350 / 400 / 500
Taxa de introdução do solvente (moles/h)	1000 / 2000 / 3000 / 4000 / 5000

Uma análise do comportamento da coluna com relação à influência dos parâmetros operacionais estudados será apresentada a seguir. É importante ressaltar que os resultados discutidos nas próximas figuras foram obtidos a partir de um conjunto sistemático de simulações, onde parâmetros operacionais como calor do refeedor, razão de refluxo e taxa de introdução de solvente são mantidos constantes em cada batelada. A análise da variação

desses parâmetros é realizada com resultados obtidos em várias bateladas diferentes, como por exemplo o tempo total do processo e a recuperação do produto principal.

4.2.1 - Influência do calor fornecido ao refeedor (QR)

Alguns gráficos representativos serão apresentados para facilitar a visualização da influência do calor fornecido ao refeedor. Todos os casos foram simulados utilizando-se os dados da coluna de destilação extrativa em batelada já descrita na Tabela 4.1.

As Figuras 4.1 e 4.2 mostram respectivamente o comportamento da recuperação do etanol e do tempo total da batelada em função do aumento do calor adicionado ao refeedor. Cada curva representa uma diferente taxa de alimentação de etilenoglicol à coluna, considerando-se uma razão de refluxo de 4,0. O aumento no calor do refeedor pode favorecer a vaporização da água, que é o componente intermediário, o que diminui a recuperação do etanol. Porém, devido a uma vaporização mais rápida da mistura, esse aumento no calor proporciona uma diminuição do tempo necessário para realização do processo, como pode ser visto na Figura 4.2. Dependendo da taxa de solvente, o aumento do calor impossibilita a obtenção do etanol à 0,999 de pureza, como mostra as curvas de $Solv = 2.000,0$ e $3.000,0$ moles/h na Figura 4.1, onde não há convergência para calores elevados.

Observa-se que maiores taxas de introdução de etilenoglicol favorece o desempenho do processo e a recuperação do etanol aumenta e que, nestes casos, torna-se possível acréscimos no calor fornecido ao refeedor, diminuindo sensivelmente o tempo total da batelada (por exemplo as curvas de $4.000,0$ e $5.000,0$ moles/h da Figura 4.1). A escolha do calor fornecido ao refeedor deve englobar também estudos dos custos operacionais, em termos de quantidade total de solvente utilizada no processo e de consumo energético. Estes aspectos serão discutidos posteriormente.

Pode-se dizer que, dependendo da taxa de introdução de solvente, a operação da coluna à alta taxa de calor fornecido ao refeedor é prejudicial por diminuir a recuperação do produto principal etanol, e que à baixo calor pode inviabilizar o processo por aumentar

excessivamente o tempo de realização do processo. Como trabalha-se com a taxa de calor no refeedor constante, o aumento no tempo do processo ocasiona aumento do consumo energético total da batelada e, também, do consumo de solvente.

As Figuras 4.3 e 4.4 apresentam as mesmas análises das figuras anteriores porém com a coluna operando à uma razão de refluxo de 10,0. Observa-se o mesmo comportamento já descrito anteriormente, onde o aumento do calor no refeedor apesar de diminuir o tempo operacional acarreta em menores recuperações do etanol. Comparando-se as Figuras 4.3 e 4.1, nota-se que com razões de refluxos maiores torna-se possível trabalhar com taxas de solventes baixas, como 1.000,0 moles/h.

As Figuras 4.5, 4.6 e 4.7 apresentam a influência do calor fornecido ao refeedor na recuperação do produto principal, para diferentes razões de refluxo com a taxa de solvente de 2000, 3000 e 5000 moles/h, respectivamente. Para uma dada razão de refluxo, o aumento excessivo do calor pode causar quedas bruscas na recuperação do etanol ou até impossibilitar a separação. Como mostra a Figura 4.5, para calores acima de 350,0 kgvapor/h não há convergência com nenhuma das razões de refluxo analisadas.

Comparando-se as três figuras, percebe-se que quanto maior a taxa de solvente, maior a possibilidade da coluna operar com razões de refluxo maiores sem que a recuperação do etanol sofra grandes diminuições. Uma maior quantidade de etilenoglicol associada ao aumento dos fluxos internos da coluna favorece a separação dos componentes da mistura inicial. Porém, quanto maior essa taxa de introdução de solvente, maior o tempo total necessário para a realização do processo, como pode ser observado através das Figuras 4.8, 4.9 e 4.10.

De acordo com o que foi analisado, o aumento do calor proporciona condições de separação da mistura inicial em menores tempos. Em separações de misturas pertencentes à classe 1, o aumento da recuperação do produto principal está sempre vinculado ao aumento dos custos operacionais do processo, devido à necessidade de tempos maiores para realizar a separação da mistura inicial.

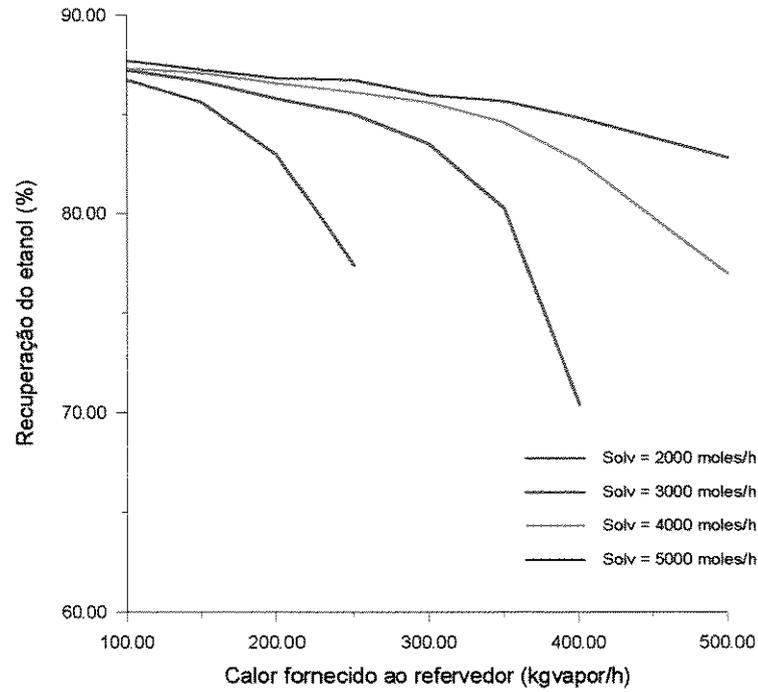


Figura 4.1 - Recuperação do etanol (%) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes taxas de introdução do solvente, operando à RR = 4,0.

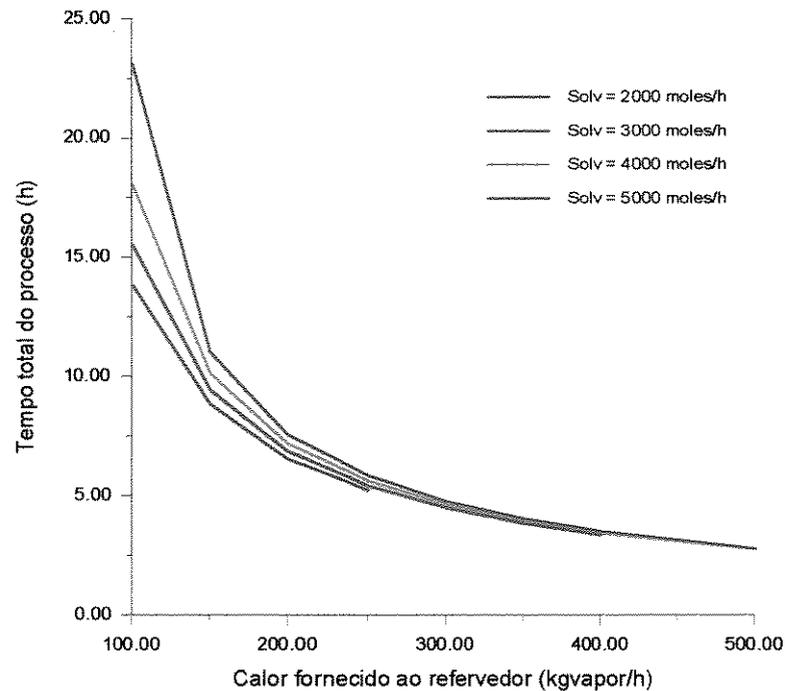


Figura 4.2 - Tempo total (h) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes taxas de introdução do solvente, operando à RR = 4,0.

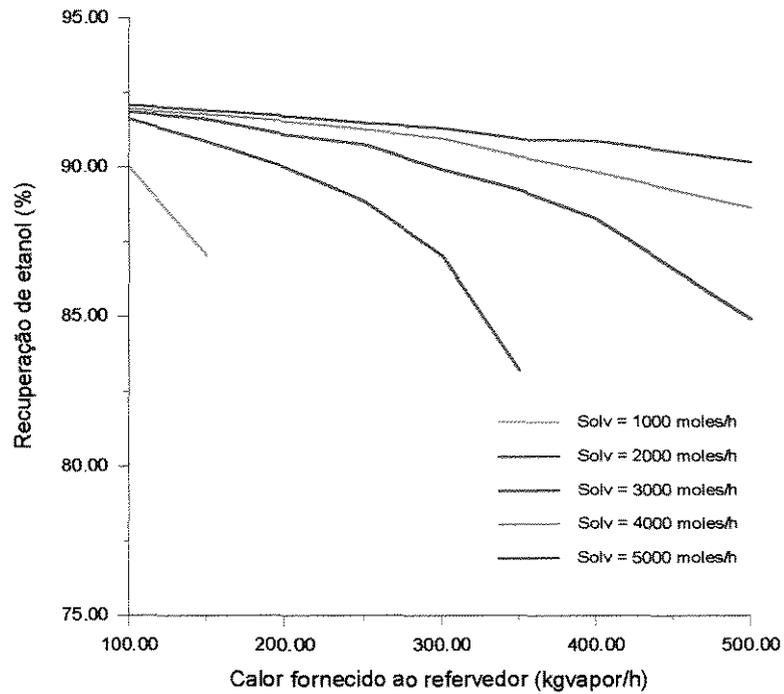


Figura 4.3 - Recuperação do etanol (%) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes taxas de introdução do solvente, operando à RR = 10,0.

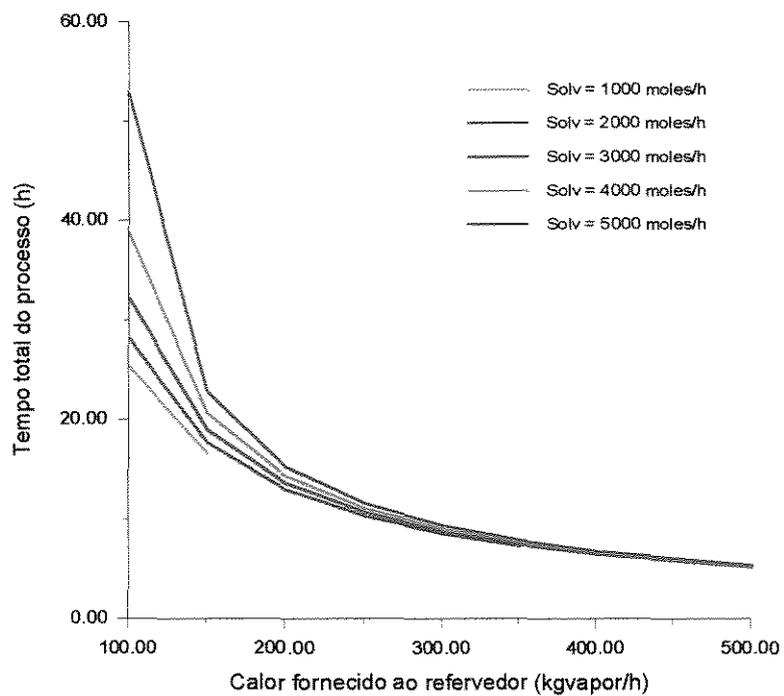


Figura 4.4 - Tempo total (h) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes taxas de introdução do solvente, operando à RR = 10,0.

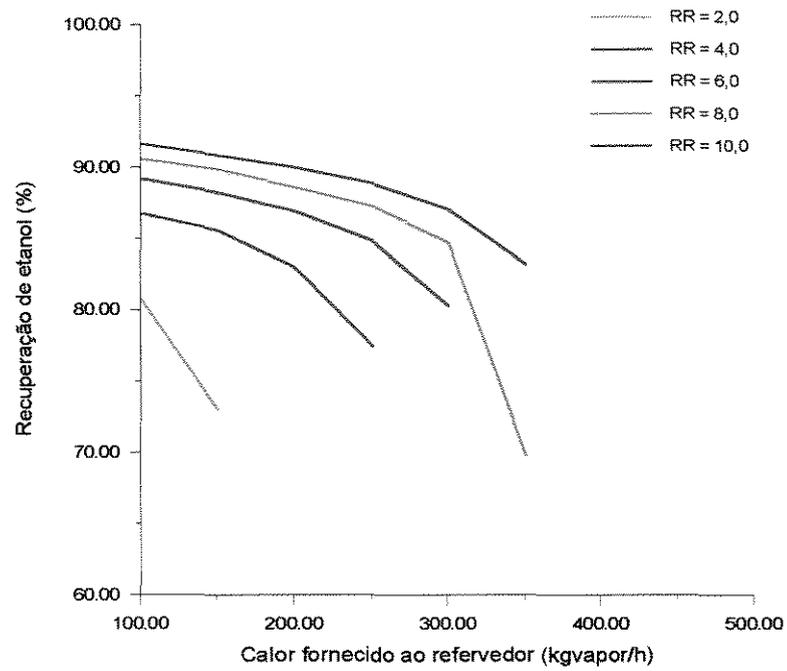


Figura 4.5 - Recuperação do etanol (%) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes razões de refluxo, operando à Solv = 2.000,0 moles/h.

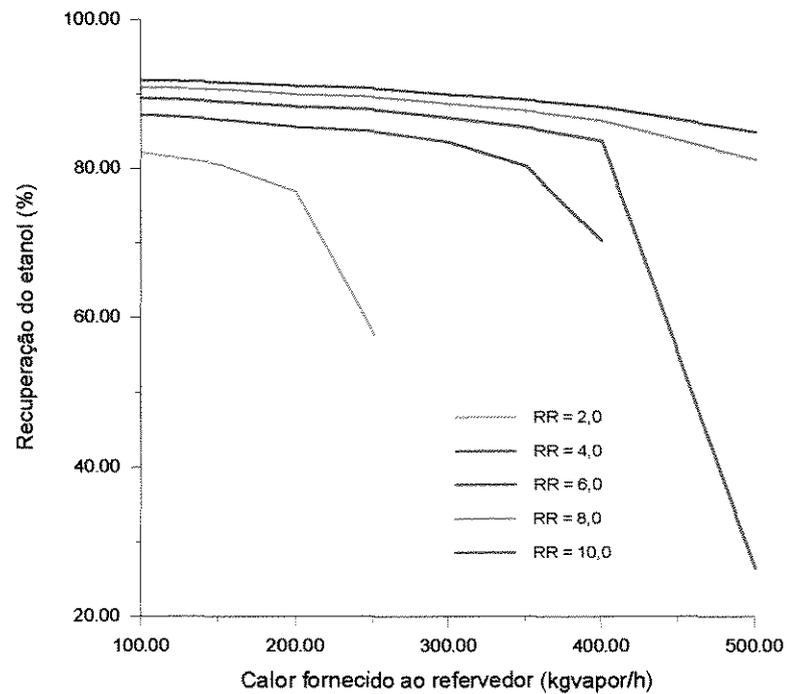


Figura 4.6 - Recuperação do etanol (%) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes razões de refluxo, operando à Solv = 3.000,0 moles/h.

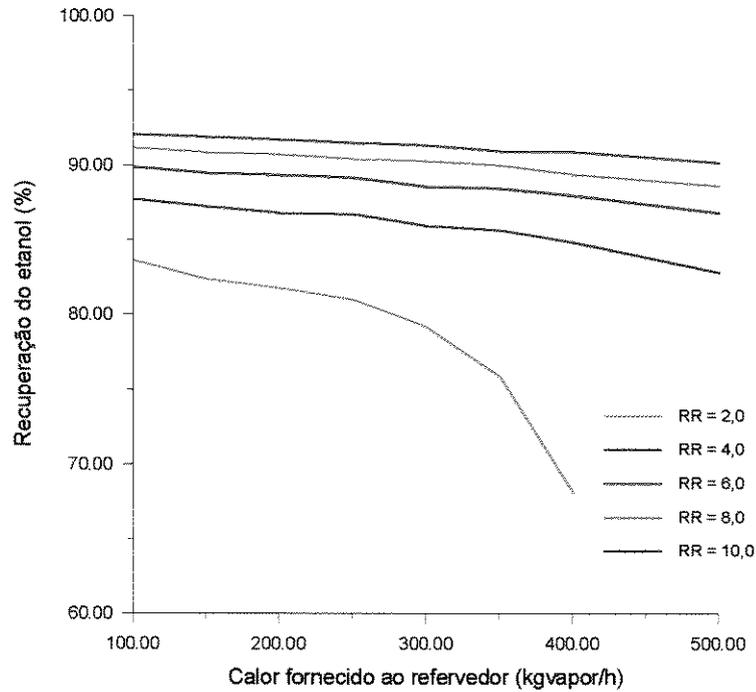


Figura 4.7 - Recuperação do etanol (%) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes razões de refluxo, operando à $Solv = 5.000,0$ moles/h.

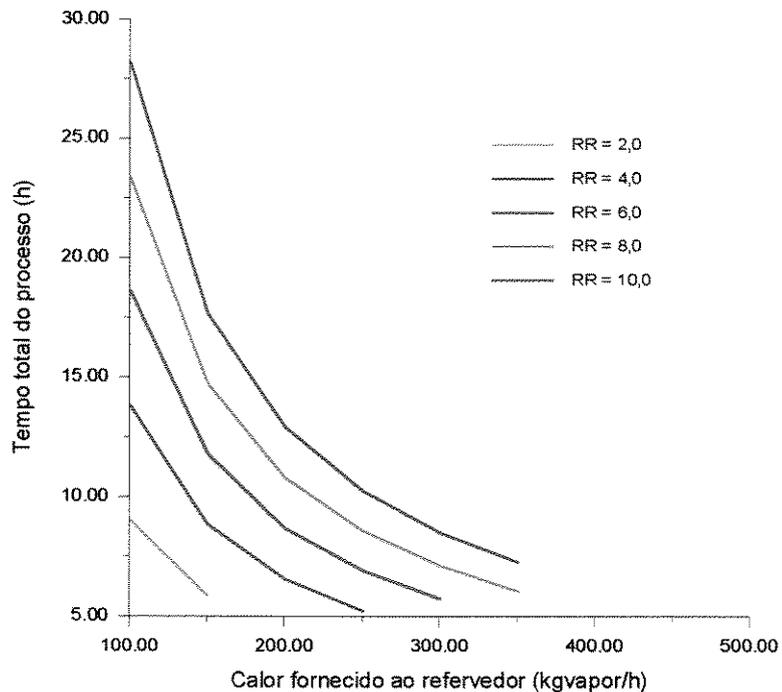


Figura 4.8 - Tempo total (h) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes razões de refluxo, operando à $Solv = 2.000,0$ moles/h.

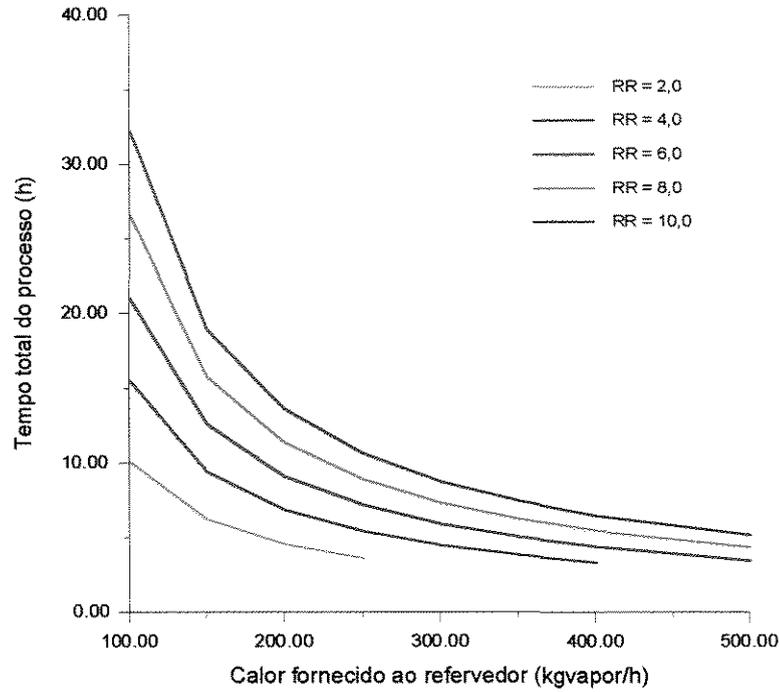


Figura 4.9 - Tempo total (h) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes razões de refluxo, operando à Solv = 3.000,0 moles/h.

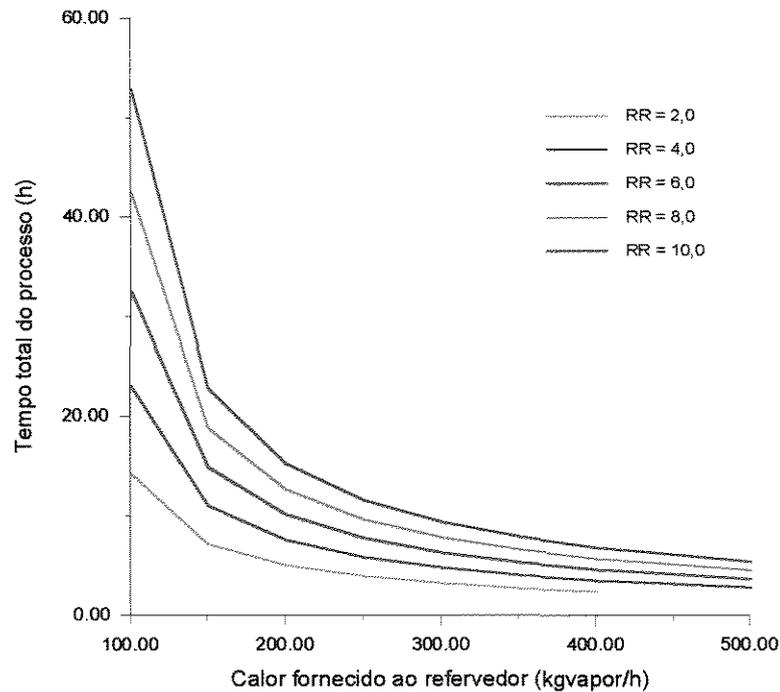


Figura 4.10 - Tempo total (h) em função do calor fornecido ao refeedor para diferentes razões de refluxo, operando à Solv = 5.000,0 moles/h.

4.2.2 - Influência da razão de refluxo (RR)

A razão de refluxo é um parâmetro importante a ser avaliado em processos de destilação. Seu aumento possibilita uma elevação da pureza do componente mais volátil no topo da coluna e diminui as perdas desse componente no primeiro corte fora de especificação, logo a recuperação do etanol aumenta, como pode ser visto nas Figuras 4.11, 4.12 e 4.13. Contudo, também ocasiona aumentos no tempo da batelada devido à menor taxa de destilado; o comportamento do tempo total em função da razão de refluxo pode ser observado através das Figuras 4.14, 4.15 e 4.16, onde cada curva representa um diferente calor fornecido ao refeedor e a taxa de solvente é de 2000, 3000 e 5000 moles/h, respectivamente.

Analisando-se as Figuras 4.11, 4.12 e 4.13, observa-se que o aumento da taxa de introdução de solvente à coluna proporciona condições de realização do processo numa faixa mais ampla de razão de refluxo e também, como comentado anteriormente, possibilita a utilização de maiores calores no refeedor, diminuindo o tempo total.

Pode-se perceber que, para um dado calor fornecido ao refeedor, a diminuição da razão de refluxo atinge um valor limite, a partir do qual ocorrem grandes perdas do produto principal em cortes intermediários e, conseqüentemente, sua recuperação sofre uma queda muito brusca, como mostra por exemplo a curva de $QR = 500 \text{ kgvapor/h}$ da Figura 4.12, há uma enorme queda na recuperação do etanol quando a razão de refluxo passa de 8,0 para 6,0.

Analisando-se o comportamento da Figura 4.15 para a mesma situação exemplificada acima, nota-se apenas um leve decréscimo no tempo do processo. Ou seja, comparando-se as influências dos parâmetros operacionais, a relação custo benefício do processo torna-se indesejável, pois para uma pequena diminuição do tempo do processo e de seus custos operacionais, houve uma grande diminuição da recuperação do etanol, tornando ineficiente o processo de obtenção do etanol puro, neste caso específico.

O tempo total do processo varia linearmente com a razão de refluxo sendo que, para calores do refeedor menores, a inclinação da reta é bem maior, tornando o aumento do tempo muito mais acentuado em relação ao aumento da recuperação do etanol.

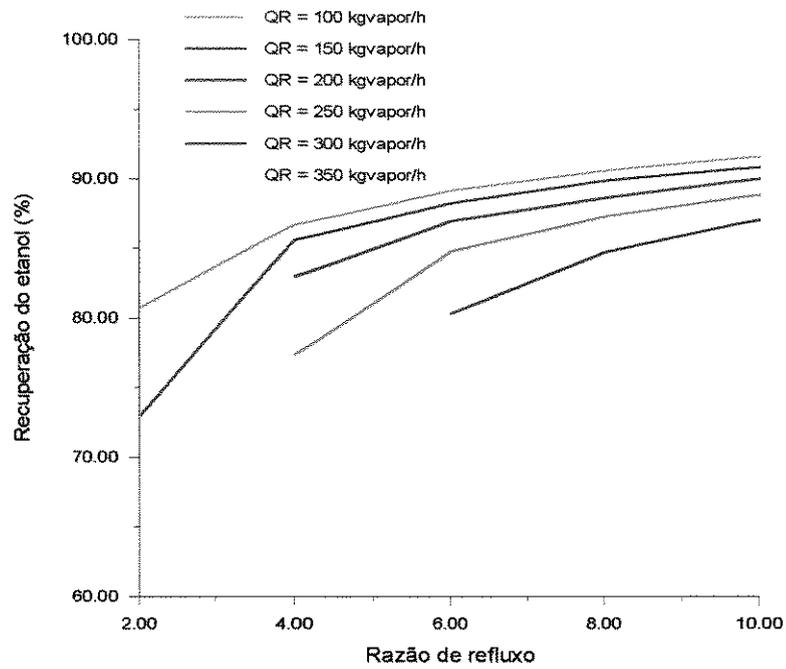


Figura 4.11 - Recuperação do etanol (%) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refeedor, operando à $Solv = 2.000,0$ moles/h.

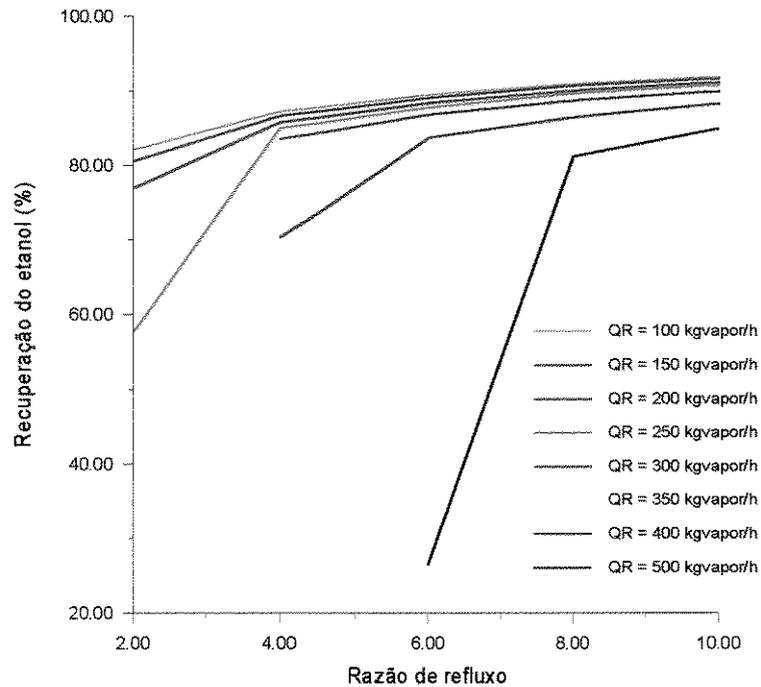


Figura 4.12 - Recuperação do etanol (%) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refeedor, operando à $Solv = 3.000,0$ moles/h.

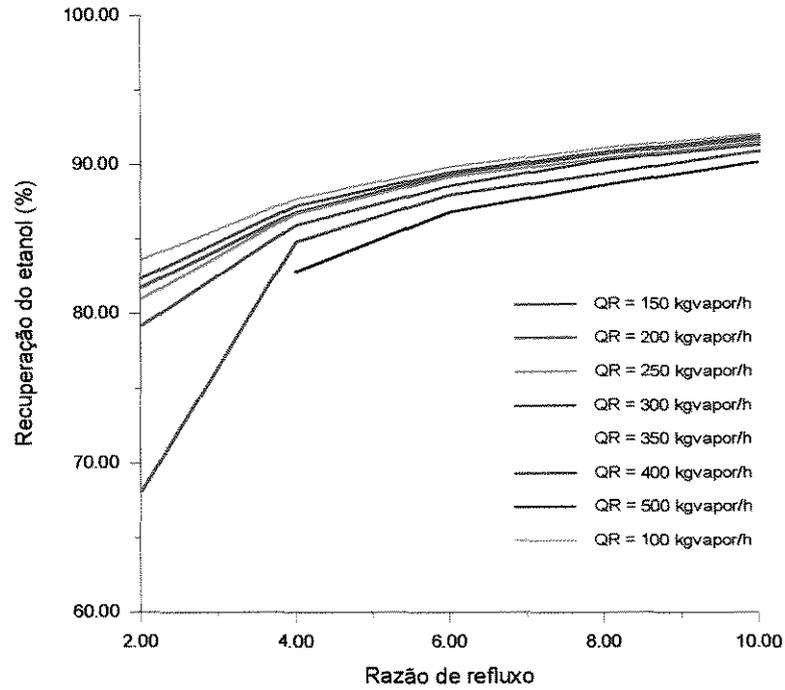


Figura 4.13 - Recuperação do etanol (%) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refeedor, operando à $Solv = 5.000,0$ moles/h.

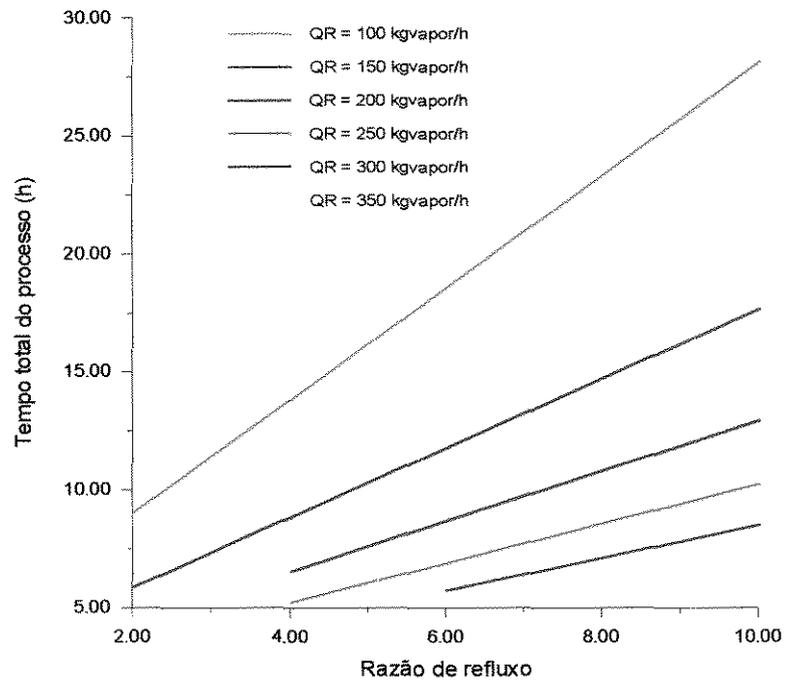


Figura 4.14 - Tempo total (h) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refeedor, operando à $Solv = 2.000,0$ moles/h.

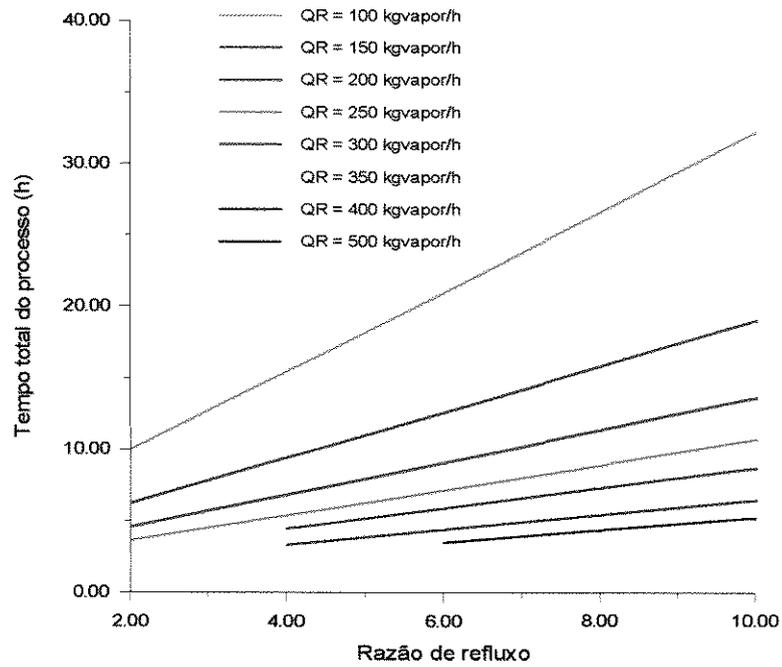


Figura 4.15 - Tempo total (h) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refeedor, operando à $Solv = 3.000,0$ moles/h.

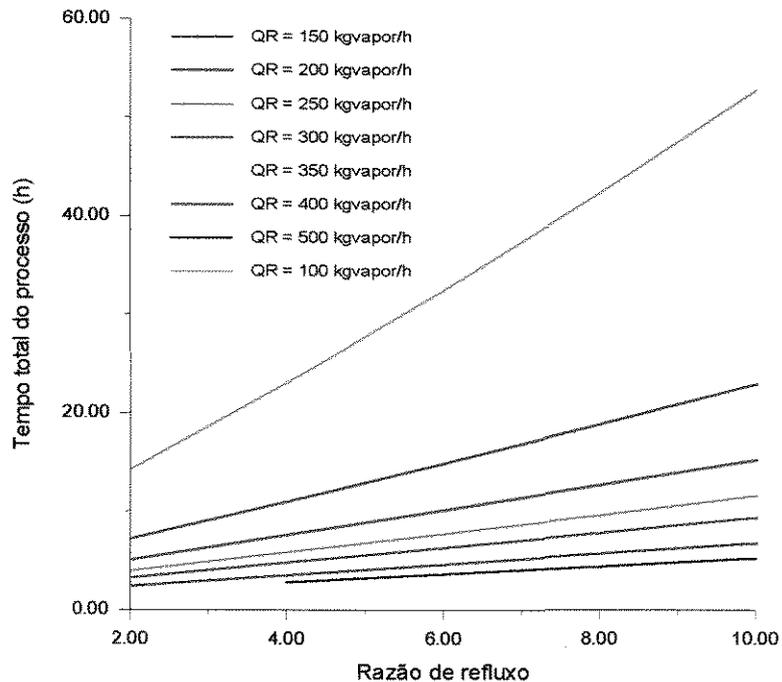


Figura 4.16 - Tempo total (h) em função da razão de refluxo para diferentes calores fornecidos ao refeedor, operando à $Solv = 5.000,0$ moles/h.

4.2.3 - Influência da taxa de introdução de solvente (Solv)

As Tabelas 4.2, 4.3, 4.4, 4.5 e 4.6 apresentam um resumo dos resultados obtidos no estudo sistemático, para uma taxa de introdução de solvente de $Solv = 1000, 2000, 3000, 4000$ e 5000 moles/h, respectivamente. Os resultados a serem analisados são o tempo total do processo (t_t), a recuperação do etanol (Rec), a produtividade do etanol (Prod) e os consumos totais de solvente (QS) e energético (QE).

Na Tabela 4.2, que apresenta os resultados utilizando-se taxa de alimentação de solvente de $1.000,0$ moles/h, não há convergência na maioria dos casos estudados. A utilização de baixas taxas de solvente faz com que o sistema torne-se mais sensível às variações nos outros parâmetros operacionais, de forma que não se consegue separar a mistura inicial com calores acima de $150,0$ kgvapor/h, nem com razões de refluxo baixas, como $2,0$. A quantidade de etilenoglicol torna-se insuficiente para maiores fluxos de líquido e de vapor, os quais são consequência do aumento de calor no refeedor; e à baixas razões de refluxo não se obtém a pureza desejada de etanol no topo da coluna.

Comparando-se as tabelas, pode-se confirmar que o aumento da taxa de solvente na coluna começa a possibilitar a realização do processo numa faixa mais ampla de condições operacionais. Por exemplo, analisando as Tabelas 4.2 e 4.3, onde a taxa de solvente passa de $1.000,0$ para $2.000,0$ moles/h, é notável o aumento das possibilidades físicas de separação da mistura, podendo a coluna operar à diferentes condições operacionais. Esta análise é de fundamental importância, uma vez que se trata de colunas multipropósito.

Aumentando-se ainda mais a taxa de solvente (para $3.000,0$ moles/h), percebe-se que torna-se possível a utilização de altas taxas de calor fornecido ao refeedor, proporcionando grandes reduções no tempo total da batelada, apesar do aumento do calor também ocasionar a diminuição da produtividade do processo.

De maneira geral, o aumento da taxa de introdução de solvente à coluna, para determinado calor no refeedor e razão de refluxo, acarreta em discretos aumentos no tempo

do processo e, conseqüentemente, nos consumos energético e de solvente, apesar de também aumentar a recuperação e a produtividade do produto principal.

No processo de destilação extrativa em batelada os parâmetros operacionais encontram-se muito interligados e provocam influências simultâneas no desempenho do processo. O maior interesse em se escolher um conjunto de parâmetros operacionais adequados à separação desejada é conseguir uma melhor relação custo benefício para o processo, de forma que se possa operar com razoável recuperação de etanol e custos operacionais que não sejam proibitivos devido ao longo tempo necessário para realização do processo e mesmo verificar a possibilidade física do processo.

Em termos do consumo energético total do processo (QE), observa-se que este aumenta com a razão de refluxo e com a diminuição do calor do refeedor, devido ao aumento no tempo total da batelada.

Um resultado muito interessante é obtido com o aumento simultâneo do calor do refeedor e da taxa de solvente. Isto pode ser visto nas 5 tabelas destacado em azul. Para qualquer razão de refluxo, o aumento da quantidade de solvente na coluna associado com o maior fluxo interno possibilita a separação em tempos sucessivamente inferiores, mantendo-se constantes a recuperação e a produtividade do etanol e sem nenhum acréscimo nos custos operacionais do processo.

A escolha das condições operacionais também pode ser feita de maneira a maximizar uma determinada função objetivo, como por exemplo, recuperação máxima de etanol, custo energético mínimo, etc.

A seguir, apresenta-se uma análise das condições operacionais que possibilitam a obtenção de etanol à altíssima pureza (0,9999). Vale salientar que em todos os casos estudados neste capítulo, em que houve possibilidade física de separação, todo o solvente etilenoglicol foi recuperado no final do processo à uma pureza de 0,999.

Tabela 4.2 - Recuperação e produtividade do etanol, tempo total e consumos energético e de solvente, à diferentes razões de refluxo e calor no refeedor, com Solv= 1000,0 moles/h.

RR	QR	t _t (h)	Rec (%)	Prod (moles)	QS (moles)	QE (kgvapor)
2,0	100,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	100,0	12,55	83,16	7.069,0	9.483,0	1.255,0
6,0	100,0	16,83	86,94	7.390,0	13.167,0	1.683,0
8,0	100,0	21,10	88,72	7.541,0	16.817,0	2.110,0
10,0	100,0	25,35	90,02	7.652,0	20.467,0	2.535,0
2,0	150,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	150,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	150,0	11,08	80,11	6.810,0	8.317,0	1.662,0
8,0	150,0	13,85	84,86	7.213,0	10.700,0	2.077,5
10,0	150,0	16,60	87,06	7.400,0	13.050,0	2.490,0
2,0	200,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	200,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	200,0	-----	-----	-----	-----	-----
8,0	200,0	-----	-----	-----	-----	-----
10,0	200,0	-----	-----	-----	-----	-----
2,0	250,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	250,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	250,0	-----	-----	-----	-----	-----
8,0	250,0	-----	-----	-----	-----	-----
10,0	250,0	-----	-----	-----	-----	-----
2,0	300,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	300,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	300,0	-----	-----	-----	-----	-----
8,0	300,0	-----	-----	-----	-----	-----
10,0	300,0	-----	-----	-----	-----	-----
2,0	350,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	350,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	350,0	-----	-----	-----	-----	-----
8,0	350,0	-----	-----	-----	-----	-----
10,0	350,0	-----	-----	-----	-----	-----
2,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
8,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
10,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
2,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
8,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
10,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----

Tabela 4.3 - Recuperação e produtividade do etanol, tempo total e consumos energético e de solvente, à diferentes razões de refluxo e calor no refervedor, com Solv= 2000,0 moles/h.

RR	QR	t _t (h)	Rec (%)	Prod (moles)	QS (moles)	QE (kgvapor)
2,0	100,0	9,05	80,76	6.865,0	13.067,0	905,0
4,0	100,0	13,83	86,73	7.372,0	21.567,0	1.383,0
6,0	100,0	18,60	89,17	7.579,0	29.933,0	1.860,0
8,0	100,0	23,37	90,60	7.700,0	38.300,0	2.373,0
10,0	100,0	28,15	91,62	7.788,0	46.700,0	2.815,0
2,0	150,0	5,87	73,01	6.205,0	7.933,0	880,5
4,0	150,0	8,85	85,60	7.276,0	13.200,0	1.327,5
6,0	150,0	11,80	88,23	7.499,0	18.300,0	1.770,0
8,0	150,0	14,73	89,84	7.636,0	23.367,0	2.209,5
10,0	150,0	17,68	90,85	7.722,0	28.433,0	2.652,0
2,0	200,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	200,0	6,55	82,99	7.054,0	9.467,0	1.310,0
6,0	200,0	8,68	86,94	7.390,0	13.167,0	1.736,0
8,0	200,0	10,82	88,62	7.533,0	16.800,0	2.164,0
10,0	200,0	12,95	90,02	7.652,0	20.466,0	2.590,0
2,0	250,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	250,0	5,22	77,41	6.580,0	7.333,0	1.305,0
6,0	250,0	6,90	84,79	7.207,0	10.267,0	1.725,0
8,0	250,0	8,58	87,26	7.417,0	13.100,0	2.145,0
10,0	250,0	10,25	88,86	7.553,0	15.967,0	2.562,5
2,0	300,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	300,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	300,0	5,73	80,31	6.826,0	8.333,0	1.719,0
8,0	300,0	7,12	84,71	7.200,0	10.700,0	2.136,0
10,0	300,0	8,50	87,06	7.400,0	13.033,0	2.550,0
2,0	350,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	350,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	350,0	-----	-----	-----	-----	-----
8,0	350,0	6,05	69,81	5.933,0	8.067,0	2.117,5
10,0	350,0	7,25	83,20	7.072,0	10.900,0	2.537,5
2,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
8,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
10,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
2,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
8,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
10,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----

Tabela 4.4 - Recuperação e produtividade do etanol, tempo total e consumos energético e de solvente, à diferentes razões de refluxo e calor no refeedor, com Solv= 3000,0 moles/h.

RR	QR	t _t (h)	Rec (%)	Prod (moles)	QS (moles)	QE (kgvapor)
2,0	100,0	10,05	82,17	6.985,0	22.550,0	1.005,0
4,0	100,0	15,50	87,21	7.413,0	37.350,0	1.550,0
6,0	100,0	21,00	89,49	7.606,0	52.150,0	2.100,0
8,0	100,0	26,57	90,91	7.727,0	67.150,0	2.657,0
10,0	100,0	32,18	91,86	7.808,0	82.350,0	3.218,0
2,0	150,0	6,25	80,64	6.854,0	13.050,0	937,5
4,0	150,0	9,43	86,65	7.365,0	21.550,0	1.414,5
6,0	150,0	12,62	89,06	7.570,0	29.900,0	1.893,0
8,0	150,0	15,80	90,68	7.708,0	38.300,0	2.370,0
10,0	150,0	18,98	91,62	7.788,0	46.700,0	2.847,0
2,0	200,0	4,58	76,98	6.543,0	9.150,0	916,0
4,0	200,0	6,85	85,80	7.293,0	15.150,0	1.370,0
6,0	200,0	9,10	88,36	7.511,0	21.000,0	1.820,0
8,0	200,0	11,35	89,96	7.646,0	26.850,0	2.270,0
10,0	200,0	13,60	91,09	7.742,0	32.700,0	2.720,0
2,0	250,0	3,63	57,78	4.911,0	6.450,0	907,5
4,0	250,0	5,42	85,01	7.225,0	11.700,0	1.355,0
6,0	250,0	7,17	87,79	7.462,0	16.200,0	1.792,5
8,0	250,0	8,90	89,60	7.616,0	20.700,0	2.225,0
10,0	250,0	10,65	90,75	7.714,0	25.200,0	2.662,5
2,0	300,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	300,0	4,48	83,50	7.098,0	9.500,0	1.344,0
6,0	300,0	5,92	86,82	7.379,0	13.150,0	1.776,0
8,0	300,0	7,33	88,72	7.541,0	16.800,0	2.199,0
10,0	300,0	8,75	89,94	7.645,0	20.450,0	2.625,0
2,0	350,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	350,0	3,83	80,27	6.823,0	7.950,0	1.340,5
6,0	350,0	5,03	85,47	7.265,0	11.050,0	1.760,5
8,0	350,0	6,25	87,76	7.460,0	14.150,0	2.187,5
10,0	350,0	7,45	89,24	7.585,0	17.250,0	2.607,5
2,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	400,0	3,33	70,39	5.983,0	6.600,0	1.332,0
6,0	400,0	4,40	83,71	7.115,0	9.550,0	1.760,0
8,0	400,0	5,43	86,47	7.350,0	12.200,0	2.172,0
10,0	400,0	6,48	88,27	7.503,0	14.850,0	2.592,0
2,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
6,0	500,0	3,43	26,48	2.250,0	4.000,0	1.715,0
8,0	500,0	4,33	81,23	6.905,0	9.450,0	2.165,0
10,0	500,0	5,17	84,91	7.217,0	11.600,0	2.585,0

Tabela 4.5 - Recuperação e produtividade do etanol, tempo total e consumos energético e de solvente, à diferentes razões de refluxo e calor no refeedor, com Solv= 4000,0 moles/h.

RR	QR	t _t (h)	Rec (%)	Prod (moles)	QS (moles)	QE (kgvapor)
2,0	100,0	11,63	82,65	7.025,0	35.667,0	1.163,0
4,0	100,0	18,05	87,31	7.421,0	59.800,0	1.805,0
6,0	100,0	24,77	89,62	7.618,0	84.666,0	2.477,0
8,0	100,0	31,70	91,04	7.738,0	110.334,0	3.170,0
10,0	100,0	38,82	91,95	7.815,0	136.667,0	3.882,0
2,0	150,0	6,67	81,81	6.954,0	19.066,0	1.000,5
4,0	150,0	10,13	87,08	7.402,0	31.533,0	1.519,5
6,0	150,0	13,62	89,50	7.607,0	43.933,0	2.043,0
8,0	150,0	17,12	90,84	7.721,0	56.400,0	2.568,0
10,0	150,0	20,65	91,78	7.800,0	69.000,0	3.097,5
2,0	200,0	4,80	80,52	6.844,0	13.067,0	960,0
4,0	200,0	7,18	86,58	7.359,0	21.533,0	1.436,0
6,0	200,0	9,58	89,17	7.579,0	29.933,0	1.916,0
8,0	200,0	11,97	90,52	7.694,0	38.267,0	2.394,0
10,0	200,0	14,35	91,56	7.782,0	46.667,0	2.870,0
2,0	250,0	3,73	78,84	6.701,0	9.933,0	932,5
4,0	250,0	5,62	86,10	7.318,0	16.400,0	1.405,0
6,0	250,0	7,43	88,76	7.544,0	22.733,0	1.857,5
8,0	250,0	9,25	90,21	7.668,0	29.000,0	2.312,5
10,0	250,0	11,07	91,28	7.758,0	35.333,0	2.767,5
2,0	300,0	3,13	73,01	6.205,0	7.933,0	939,0
4,0	300,0	4,62	85,60	7.276,0	13.200,0	1.386,0
6,0	300,0	6,10	88,05	7.484,0	18.267,0	1.830,0
8,0	300,0	7,57	89,97	7.648,0	23.400,0	2.271,0
10,0	300,0	9,03	90,96	7.732,0	28.467,0	2.709,0
2,0	350,0	2,62	23,99	2.039,0	4.400,0	917,0
4,0	350,0	3,93	84,59	7.190,0	11.066,0	1.375,5
6,0	350,0	5,17	87,72	7.456,0	15.333,0	1.809,5
8,0	350,0	6,40	89,18	7.580,0	19.533,0	2.240,0
10,0	350,0	7,63	90,37	7.682,0	23.800,0	2.670,5
2,0	400,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	400,0	3,42	82,65	7.025,0	9.467,0	1.368,0
6,0	400,0	4,48	86,69	7.369,0	13.133,0	1.792,0
8,0	400,0	5,55	88,62	7.533,0	16.800,0	2.220,0
10,0	400,0	6,62	89,86	7.638,0	20.466,0	2.648,0
2,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	500,0	2,73	76,97	6.543,0	7.333,0	1.365,0
6,0	500,0	3,58	84,48	7.180,0	10.267,0	1.790,0
8,0	500,0	4,42	87,26	7.417,0	13.133,0	2.210,0
10,0	500,0	5,25	88,65	7.535,0	15.933,0	2.625,0

Tabela 4.6 - Recuperação e produtividade do etanol, tempo total e consumos energético e de solvente, à diferentes razões de refluxo e calor no refervedor, com Solv= 5000,0 moles/h.

RR	QR	t _t (h)	Rec (%)	Prod (moles)	QS (moles)	QE (kgvapor)
2,0	100,0	14,30	83,61	7.107,0	56.166,0	1.430,0
4,0	100,0	23,08	87,71	7.455,0	97.417,0	2.308,0
6,0	100,0	32,48	89,85	7.637,0	142.167,0	3.248,0
8,0	100,0	42,42	91,18	7.750,0	190.000,0	4.242,0
10,0	100,0	52,78	92,09	7.828,0	240.417,0	5.278,0
2,0	150,0	7,20	82,40	7.004,0	26.417,0	1.080,0
4,0	150,0	11,02	87,24	7.415,0	43.833,0	1.653,0
6,0	150,0	14,92	89,47	7.605,0	61.417,0	2.238,0
8,0	150,0	18,87	90,86	7.723,0	79.333,0	2.830,5
10,0	150,0	22,88	91,91	7.813,0	97.583,0	3.432,0
2,0	200,0	5,03	81,76	6.950,0	17.500,0	1.006,0
4,0	200,0	7,57	86,82	7.379,0	28.833,0	1.514,0
6,0	200,0	10,12	89,37	7.597,0	40.167,0	2.024,0
8,0	200,0	12,68	90,75	7.714,0	51.500,0	2.536,0
10,0	200,0	15,25	91,73	7.797,0	62.917,0	3.050,0
2,0	250,0	3,92	81,00	6.885,0	13.083,0	980,0
4,0	250,0	5,83	86,73	7.372,0	21.583,0	1.475,5
6,0	250,0	7,73	89,17	7.579,0	29.916,0	1.932,5
8,0	250,0	9,65	90,44	7.687,0	38.250,0	2.412,5
10,0	250,0	11,56	91,49	7.776,0	46.667,0	2.890,0
2,0	300,0	3,23	79,19	6.731,0	10.417,0	969,0
4,0	300,0	4,77	85,94	7.304,0	17.167,0	1.431,0
6,0	300,0	6,28	88,59	7.530,0	23.833,0	1.884,0
8,0	300,0	7,82	90,29	7.674,0	30.500,0	2.346,0
10,0	300,0	9,35	91,32	7.762,0	37.167,0	2.805,0
2,0	350,0	2,75	75,83	6.446,0	8.667,0	962,5
4,0	350,0	4,03	85,67	7.282,0	14.333,0	1.410,5
6,0	350,0	5,30	88,43	7.517,0	19.833,0	1.855,0
8,0	350,0	6,58	89,98	7.648,0	25.333,0	2.303,0
10,0	350,0	7,85	90,94	7.730,0	30.833,0	2.747,5
2,0	400,0	2,38	68,10	5.788,0	7.250,0	952,0
4,0	400,0	3,50	84,82	7.209,0	12.250,0	1.400,0
6,0	400,0	4,60	87,98	7.478,0	17.000,0	1.840,0
8,0	400,0	5,68	89,40	7.599,0	21.667,0	2.272,0
10,0	400,0	6,78	90,89	7.726,0	26.417,0	2.712,0
2,0	500,0	-----	-----	-----	-----	-----
4,0	500,0	2,78	82,82	7.040,0	9.500,0	1.390,0
6,0	500,0	3,65	86,82	7.379,0	13.167,0	1.825,0
8,0	500,0	4,50	88,62	7.533,0	16.833,0	2.250,0
10,0	500,0	5,35	90,17	7.665,0	20.500,0	2.675,0

4.2.4 – Influência da composição inicial da mistura

Foi realizada uma análise da influência da composição inicial da mistura a ser separada no desempenho do processo de destilação extrativa em batelada. Considerou-se três casos: mistura rica em etanol, mistura equimolar e mistura rica em água. A coluna opera com as mesmas condições operacionais em todos os casos.

A Tabela 4.7 apresenta os resultados obtidos nas simulações do processo variando a composição inicial do etanol em 0,85; 0,50 e 0,20, considerando a taxa de introdução de etilenoglicol de 3.000,0 moles/h, o calor fornecido ao refeedor de 300,0 kgvapor/h e a razão de refluxo de 6,0.

Observa-se que o tempo necessário para realização do processo é praticamente constante, pois independente da concentração inicial da mistura no refeedor, o produto principal etanol começa a vaporizar rapidamente por ser o mais volátil, logo a coluna leva praticamente o mesmo tempo para atingir o estado estacionário em todos os casos, esse tempo foi em torno de 0,95h. Vale salientar que ao chegar no estado estacionário, no topo da coluna a mistura se encontra no ponto azeotrópico e a partir desse momento começa a se introduzir solvente na coluna. Como o tempo do processo não sofre grandes alterações, o consumo energético total também é praticamente constante.

Tabela 4.7 - Comparação do desempenho do processo para misturas de diferentes composições iniciais, com: Solv = 3.000,0 moles/h, QR = 300,0 kgvapor/h e RR = 6,0.

Composição Inicial do Etanol	t_t (h)	Rec (%)	Prod (moles)	QS (moles)	QE (kgvapor/h)
0,85	5,92	86,82	7.379,00	13.150,00	1.776,00
0,50	5,95	74,54	3.727,00	7.400,00	1.785,00
0,20	5,85	32,82	656,00	2.500,00	1.755,00

Onde: Solv - Taxa de solvente introduzida a coluna (moles/h), QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h), RR - Razão de refluxo, t_t - tempo total da batelada (h), Rec - Recuperação do etanol a 99,9% de pureza (%), Prod - Produtividade do etanol a 99,9% de pureza (moles), QS - Consumo total de solvente (moles), QE - Consumo energético total (Kgvapor).

Depois que se realiza o corte do etanol na composição de 0,999, cessa-se a introdução do solvente etilenoglicol na coluna. O consumo total de solvente diminui com o aumento da composição da água na carga inicial, pois há menos etanol para ser removido da coluna.

Como a coluna opera com as mesmas condições operacionais nos três casos, o primeiro corte no destilado ocorre no mesmo tempo para todos os casos e perde-se a mesma quantidade de etanol neste corte, que é fora de especificação. Quando a mistura inicial é rica em água, essa quantidade de etanol que se perde no primeiro corte representa uma grande percentagem da quantidade total de etanol presente na mistura, por isso a recuperação do etanol na composição desejada de 0,999 diminui.

A influência da composição inicial da mistura também foi estudada utilizando-se maiores fluxos de introdução de solvente à coluna. De acordo com o estudo sistemático, o aumento no fluxo de solvente proporciona melhores recuperações do etanol, o que pode ser confirmado através da Tabela 4.8.

Pode-se observar que houve um aumento na recuperação do etanol, principalmente no caso em que a composição inicial do etanol é de 0,20, ou seja, uma mistura rica em água, o que leva a crer na possibilidade de otimização das condições operacionais, visando uma maior recuperação para o caso da separação de misturas diluídas de etanol.

Tabela 4.8 - Comparação do desempenho do processo para misturas de diferentes composições iniciais, com: $Solv = 5.000,0$ moles/h, $QR = 300,0$ kgvapor/h e $RR = 6,0$.

Composição Inicial do Etanol	t_t (h)	Rec (%)	Prod (moles)	QS (moles)	QE (kgvapor/h)
0,85	6,28	88,59	7.530,00	23.833,00	1.884,00
0,50	6,15	77,91	3.895,00	13.417,00	1.845,00
0,20	5,95	42,84	857,00	4.667,00	1.785,00

Onde: $Solv$ - Taxa de solvente introduzida a coluna (moles/h), QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h), RR - Razão de refluxo, t_t - tempo total da batelada (h), Rec - Recuperação do etanol a 99,9% de pureza (%), $Prod$ - Produtividade do etanol a 99,9% de pureza (moles), QS - Consumo total de solvente (moles), QE - Consumo energético total (Kgvapor).

Além da otimização das condições operacionais do processo para possibilitar o aumento da recuperação do etanol, pode-se tentar diminuir as perdas do etanol que ocorrem no primeiro corte fora de especificação. Para evitar a saída do etanol da coluna no primeiro corte, aumentou-se a razão de refluxo nesse corte.

A Tabela 4.9 mostra os resultados das simulações obtidos na separação da mistura contendo 20% de etanol, considerando a razão de refluxo de 100,0 no primeiro corte fora de especificação e de 6,0 nos outros cortes.

Tabela 4.9 - Comparação do desempenho do processo para uma mistura rica em água, para diferentes taxas de introdução de solvente, com $QR = 300,0$ kgvapor/h e $RR = 6,0$.

Solv (moles/h)	t_t (h)	Rec (%)	Prod (moles)	QS (moles)	QE (kgvapor/h)
3.000,0	6,38	73,48	1.470,00	4.050,00	1.914,00
5.000,0	6,40	73,00	1.460,00	6.833,00	1.920,00

Onde: Solv - Taxa de solvente introduzida a coluna (moles/h), QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h), RR - Razão de refluxo, t_t - tempo total da batelada (h), Rec - Recuperação do etanol a 99,9% de pureza (%), Prod - Produtividade do etanol a 99,9% de pureza (moles), QS - Consumo total de solvente (moles), QE - Consumo energético total (Kgvapor).

Observa-se que há um significativo aumento na recuperação do etanol. O acréscimo no tempo total do processo e, conseqüentemente, no consumo total de solvente, se deve ao aumento da razão de refluxo no primeiro corte.

O estudo da otimização das condições operacionais do processo, juntamente com a estratégia de diminuição das perdas do etanol no corte fora de especificação, fornece possibilidades de separação de misturas diluídas de etanol através do processo de destilação extrativa em batelada, com uma considerável recuperação do produto principal a 99,9% de pureza.

4.3 - OBTENÇÃO DE ETANOL À 99,99% DE PUREZA

Em todas as simulações realizadas objetivando a obtenção do etanol a altíssima pureza (99,99%) considerou-se a coluna com 30 estágios, carga inicial de 10.000,0 moles/h à composição de 85% em etanol. O “holdup” líquido do condensador e de cada prato é de respectivamente 1% e 0,1% da carga inicial; o solvente etilenoglicol à temperatura ambiente foi introduzido no estágio 28, contando-se a partir do fundo da coluna.

De acordo com Cirne et al. (1997), a obtenção dessa elevada pureza é obtida apenas com certos conjuntos de condições operacionais que favoreçam ao aumento da concentração de etanol no topo da coluna e que possam impossibilitar a vaporização da água, mesmo que em pequenas quantidades.

As Tabelas 4.10, 4.11 e 4.12 exemplificam alguns conjuntos de condições operacionais que possibilitam a obtenção de etanol à 0,9999 e mostram que consegue-se reduzir consideravelmente o tempo total do processo. As tabelas apresentam também o tempo de CPU necessário para simular cada caso.

Tabela 4.10 - Condições operacionais: Solv = 4.000,0 moles/h, RR = 4,0 e QR = 350,0 kgvapor/h.

Rec (%)	88,06
QS (moles)	10.933,3
t_t (h)	3,633
CPU (min)	13,16

Tabela 4.11 - Condições operacionais: Solv = 3.000,0 moles/h, RR = 6,0 e QR = 250,0 kgvapor/h.

Rec (%)	89,97
QS (moles)	16.300,0
t_t (h)	6,850
CPU (min)	17,42

Tabela 4.12 - Condições operacionais: Solv = 1.000,0 moles/h, RR = 6,0 e QR = 100,0 kgvapor/h.

Rec (%)	90,97
QS (moles)	13.200,0
t_i (h)	16,450
CPU (min)	15,94

Algumas simulações foram realizadas utilizando-se diferentes valores de calor fornecido ao refeedor. Na Figura 4.17, apresentam-se os resultados de recuperação de etanol obtidos nessas simulações, para taxa de introdução de solvente de 2.000,0 e 3.000,0 moles/h. A razão de refluxo foi mantida fixa em 6,0 em todos os casos.

Deve-se observar que a recuperação do etanol praticamente não sofre alterações com o aumento na taxa de solvente, porém com taxas maiores consegue-se convergência com uma faixa de calor fornecido ao refeedor mais ampla. A partir de um determinado ponto, o aumento do calor impossibilita a separação da mistura (curva azul) ou provoca uma brusca queda na recuperação do etanol (curva vermelha).

De acordo com análises feitas no estudo sistemático, o tempo de operação e o consumo total de solvente diminuem com o aumento do calor do refeedor; esse comportamento pode ser confirmado na Figura 4.18.

Nos casos estudados para obtenção de etanol à 0,9999, os parâmetros taxa de solvente e calor do refeedor não provocam grandes influências na recuperação do produto principal etanol, apesar de seus efeitos serem percebidos no tempo do processo e consumo total de solvente, como mostra a Figura 4.19.

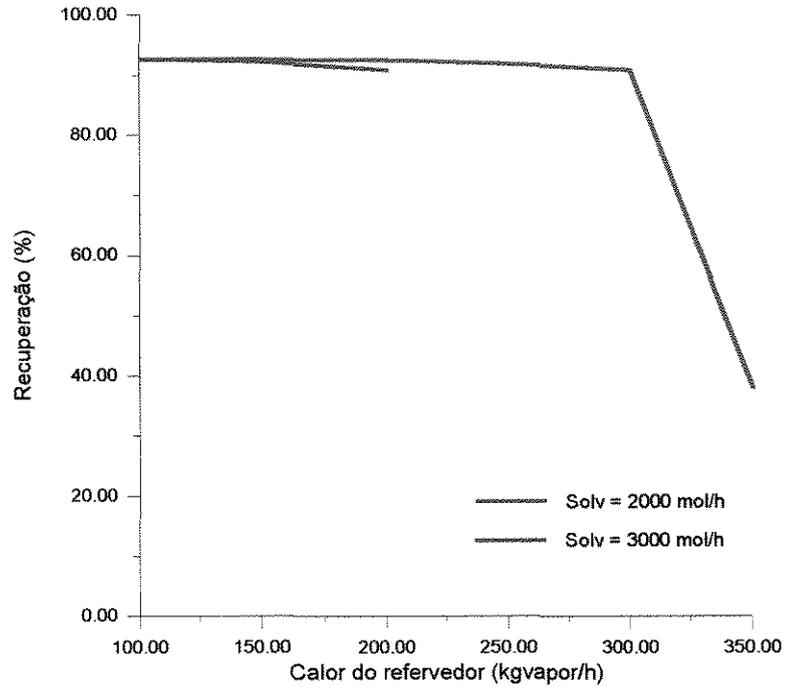


Figura 4.17 - Recuperação do etanol em função do calor fornecido ao refeedor, para RR = 6,0 e Solv = 2.000,0 e 3.000,0 moles/h.

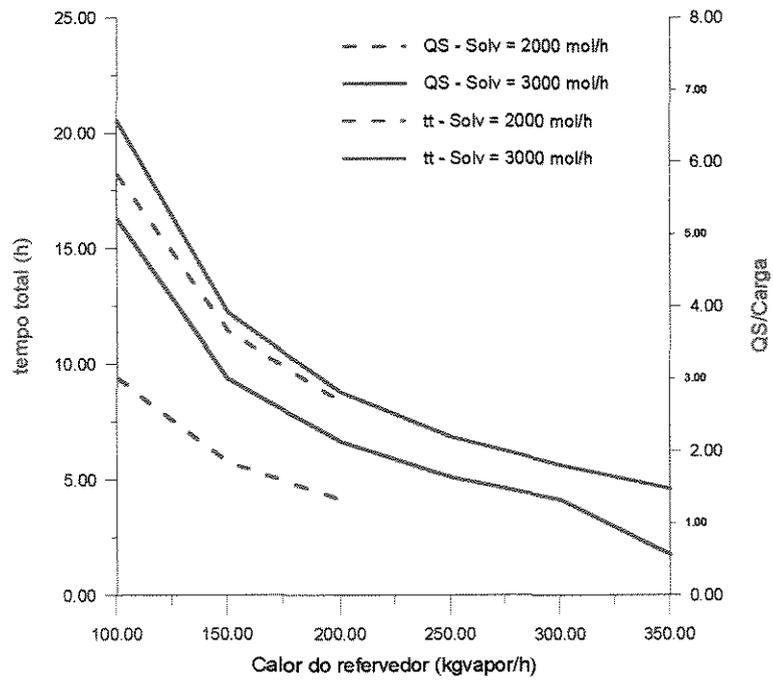


Figura 4.18 - Tempo total e consumo de solvente em função do calor fornecido ao refeedor, para RR = 6,0 e Solv = 2.000,0 e 3.000,0 moles/h.

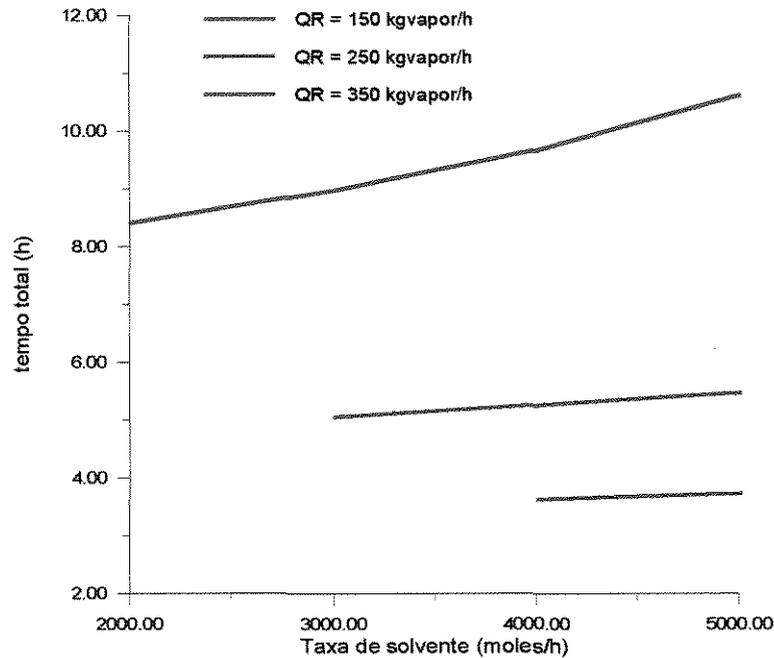


Figura 4.19 - Tempo total em função da taxa de introdução de solvente, para $RR = 4,0$ e diferentes calores fornecidos ao refeedor.

Na Figura 4.19, pode-se observar que o aumento da taxa de introdução de solvente provoca o aumento no tempo total do processo e, conseqüentemente, nos custos operacionais, principalmente nos casos em que o calor fornecido ao refeedor é baixo, pois a taxa de vaporização da mistura a ser separada torna-se menor.

A operação da coluna a maiores razões de refluxo proporciona o aumento da concentração do etanol no topo e, dessa forma, consegue-se aumentar sua recuperação, como pode ser analisado através das Tabelas 4.13 e 4.14.

Tabela 4.13 - Recuperação de etanol (%), tempo total (h) e consumo de solvente (moles), para $Solv = 2.000,0$ moles/h e $QR = 150,0$ kgvapor/h.

RR	Rec (%)	t_t (h)	QS (moles)
2,0	-----	-----	-----
3,0	83,78	6,88	10.200,0
4,0	89,97	8,42	13.200,0
6,0	92,28	11,41	18.400,0

Tabela 4.14 - Recuperação de etanol (%), tempo total (h) e consumo de solvente (moles), para $Solv = 4.000,0$ moles/h e $QR = 350,0$ kgvapor/h.

RR	Rec (%)	t_t (h)	QS (moles)
2,0	-----	-----	-----
3,0	88,06	3,63	10.933,3
4,0	91,92	4,90	15.400,0
6,0	93,14	6,15	19.733,4

O comportamento das composições acumuladas do destilado para os três componentes da mistura, etanol(1), água (2) e etilenoglicol(3) em função do tempo é apresentado na Figura 4.20, considerando-se a taxa de solvente 4.000,0 moles/h, o calor do refeedor de 350,0 kgvapor/h e a razão de refluxo 4,0.

Como no início do processo a coluna trabalha à razão de refluxo total, a composição do destilado é nula. Em seguida, a composição do etanol, componente mais volátil, sobe bruscamente atingindo o valor especificado de 0,9999; nesta etapa ocorre a obtenção do etanol puro. O término desse corte pode ser percebido quando a composição da água no destilado começa a aumentar, e conseqüentemente a do etanol cai. O solvente etilenoglicol, por ser o mais pesado, não é perceptível no destilado.

O comportamento da temperatura em função do tempo para esta simulação é descrito na Figura 4.21. A temperatura do estágio de alimentação do solvente, representada pela curva azul, no início, sofre uma pequena elevação no momento em que se inicia a introdução do etilenoglicol na coluna. Em seguida, a temperatura se estabiliza, pois o solvente está sendo introduzido a uma temperatura mais baixa que a do perfil de temperatura da coluna, e essa introdução contínua não permite que a temperatura desse estágio suba; ao cessar-se a introdução do solvente observa-se que a temperatura sobe bruscamente. O efeito da alimentação contínua de solvente também é percebido na temperatura do topo da coluna. A temperatura do fundo da coluna (curva vermelha), onde se adiciona calor, vai aumentando com o tempo. Com a retirada da introdução de solvente esse aumento gradativo torna-se mais acentuado.

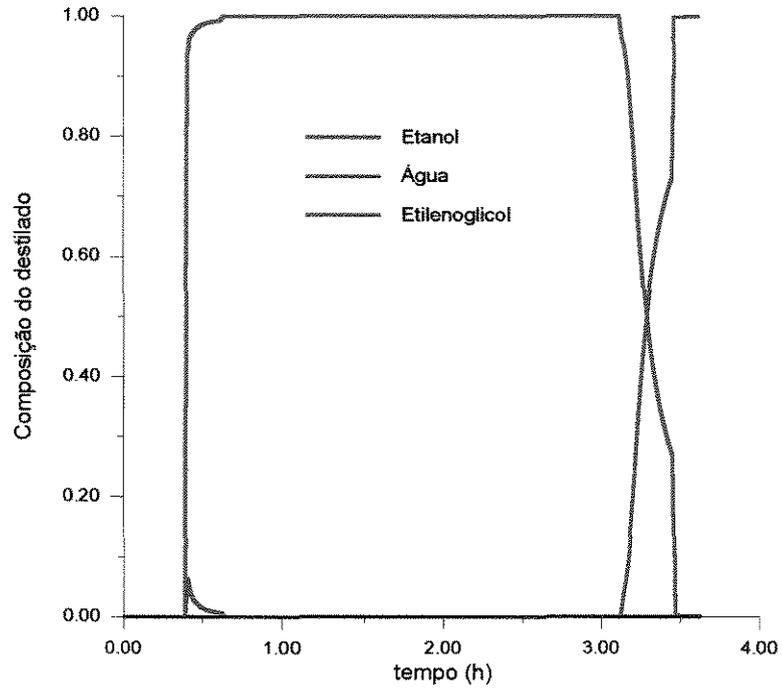


Figura 4.20 - Composição do destilado em função do tempo, para Solv = 4.000,0 moles/h, RR = 4,0 e QR = 350,0 kgvapor/h

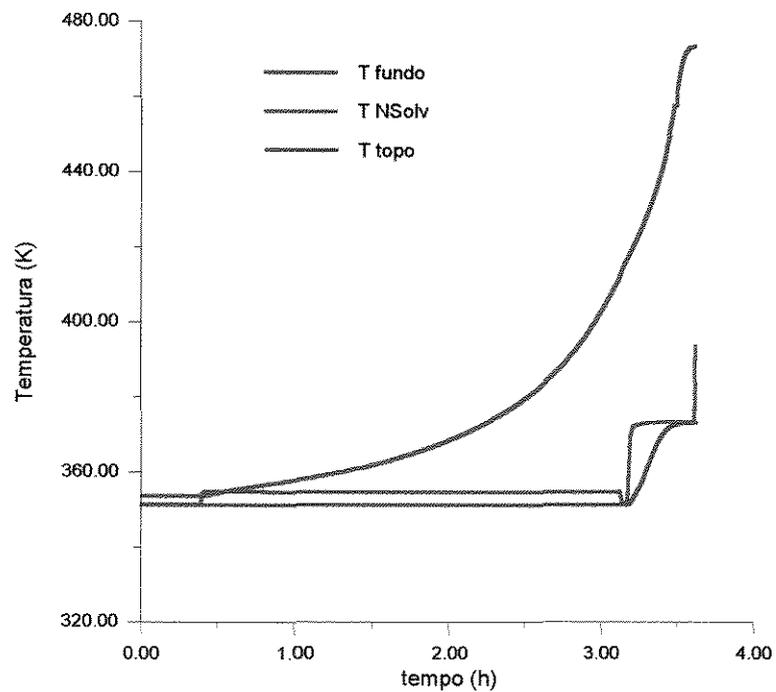


Figura 4.21 - Temperatura em função do tempo, para Solv = 4.000,0 moles/h, RR = 4,0 e QR = 350,0 kgvapor/h

4.4 - CONCLUSÕES

A separação da mistura etanol / água / etilenoglicol através de uma coluna de destilação extrativa em batelada foi analisada através de um estudo sistemático, onde foram variadas alguns parâmetros operacionais relevantes ao processo.

O aumento do calor fornecido ao refeedor faz diminuir a recuperação do produto principal, porém, diminui também o tempo total do processo e seus custos energéticos e de solvente. O aumento da taxa de introdução de solvente favorece o desempenho do processo, aumentando a recuperação do etanol e possibilita a utilização de calores do refeedor mais altos com uma ampla faixa de razão de refluxo, o que proporciona grandes diminuições no tempo total da batelada.

Etanol com a alta pureza de 99,99% pode ser obtido com a coluna operando a determinadas condições operacionais que favoreçam o aumento da concentração de etanol no topo da coluna e impossibilitem a vaporização da água, que é o componente intermediário.

Parâmetros como razão de refluxo, calor fornecido ao refeedor e taxa de introdução de solvente podem ser otimizados de forma a possibilitar uma razoável recuperação do produto principal com custos operacionais não proibitivos.

CAPÍTULO 5

MISTURA CLASSE 2: ACETONA / N-HEPTANO / TOLUENO

5.1 – INTRODUÇÃO

Os resultados obtidos nas simulações da separação da mistura acetona / n-heptano, utilizando-se o tolueno como solvente são mostrados no presente capítulo. Esse é um sistema classe 2, onde o solvente possui temperatura de ebulição apenas ligeiramente superior que a do componente intermediário. As estratégias de operação da coluna para esse tipo de sistema, que já foram descritas anteriormente no Capítulo 3, são aqui comentadas e comparadas, analisando-se as vantagens de cada uma em relação ao tempo total do processo, à quantidade total de solvente necessária para realizar a separação e à recuperação do produto principal bem como do solvente.

5.2 – ESTRATÉGIA A

Na estratégia de operação A, a mistura a ser separada é inicialmente colocada no refeedor. Depois de atingido o estado estacionário, inicia-se a introdução do solvente possibilitando a separação do produto principal acetona, que será retirado no destilado. A batelada continua objetivando recuperar o solvente, porém nessa estratégia, apenas uma parte do tolueno é obtida no fundo da coluna com o término do processo.

Os resultados que serão mostrados a seguir são provenientes de simulações realizadas considerando-se a coluna com 30 estágios numerados do fundo para o topo, carga inicial de 10.000,0 moles à uma composição de 90% de acetona, já próxima do azeótropo. O “holdup” do condensador foi de 2,5% da carga inicial, o tolueno foi introduzido na coluna à temperatura ambiente e a composição especificada de acetona foi de 99,9% em todos os casos apresentados neste capítulo. Na Tabela 5.1 apresenta-se um resumo sobre a mistura acetona / n-heptano / tolueno e as condições operacionais que foram constantes em todas as simulações.

Tabela 5.1 - Condições operacionais e características do sistema acetona / n-heptano / tolueno.

Sistema	Acetona / n-heptano
Composição do binário azeotrópico	0,935 / 0,065
Temperatura do azeótropo	55,85 °C
Carga inicial	10.000,0 moles
Composição da carga inicial	0,900 / 0,100
Solvente	Tolueno
Temperatura do solvente	25 °C
“Holdup” líquido no condensador	250 moles
“Holdup” líquido em cada prato	25 moles
Número de estágios da coluna	30
Composição especificada de acetona	0,999

Inicialmente, as simulações foram realizadas considerando-se a taxa de alimentação contínua de tolueno na ordem de 1.000,0 moles/h. Parâmetros como razão de refluxo, calor fornecido ao refeedor e estágio de introdução do solvente foram exaustivamente variados para uma melhor análise do comportamento do processo. A Tabela 5.2 mostra alguns dos resultados que foram obtidos nas simulações realizadas.

Como o aumento da razão de refluxo proporciona um acréscimo no tempo necessário para a realização do processo, devido a uma menor taxa de destilado, ocorre um consequente aumento no consumo total do solvente tolueno, porém observa-se melhorias na recuperação do produto desejado, acetona a uma composição de 0,999. Utilizando-se razões de refluxo muito baixas, como é o caso de $RR = 2,0$, não se obtém convergência trabalhando-se com baixas taxas de alimentação de tolueno na coluna, como 1.000,0 moles/h. Como será visto mais adiante, taxas mais elevadas de introdução de tolueno possibilitam o uso de menores razões de refluxo; logo as bateladas podem ocorrer mais rapidamente.

O tempo total da batelada também diminui em função do aumento do calor fornecido ao refeedor (QR), devido ao aumento na taxa de vaporização da carga. Porém, aumentando-se ainda mais o QR, o n-heptano, componente intermediário, também começa a subir juntamente com a acetona, impossibilitando a separação da mistura original, e as simulações não convergem, como mostra a Tabela 5.2.

Tabela 5.2 - Dados de recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes calores fornecidos ao refeedor e diferentes razões de refluxo, considerando-se a taxa de introdução de solvente, $Solv = 1.000,0$ moles/h e o prato de introdução do solvente, $NSolv = 25$.

QR(kgvapor/h) RR	80			100			150		
	Rec	t _t	QS	Rec	t _t	QS	Rec	t _t	QS
2,0	---	---	---	---	---	---	---	---	---
6,0	83,18	22,70	12.233,00	67,78	16,55	9.450,00	---	---	---
10,0	85,71	35,53	19.283,00	79,98	26,02	15.050,00	---	---	---

Onde: QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)

RR - Razão de refluxo

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

Ainda, utilizando-se a mesma taxa de introdução de solvente de 1.000,0 moles/h, foram realizadas várias simulações, variando-se o estágio no qual é feita essa introdução. A Figura 5.1 apresenta o comportamento do tempo total da batelada, do consumo de solvente e da recuperação da acetona em função do estágio de introdução do tolueno, para um calor fornecido ao refeedor de 100,0 kgvapor/h e razão de refluxo de 10,0.

Nessas condições operacionais, houve convergência introduzindo-se o solvente entre os pratos 22 a 26, fora dessa faixa não foi possível a realização do processo. Em estágios superiores ao 26, o tolueno, que possui ponto de ebulição apenas levemente superior ao do componente intermediário, é arrastado até o topo da coluna e sai pelo destilado. Em estágios

inferiores ao 22, o tolueno não proporciona a alteração do equilíbrio líquido vapor em todos os pratos da coluna e a mistura acetona / n-heptano não é separada.

Observa-se que tanto o tempo total da batelada quanto o consumo total de solvente não sofrem alterações significativas, permanecendo praticamente constantes. Em relação à taxa de recuperação do produto principal, acetona, quanto mais próximo do topo da coluna é feita a alimentação contínua do tolueno, maior é essa taxa, pois nesses casos o solvente torna-se presente em toda a coluna, alterando o equilíbrio líquido vapor, e dessa forma, separa a mistura original. As melhores taxas de recuperação da acetona ocorrem trabalhando-se com a introdução do tolueno nos pratos 25 e 26.

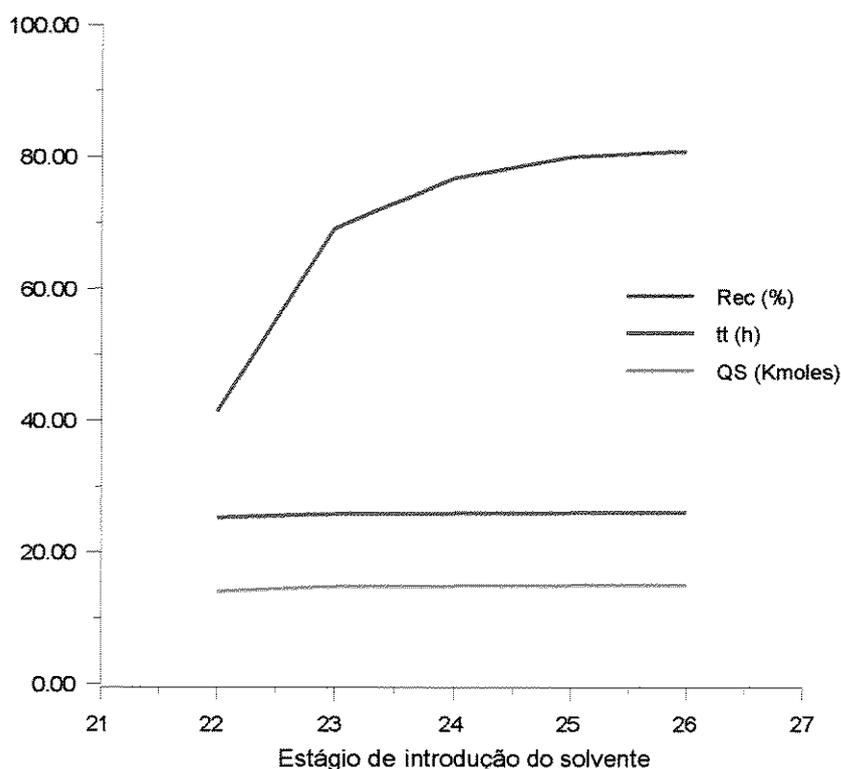


Figura 5.1 - Recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (kmoles) e tempo total da batelada (h) para diferentes estágios de introdução do solvente, com $Solv = 1000,0$ moles/h, $QR = 100,0$ kgvapor/h e $RR = 10,0$.

É importante salientar que a faixa de estágios onde pode-se introduzir o tolueno irá depender das condições operacionais que estão sendo utilizadas na coluna.

Foram feitas algumas simulações aumentando-se a taxa de introdução do solvente na coluna para 2.000,0 moles/h; esse aumento possibilita a utilização de menores razões de refluxo e/ou maiores calores fornecidos ao refeedor. A Tabela 5.3 apresentada a seguir, mostra os resultados para esses casos.

Tabela 5.3 - Dados de recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes calores fornecidos ao refeedor e diferentes razões de refluxo, considerando-se a taxa de introdução de solvente, $Solv = 2.000,0$ moles/h e o prato de introdução do solvente, $NSolv = 25$.

QR(kgvapor/h)	100			200			250		
	Rec	t_t	QS	Rec	t_t	QS	Rec	t_t	QS
2,0	76,88	8,85	8.533,00	---	---	---	---	---	---
6,0	84,98	22,68	20.433,00	67,45	8,35	9.433,00	---	---	---
10,0	87,24	35,33	32.300,00	79,99	13,10	15.066,00	---	---	---

Onde: QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)

RR - Razão de refluxo

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

A utilização de maiores taxas de introdução do solvente permite um acréscimo na taxa de calor fornecido ao refeedor, que irá ocasionar um aumento nas correntes de vapor e de líquido na coluna. O aumento dessas correntes associado a uma maior quantidade de tolueno presente na coluna favorece na separação e o processo ocorre em menos tempo e com menor consumo total de solvente. Percebe-se a existência de um calor máximo a ser fornecido ao refeedor, a partir do qual a separação torna-se impossível por acarretar a vaporização do componente intermediário.

Já para calores menores, como por exemplo 100,0 kgvapor/h, apresentado na Tabela 5.3, apesar de fornecer melhores recuperações da acetona, provoca tempos e consumos totais de solventes exageradamente grandes, o que nos leva a crer que o aumento da taxa de introdução do solvente, mantendo-se baixos calores, causa um “inundamento” de solvente na

coluna e esse solvente em excesso não melhora o processo de destilação, apenas vai se acumulando no fundo da coluna.

A Tabela 5.4 mostra dados de recuperação de acetona, consumo de solvente e tempo de batelada para diferentes condições operacionais, chamadas de condição operacional 1, 2 e 3. É interessante comparar que para uma dada razão de refluxo a recuperação da acetona e o consumo de solvente permanecem praticamente constante; enquanto que o tempo total da batelada diminui à medida que se aumenta a introdução de solvente associado ao aumento no calor adicionado ao refeedor.

Tabela 5.4 - Dados de recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes condições operacionais de calores fornecidos ao refeedor e taxa de introdução de solvente, em todos os casos o solvente foi introduzido no estágio NSolv = 25.

Condições RR	1) Solv = 1.000,0 e QR = 100,0			2) Solv = 2.000,0 e QR = 200,0			3) Solv = 3.000,0 e QR = 300,0		
	Rec	t _t	QS	Rec	t _t	QS	Rec	t _t	QS
2,0	---	---	---	---	---	---	---	---	---
6,0	67,78	16,55	9.450,00	67,45	8,35	9.433,00	67,44	5,62	9.450,00
10,0	79,98	26,02	15.050,00	79,99	13,10	15.066,00	79,78	8,78	15.050,00

Onde: QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)

RR - Razão de refluxo

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

Solv - Taxa de solvente introduzida a coluna (moles/h)

Comparando-se os tempos de batelada entre as condições 1, 2 e 3, tem-se que o t_{t1} (tempo da batelada para a condição operacional 1) é aproximadamente o dobro do t_{t2}, e o triplo do t_{t3}. Como nesse conjunto de condições operacionais os outros resultados mantiveram-se constantes, inclusive o consumo energético total do refeedor, percebe-se a existência de uma correlação entre a taxa de introdução do solvente, o calor a ser fornecido ao refeedor e o tempo total do processo.

A Figura 5.2 descreve o comportamento das composições acumuladas do destilado para os três componentes da mistura, acetona (1), n-heptano (2) e tolueno (3) em função do tempo, para uma taxa de introdução de solvente de 2.000,0 moles/h, calor adicionado ao refulvedor de 200,0 kgvapor/h, razão de refluxo de 6,0 e solvente introduzido no vigésimo quinto estágio.

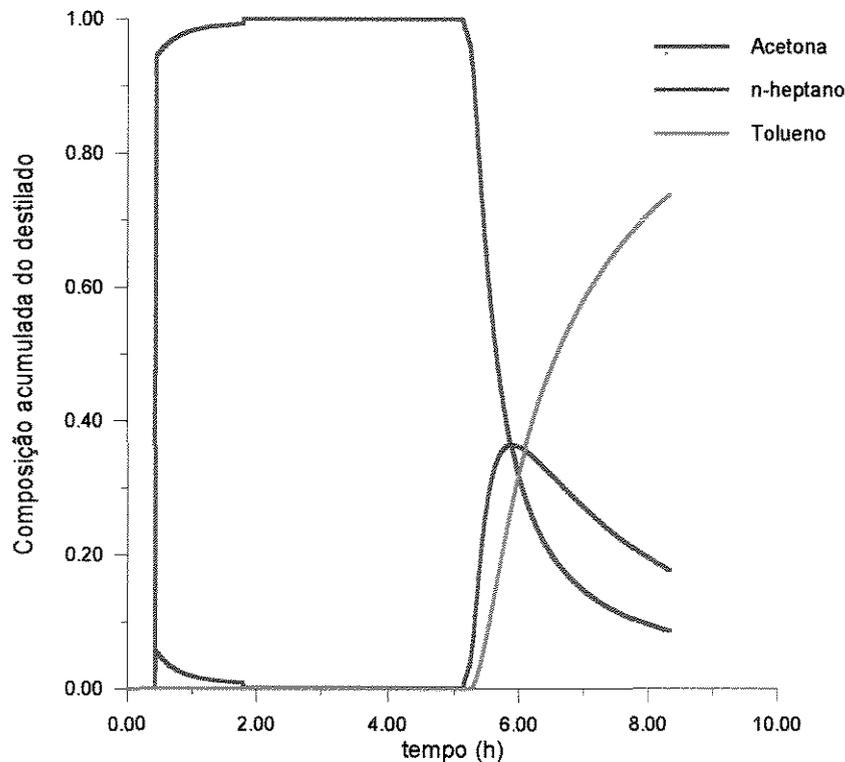


Figura 5.2 - Composição acumulada do destilado em função do tempo, com $Solv = 2.000,0$ moles/h, $QR = 200,0$ kgvapor/h, $RR = 6,0$ e $NSolv = 25$, utilizando-se a estratégia A.

No início do processo, as composições acumuladas dos três componentes no destilado são nulas pois o sistema ainda não atingiu o estado estacionário, conseqüentemente trabalha à refluxo total. Após esses instantes iniciais, observa-se uma elevação brusca na curva da acetona, componente mais volátil, chegando à composição especificada de 0,999. Nesse período em que se obtém a acetona no topo, como produto principal do processo, praticamente não há n-heptano nem tolueno no destilado.

No ponto em que o perfil do n-heptano começa a subir, a composição da acetona no destilado começa a diminuir, saindo da especificação desejada e tem-se o início de um corte fora de especificação. Através do comportamento da curva do tolueno na Figura 5.2, percebe-se que sua composição no destilado também começa a aumentar, fato este que significa perdas do solvente no topo da coluna.

Foi verificado, em todas as simulações realizadas com a estratégia de operação A, a ocorrência de perdas do produto principal acetona e do solvente tolueno em cortes fora de especificação. Como exemplo, na simulação descrita na Figura 5.2 a recuperação da acetona foi de 67,45 % e a do tolueno apenas 54,39 %.

Como mencionado anteriormente no Capítulo 3, item 3.6.2, uma nova estratégia de operação foi desenvolvida objetivando a diminuição dessas perdas, a estratégia B. A seguir serão apresentados os resultados obtidos com essa nova estratégia, como também um estudo comparativo entre as duas estratégias, A e B.

5.3 – ESTRATÉGIA B

A estratégia B consiste no aumento da razão de refluxo e/ou na diminuição da taxa de calor fornecida ao refeedor nos cortes fora de especificação, o que provoca um decréscimo no fluxo do destilado. Dessa forma, evita-se que a acetona e o tolueno deixem a coluna sem atingir a pureza especificada. Para permitir a retirada dos produtos desejados, a coluna volta a operar à baixa razão de refluxo nos cortes principais.

Na Figura 5.3 apresenta-se o comportamento da composição acumulada do destilado em função do tempo, para as mesmas condições operacionais utilizadas na Figura 5.2, porém com a estratégia B, que irá considerar a razão de refluxo do primeiro corte fora de especificação de 100,0 e nos outros cortes de 6,0. A acetona segue o mesmo comportamento que o apresentado na Figura 5.2, porém observa-se que a curva do tolueno não mais fornece valores tão elevados como no caso anterior. Nesse caso, a recuperação da acetona foi de 92,28 % e a do tolueno de 96,28 %. Os dados que serão mostrados a seguir confirmam esse aumento nas recuperações do produto e do solvente.

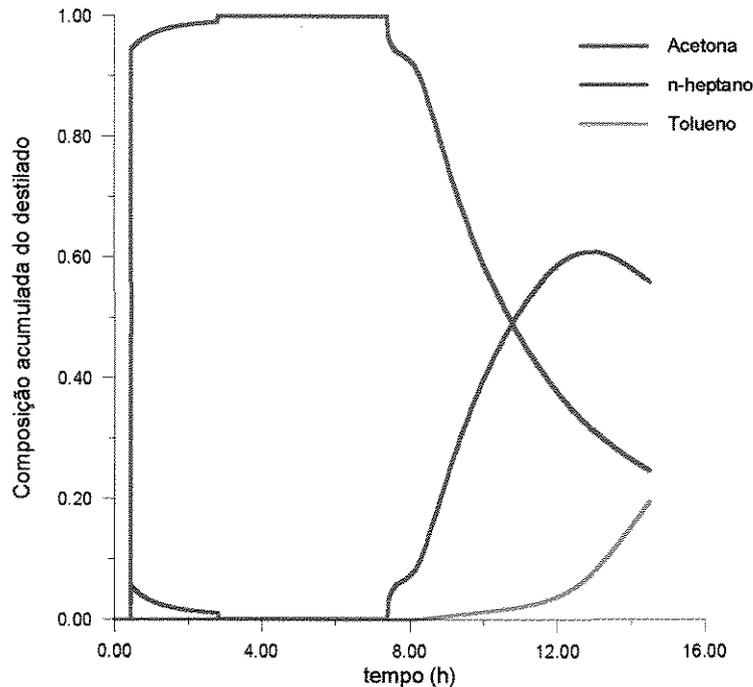


Figura 5.3 - Composição acumulada do destilado em função do tempo, com $Solv = 2.000,0$ moles/h, $QR = 200,0$ kgvapor/h e $NSolv = 25$, utilizando a estratégia B.

Na destilação extrativa em batelada dessa classe de mistura, inicialmente tem-se um primeiro corte (C1) que é fora de especificação. O segundo corte (C2) é aquele em que se obtém a acetona dentro das especificações desejadas; já o terceiro corte (C3) também é fora de especificação. Para essa mistura, não foi possível realizar a separação do componente intermediário, n-heptano, por isso a coluna não chegou a atingir o quarto corte em nenhum dos casos simulados. No final do processo obtém-se tolueno à composição de 0,999 no fundo da coluna.

De acordo com o item 3.6.2 do Capítulo 3, no corte C1 houve perdas do produto principal acetona. No corte fora de especificação C3, parte do tolueno foi perdida juntamente com o componente intermediário n-heptano, devido à proximidade dos seus pontos de ebulição. Na tentativa de diminuir essas perdas, as condições operacionais nesses cortes fora de especificação foram alteradas, originando a estratégia B. A seguir apresenta-se um estudo comparativo entre as duas estratégias de operação.

Vale salientar que os resultados obtidos com a estratégia B seguem o mesmo comportamento já descrito anteriormente para a estratégia A, no que diz respeito às variações na razão de refluxo, no calor fornecido ao refeedor e na taxa de alimentação de solvente.

5.3.1 - Estudo comparativo entre as estratégias A e B

5.3.1.1 - Recuperação da Acetona

As Figuras 5.4 e 5.5 mostram resultados obtidos a partir de uma série de simulações onde manteve-se constantes os seguintes parâmetros: $Solv = 2.000,0$ moles/h, $QR = 200,0$ kgvapor/h, $NSolv = 25$, para diferentes razões de refluxo. As referidas Figuras apresentam o comportamento da recuperação da acetona, do tempo total para realização da batelada e da quantidade total de tolueno utilizada no processo em função da razão de refluxo.

No caso da estratégia A, a coluna opera com a mesma razão de refluxo em todos os cortes. Já na estratégia B utilizou-se uma razão de refluxo de 100,0 no corte C1, sendo os outros cortes mantidos a baixas razões de refluxo, iguais aos da estratégia A.

A nova estratégia de operação proporciona melhores recuperações da acetona, inclusive possibilita a convergência do programa para razões de refluxo menores, o que não ocorre na estratégia A, apesar de que a recuperação foi muito baixa nesses casos. Essa melhoria na recuperação da acetona está intimamente ligada com o aumento do tempo e do consumo total de solvente, como pode ser visto na Figura 5.5, provocado exatamente pelas modificações sofridas no corte C1.

Tempos de batelada muito longos e uma maior quantidade total de solvente, associado a um aumento no consumo energético total podem tornar o processo proibitivo, visando diminuir o tempo total do processo e ainda manter alta a recuperação da acetona, trabalhou-se com uma variação da estratégia B, que aqui será chamada de B*, onde no corte C1, o aumento dado na razão de refluxo não foi tão exageradamente grande como o da estratégia B. Em B*, o corte C1 trabalha com razão de refluxo de 20,0, enquanto que em B de 100,0. As Figuras 5.6 e 5.7 comparam essa variação da estratégia B.

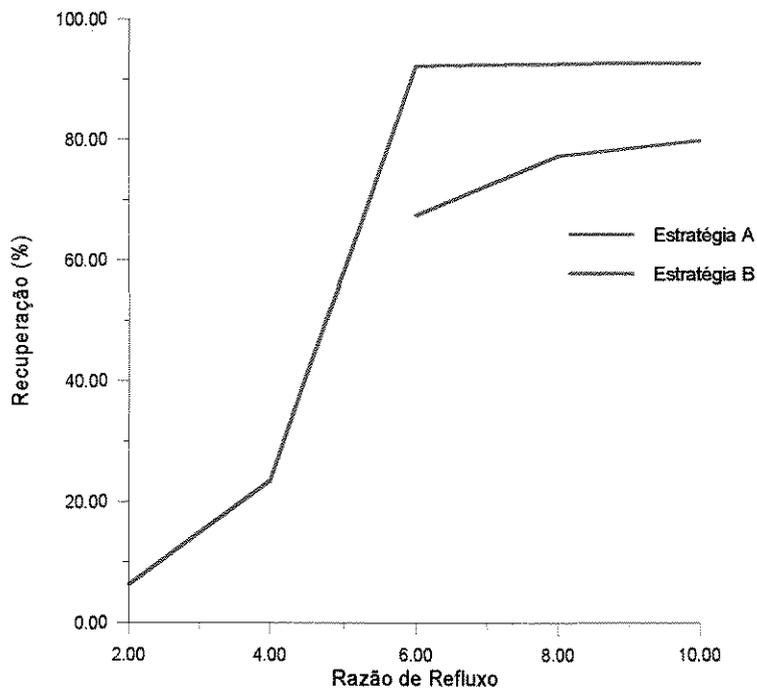


Figura 5.4 - Recuperação de Acetona em função da razão de refluxo para as estratégias A e B.

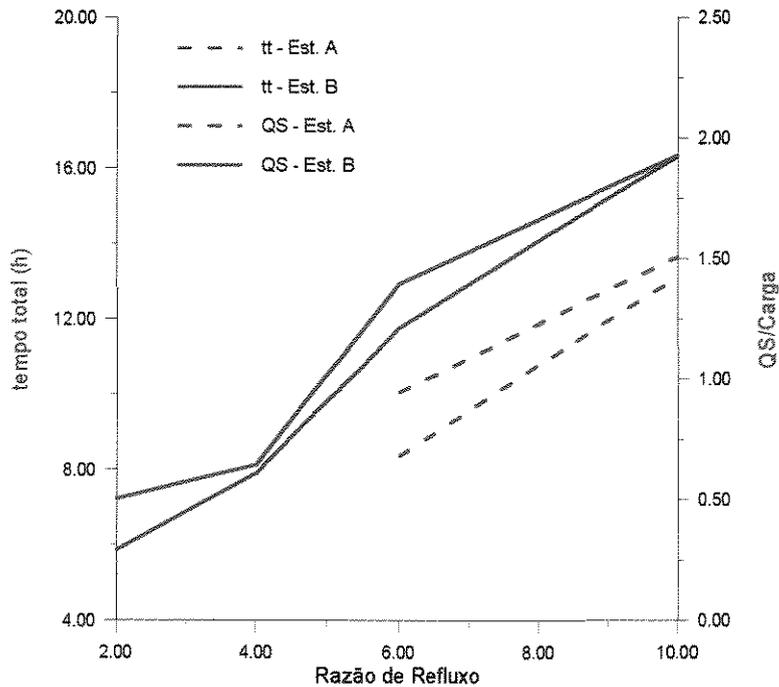


Figura 5.5 - Tempo total e quantidade de solvente em função da razão de refluxo para as estratégias A e B.

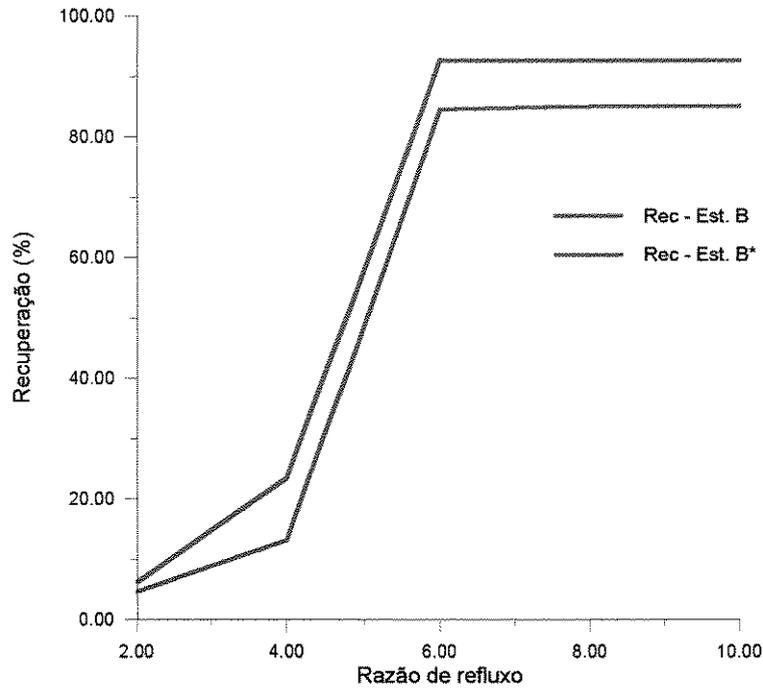


Figura 5.6 - Recuperação de Acetona em função da razão de refluxo para as estratégias B e B*.

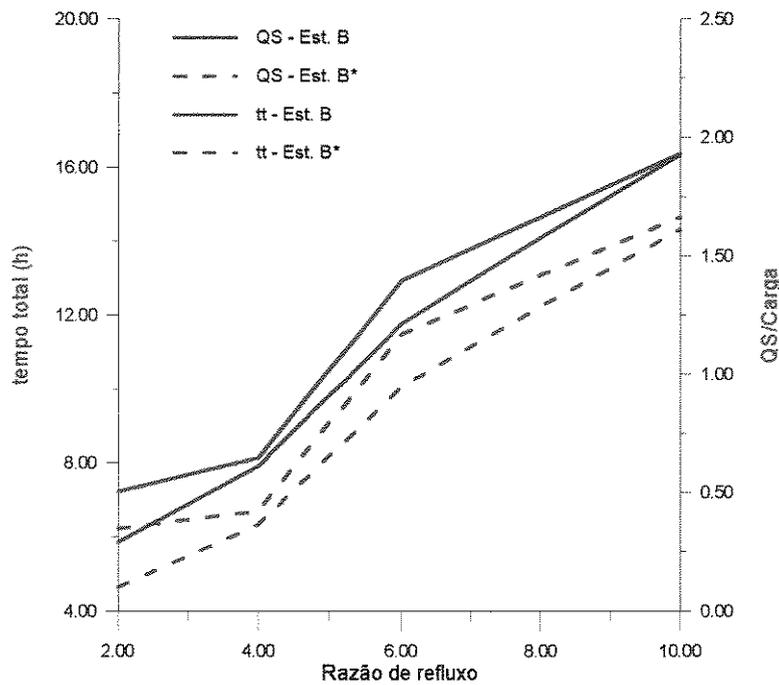


Figura 5.7 - Tempo total e quantidade de solvente em função da razão de refluxo para as estratégias B e B*.

Como pode ser analisado nas Figuras 5.6 e 5.7 ocorre uma diminuição do tempo total da batelada quando utiliza-se a estratégia B*, apesar de também diminuir a recuperação da acetona. A escolha das condições operacionais deve ser realizada levando-se em consideração todos esses parâmetros. A prioridade para a maior recuperação do produto principal ou o menor tempo do processo e, portanto, menores custos irá depender da necessidade de cada situação.

A Tabela a seguir compara as três estratégias operacionais. Deve-se observar que comparando-se as estratégias A e B*, a recuperação em B* foi 25% maior que em A e o tempo foi aproximadamente 20 %. No caso de B* e B, o aumento na recuperação em B foi de apenas 9% em relação a B* para um tempo 17% superior. É provável que em muitas situações seja preferível trabalhar com a estratégia B* por fornecer um aumento da recuperação em relação ao aumento do tempo mais vantajoso.

Tabela 5.5 - Dados de recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (moles) e tempo total da batelada (h), para as estratégias A, B e B*, com $Solv = 2.000,0$ moles/h, $RR = 6,0$, $QR = 200,0$ kgvapor/h e $NSolv = 25$.

Estratégia	Rec (%)	t_t (h)	QS (moles)
A	67,45	8,35	9.433,00
B*	84,56	10,05	11.667,00
B	92,28	11,75	13.933,00

Onde: QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)

RR - Razão de refluxo

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

Solv - Taxa de solvente introduzida a coluna (moles/h)

NSolv - Estágio de introdução do solvente

5.3.1.2 - Recuperação de Tolueno

A estratégia B também é utilizada para aumentar a recuperação do solvente tolueno. Nesse caso, alteram-se as condições operacionais do corte C3, que é onde ocorrem as perdas do tolueno juntamente com o componente intermediário n-heptano.

A Tabela 5.6 apresenta dados de recuperação do tolueno, tempo total e quantidade de solvente para as estratégias A, B e B*, o corte C3 foi realizado à razões de refluxo de 6,0, 100,0 e 50,0, respectivamente. Vale salientar que as estratégias B e B* tiveram também o corte C1 realizado à RR = 100,0, ou seja, evitam-se perdas tanto da acetona como do tolueno.

Tabela 5.6: Recuperação do tolueno (%), tempo total da batelada (h) e consumo total de solvente (moles) para as estratégias A, B e B*, com Solv = 2.000,0 moles/h, RR = 6,0, QR = 200,0 kgvapor/h, NSolv = 25.

Estratégia	Rec (%)	t _t (h)	QS (moles)
A	54,45	8,35	9.433,00
B*	96,28	14,50	13.933,00
B	97,22	20,38	13.933,00

Onde: QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)

RR - Razão de refluxo

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

Solv - Taxa de solvente introduzida a coluna (moles/h)

NSolv - Estágio de introdução do solvente

Os dados de recuperação do tolueno apresentados na Tabela acima mostram, mais uma vez, que a estratégia B* fornece uma melhor relação de custo benefício entre a diminuição das perdas do solvente e o aumento do tempo necessário para realização do processo. Ou seja, a estratégia B deve ser bem analisada para proporcionar melhorias na recuperação do produto principal e do solvente, contudo, sem tornar-se proibitiva devido aos acréscimos exagerados no tempo do processo e, conseqüentemente, no consumo energético.

A seguir, apresenta-se uma análise de três casos simulados com a estratégia B, à diferentes condições operacionais, onde os cortes sofrem alterações tanto na razão de refluxo, como no calor fornecido ao refeedor. Em todos esses casos o solvente é alimentado no estágio 25 à uma taxa de 2.000,0 moles/h. Os casos foram nomeados de caso 1, 2 e 3 e a Tabela 5.7 apresenta seus dados de recuperações da acetona e do tolueno, tempo total do processo e quantidade de solvente usada.

CASO 1) C1 → RR = 100,0 e QR = 200,0 kgvapor/h
 C2 → RR = 4,0 e QR = 200,0 kgvapor/h
 C3 → RR = 100,0 e QR = 200,0 kgvapor/h

CASO 2) C1 → RR = 100,0 e QR = 200,0 kgvapor/h
 C2 → RR = 4,0 e QR = 150,0 kgvapor/h
 C3 → RR = 100,0 e QR = 200,0 kgvapor/h

CASO 3) C1 → RR = 100,0 e QR = 200,0 kgvapor/h
 C2 → RR = 4,0 e QR = 150,0 kgvapor/h
 C3 → RR = 50,0 e QR = 200,0 kgvapor/h

Onde: C1 - primeiro corte, fora de especificação, provoca perdas da acetona
 C2 - segundo corte, obtenção da acetona na composição especificada
 C3 - terceiro corte, fora de especificação, provoca perdas do tolueno

Tabela 5.7 - Dados de recuperação da acetona e do tolueno (%), tempo total do processo (h) e quantidade de solvente usada (moles) para os casos 1, 2 e 3.

CASO	Rec Acet. (%)	Rec Tol. (%)	t_t (h)	QS (moles)
1	23,53	91,58	64,77	6.433,00
2	93,28	97,15	19,63	13.733,00
3	93,28	96,07	14,15	13.733,00

Onde: Rec Acet. - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

Rec Tol. - Recuperação do Tolueno à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

O caso 1 apresenta uma baixa recuperação de acetona, pois as condições operacionais utilizadas no corte C2 fizeram com que a composição do produto acumulado rapidamente atingisse valores inferiores ao especificado. Por isso, uma boa parte da acetona permaneceu na coluna e foi perdida no corte fora de especificação C3, e não no C1 como ocorre na maioria das situações da estratégia A. Como esse corte C3 usava uma razão de refluxo muito alta, ou seja a taxa de destilado era muito pequena, a presença da acetona na coluna dificultou na obtenção do tolueno à 0,999 no retervedor, provocando assim, um enorme aumento no tempo do processo.

No caso 2 o corte C2 operou com uma menor quantidade de calor fornecida ao retervedor, possibilitando a acetona ser retirada dentro das especificações desejadas, logo sua recuperação aumentou bruscamente. Nesse caso, o tempo do corte C2 foi maior que para o caso anterior já que quase a totalidade da acetona pode ser retirada no C2; isso provocou um aumento no consumo de solvente total do processo.

O terceiro e último caso utiliza uma razão de refluxo de 50,0 no corte C3 visando compará-lo com o caso 2 onde essa mesma razão era de 100,0. As recuperações da acetona e consumo de solvente permanecem constantes devido à utilização das mesmas condições operacionais nos cortes C1 e C2. Já o tempo total do processo teve um significativo decréscimo para uma diferença mínima na recuperação do tolueno, concluindo-se que no caso 2 a razão de refluxo no corte C3 foi desnecessariamente alta.

A seguir, apresenta-se um breve estudo sobre a influência da temperatura do solvente no processo de destilação extrativa em batelada.

5.4 – EFEITO DA TEMPERATURA DO SOLVENTE

Inicialmente, apresenta-se o comportamento da temperatura em função do tempo, para o estágio de alimentação do solvente, para o topo e para o fundo da coluna.

A Figura 5.8 mostra a variação da temperatura com o tempo, utilizando-se 2.000,0 moles/h de solvente alimentado no prato 25, à temperatura ambiente. A razão de refluxo é de 6,0 e o calor fornecido ao refeedor de 200,0 kgvapor/h. Esta simulação foi realizada com a estratégia B.

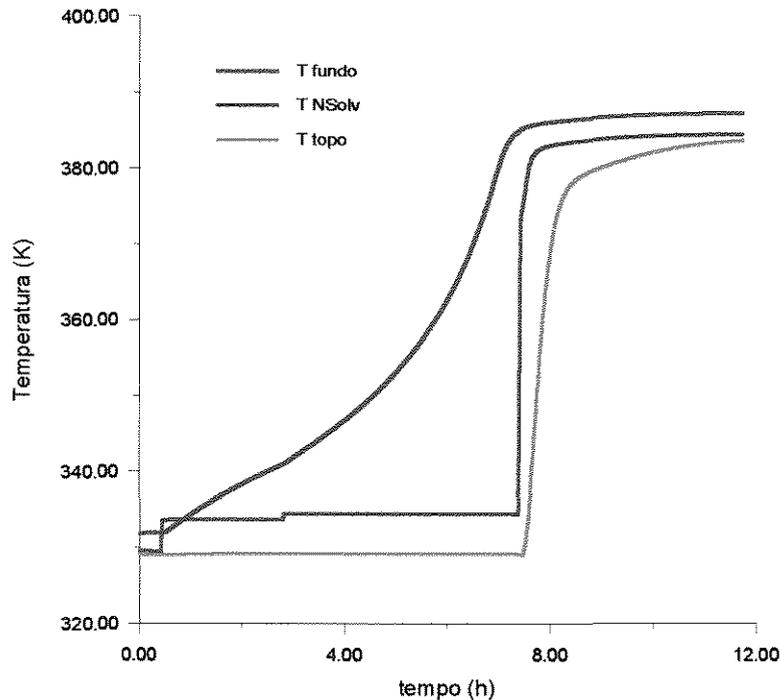


Figura 5.8 - Temperatura em função do tempo, para Solv = 2.000,0 moles/h, QR = 200,0 kgvapor/h, RR = 6,0 e NSolv = 25, utilizando a estratégia B.

No instante em que se inicia a introdução de solvente na coluna, a temperatura do prato em que há essa introdução sobe um pouco, para em seguida se estabilizar, como pode ser visto na curva azul da Figura 5.8. Essa estabilização se deve ao fato do solvente estar sendo alimentado à temperatura de 298 K, que é mais baixa que o perfil de temperatura da coluna nesse instante; isso impede que a temperatura do prato aumente já que a introdução do solvente é contínua; o mesmo efeito também é sentido no topo da coluna. No fundo, que é onde se adiciona calor, a temperatura vai aumentando gradativamente. A composição do refeedor vai-se tornando mais rica no componente menos volátil, a temperatura de ebulição da mistura sobe e, com isso, o calor adicionado vai aumentando a temperatura do refeedor.

No momento em que cessa-se a introdução do solvente, a temperatura do estágio de alimentação sofre um brusco aumento, que novamente se reflete na temperatura do topo da coluna, que também começa a subir.

A acetona, componente mais volátil, já foi retirada da coluna. O refeedor que encontra-se quase totalmente composto por tolueno, atinge o ponto de ebulição no n-heptano, que também é muito próximo do tolueno; logo, a curva representando a temperatura do fundo da coluna atinge um patamar constante.

De acordo com as análises feitas da Figura 5.8, o fato do solvente ser alimentado a uma temperatura inferior à da coluna provoca alterações no perfil de temperatura de vários estágios. A Tabela 5.8, apresentada a seguir, analisa a recuperação da acetona, o tempo do processo e o consumo total de tolueno quando o solvente é alimentado à temperaturas diferentes; utilizando-se 3.000,0 moles/h de solvente alimentado no prato 25, a razão de refluxo é de 6,0 e o calor fornecido ao refeedor de 200,0 kgvapor/h, trabalhando-se com a estratégia A.

Tabela 5.8 - Recuperação da acetona (%), quantidade de solvente usada (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes temperaturas do solvente, com $Solv = 3.000,0$ moles/h, $NSolv = 25$, $RR = 6,0$ e $QR = 200,0$ kgvapor/h.

TSolv (K)	Rec (%)	t_t (h)	QS (mol)
298,0	84,34	9,95	14.900,00
323,0	84,29	9,68	14.450,00
353,0	84,10	9,37	13.900,00
373,0	84,17	9,17	13.550,00

Onde: QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

Solv - Taxa de solvente introduzida a coluna (moles/h)

TSolv - Temperatura do solvente (K)

NSolv - Estágio de introdução do solvente

Observa-se que não houve grandes variações nos dados fornecidos com a mudança da temperatura do solvente, apenas que, com temperaturas mais elevadas há uma discreta diminuição no tempo de batelada e, portanto, na quantidade de solvente, pois acredita-se que a entrada do solvente a temperaturas mais próximas do perfil de temperatura da coluna ocasiona uma menor perturbação da mesma.

5.5 – CONCLUSÕES

Analisou-se o comportamento da destilação extrativa em batelada para a separação da mistura acetona / n-heptano / tolueno, que pertence à classe 2, onde o solvente possui uma temperatura de ebulição apenas levemente superior à do componente intermediário. Duas estratégias de operação foram estudadas, A e B.

Em ambos os casos, observou-se que para uma determinada taxa de introdução de solvente na coluna, é possível otimizar o calor fornecido ao refeedor, de forma que adicionando-se mais calor, o programa não converge devido à vaporização do componente intermediário; e diminuindo-se o calor ocorre um aumento no tempo necessário para a realização do processo pois a coluna estaria “inundada” de solvente, nessas condições operacionais.

O aumento da taxa de introdução do solvente na coluna associado ao aumento do calor fornece excelentes resultados em termos de tempo total de realização do processo, sem que ocorra nenhum acréscimo nos consumos energético e de solvente totais. O uso de maiores taxas de solvente também proporciona a possibilidade de operação da coluna à menores razões de refluxo.

O estágio onde o solvente deve ser introduzido na coluna depende das condições operacionais que estiverem sendo utilizadas, existindo uma faixa de estágios possíveis, fora da qual não há convergência.

Comparando-se as estratégia de operação A e B, percebe-se que a estratégia B fornece condições para obter-se altas recuperações do produto principal e do solvente, apesar de também acarretar aumentos no tempo de batelada e no consumo energético.

Porém, pode-se otimizar esse tipo de estratégia, originando estratégias variantes B*, que visam melhores relações custo benefício entre a recuperação dos produtos e o tempo total do processo, ou dependendo das exigências de cada situação pode-se dar prioridade a uma função objetivo, como uma maior recuperação do produto principal e do solvente ou um menor tempo de processo.

CAPÍTULO 6

MISTURA CLASSE 3: ACETONA / ETANOL / TOLUENO

6.1 - INTRODUÇÃO

A classe 3 é formada por misturas que usam solvente alternativo, cuja temperatura de ebulição é menor que a dos componentes da mistura original, como por exemplo, o binário azeotrópico etanol / tolueno que pode ser separado através do solvente acetona. Várias simulações foram realizadas para a separação dessa mistura e os resultados obtidos, como a recuperação do tolueno e tempo total do processo, são apresentados neste capítulo. Essa foi a única mistura onde não foi possível recuperar o solvente.

6.2 - ANÁLISE DOS RESULTADOS

Na separação da mistura etanol / tolueno através do processo de destilação extrativa em batelada, inicialmente a carga é colocada no refeedor e o processo tem início à refluxo total até que se atinja o estado estacionário, momento no qual o solvente acetona começa a ser introduzido na coluna.

No caso de misturas da classe 3, obtém-se o produto principal, que é o menos volátil, no fundo da coluna, pois o solvente, por ser o mais volátil tem a tendência de subir levando o componente intermediário. O solvente é adicionado à coluna até o término do processo, que ocorre quando se alcança a composição desejada do produto principal no refeedor.

Em todas as simulações apresentadas neste capítulo o tolueno foi obtido a uma composição de 0,999 no fundo da coluna. A carga inicial é de 10.000,0 moles à 70% de etanol e a acetona foi introduzida à temperatura ambiente. Esse foi o único sistema que não foi possível a recuperação do solvente.

A Tabela 6.1 fornece as principais características da mistura etanol / tolueno e do solvente acetona, apresentando também as condições operacionais que foram utilizadas nas simulações.

Tabela 6.1 - Condições operacionais e características do sistema acetona / etanol / tolueno.

Sistema	Etanol / tolueno
Composição do binário azeotrópico	0,8095 / 0,1905
Temperatura do azeótropo	76,70 °C
Carga inicial	10.000,0 moles
Composição da carga inicial	0,70 / 0,30
Solvente	Acetona
Temperatura do solvente	25 °C
Holdup líquido no condensador	250 moles
Holdup líquido em cada prato	25 moles
Número de estágios da coluna	30
Composição especificada de tolueno	0,999

Para a análise do processo, vários parâmetros foram estudados, como a taxa e o estágio de introdução do solvente, a razão de refluxo e o calor fornecido ao refeedor. As Figuras 6.1 e 6.2 apresentam o comportamento da recuperação do tolueno a 99,9% de pureza em função do estágio de introdução do solvente. Cada curva representa uma diferente taxa de alimentação de acetona na coluna. Em ambas as situações, trabalha-se com uma razão de refluxo de 2,0 e o calor fornecido ao refeedor é de 300,0 e 500,0 kgvapor/h, respectivamente.

Com essas condições operacionais, observa-se que o aumento da taxa de introdução de solvente possibilita um aumento na recuperação do produto principal. Esse acréscimo de solvente na coluna favorece na alteração do equilíbrio líquido vapor e o componente intermediário etanol sobe juntamente com a acetona.

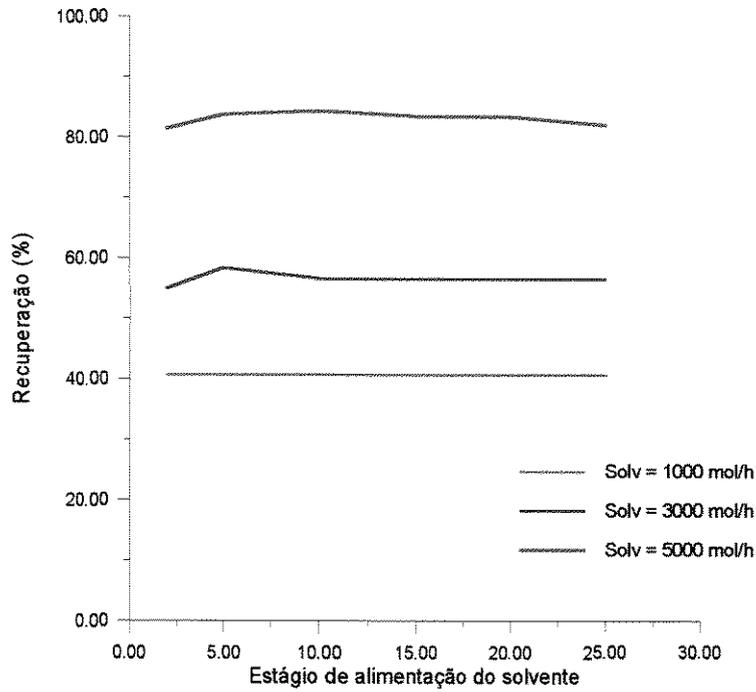


Figura 6.1 - Recuperação do tolueno em função do estágio de alimentação do solvente para diferentes taxas de solvente, com QR = 300,0 kgvapor/h e RR = 2,0.

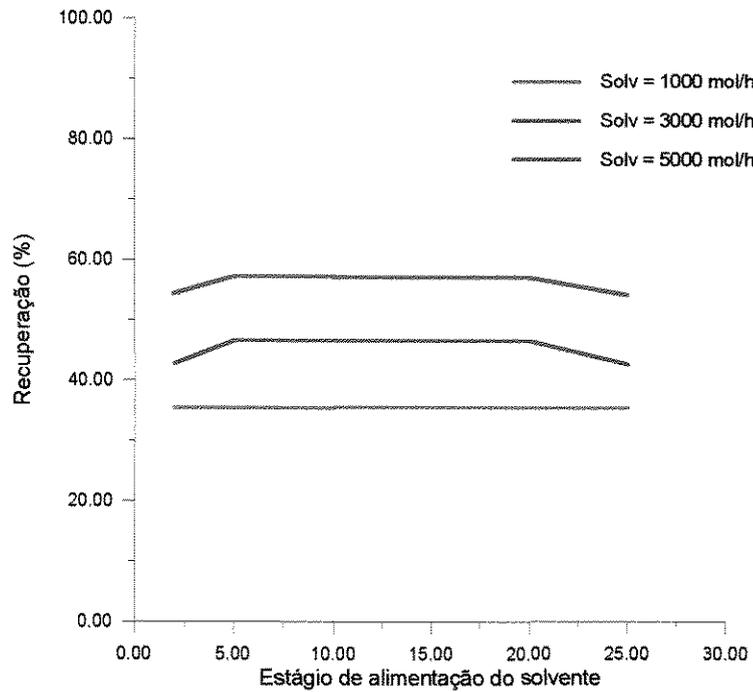


Figura 6.2 - Recuperação do tolueno em função do estágio de alimentação do solvente para diferentes taxas de solvente, com QR = 500,0 kgvapor/h e RR = 2,0.

É interessante observar que o estágio no qual a acetona é introduzida na coluna não provoca nenhum tipo de alteração no processo e a recuperação do tolueno mantém-se praticamente constante.

Nesse tipo de mistura, por ser o solvente o componente mais volátil e tender a situar-se no topo, o local de sua introdução é independente. Considerando-se várias simulações em que o solvente é introduzido em estágios diferentes observa-se que o perfil de composição da coluna, para todas as simulações, torna-se praticamente o mesmo com o decorrer do processo em qualquer ponto que o solvente tenha sido introduzido. Também é possível que a coluna considerada, com 30 pratos, seja excessivamente grande e que a mesma separação possa ser realizada em colunas com menos estágios, como será analisado posteriormente.

O aumento do calor fornecido ao refulvedor pode levar à vaporização do produto principal tolueno, ocasionando decréscimos em sua recuperação, como pode ser visto comparando-se as Figuras 6.1 e 6.2.

Essa influência do calor é melhor demonstrada pelas Figuras 6.3, 6.4 e 6.5, que apresentam a recuperação do tolueno em função do estágio de introdução do solvente, onde cada curva representa um determinado calor fornecido ao refulvedor. A taxa de alimentação de solvente é de 1.000,0; 3.000,0 e 5.000,0 moles/h, respectivamente.

Deve-se perceber que dependendo da taxa de introdução da acetona na coluna, torna-se impossível a obtenção do tolueno à 99,9% de pureza utilizando-se baixos calores, como mostra as Figuras 6.4 e 6.5, onde não há convergência para $QR = 100,0$ kgvapor/h.

Nesses casos, como trabalha-se com taxas de introdução de solvente elevadas, aumenta-se a quantidade total de acetona presente na coluna, que por ser o componente mais volátil tende a se concentrar no topo. Esse fato associado ao baixo calor adicionado ao refulvedor, não proporciona condições para haver a vaporização do componente intermediário etanol, logo não é possível obter tolueno puro no final do processo. Ou seja, dependendo da taxa de solvente, o calor não pode ser muito baixo por não proporcionar a separação, como também não deve ser muito alto por acarretar na diminuição da recuperação do tolueno.

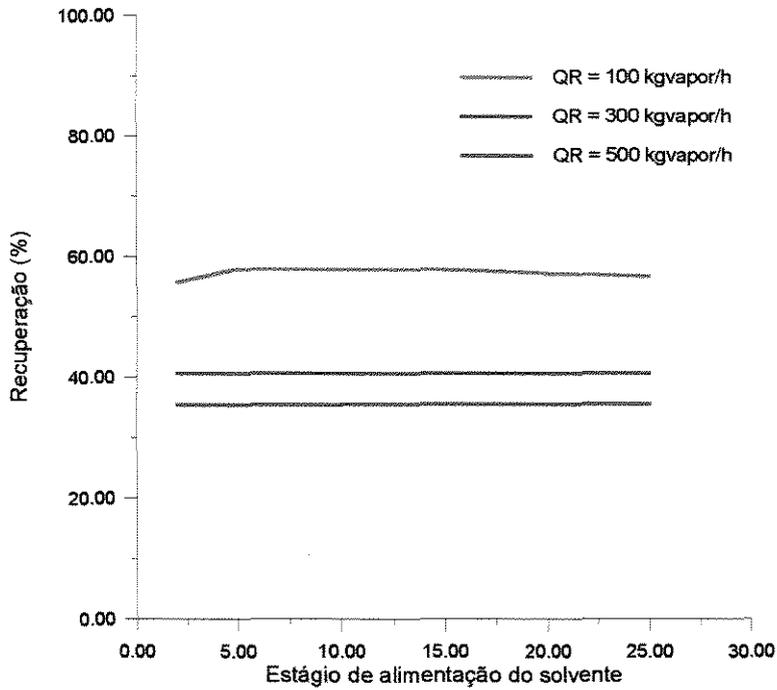


Figura 6.3 - Recuperação do tolueno em função do estágio de alimentação do solvente para diferentes calores fornecidos ao refeedor; Solv = 1.000,0 moles/h e RR = 2,0.

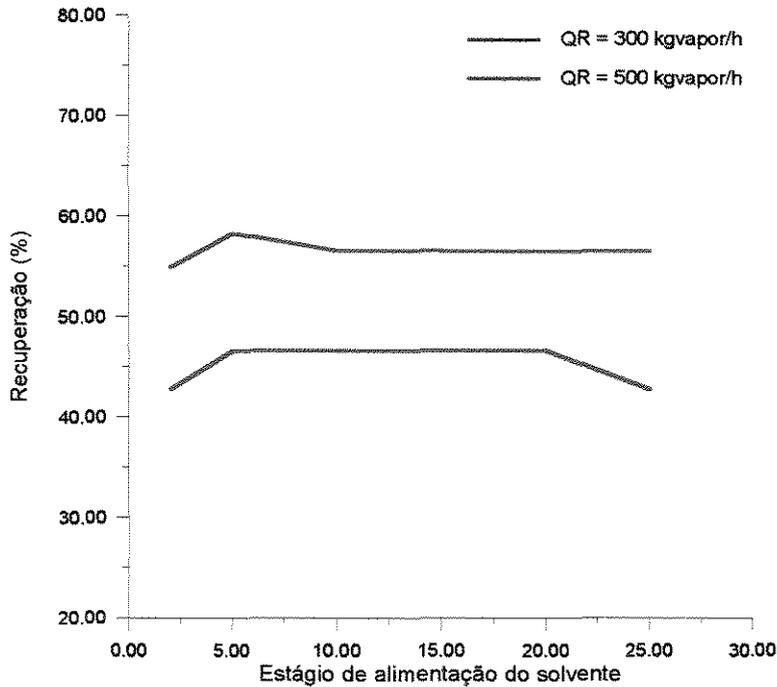


Figura 6.4 - Recuperação do tolueno em função do estágio de alimentação do solvente para diferentes calores fornecidos ao refeedor; Solv = 3.000,0 moles/h e RR = 2,0.

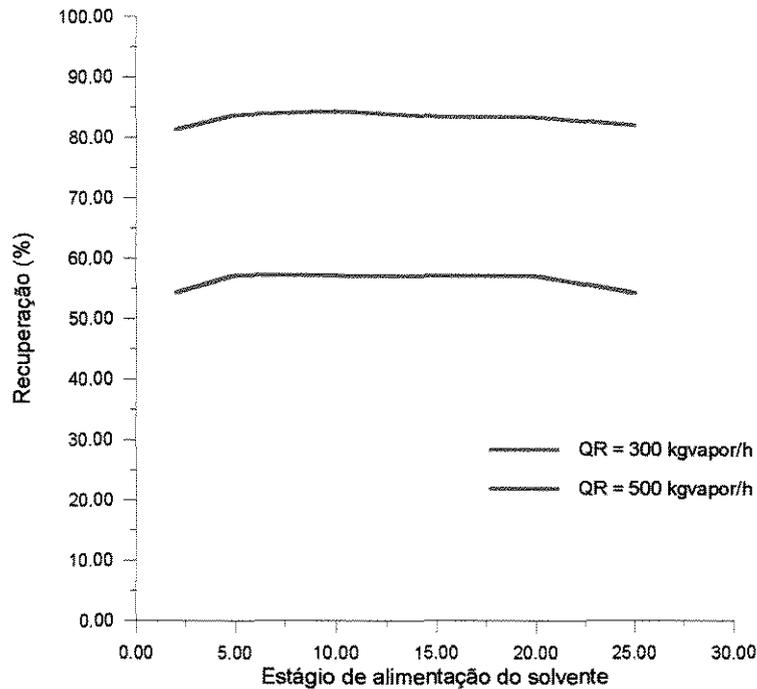


Figura 6.5 - Recuperação do tolueno em função do estágio de alimentação do solvente para diferentes calores fornecidos ao refeedor; Solv = 5.000,0 moles/h e RR = 2,0.

As Tabelas 6.2, 6.3 e 6.4 apresentadas a seguir fornecem os dados de tempo total da batelada e quantidade de solvente utilizada, além dos valores da recuperação do tolueno para diferentes condições operacionais. Como sabe-se que o estágio onde é realizada a introdução do solvente não provoca alterações no processo para separações desse tipo de sistema, fixou-se esta introdução no estágio 20 apenas para facilitar a apresentação dos resultados.

Observa-se que o aumento da razão de refluxo possibilita maiores recuperações do produto principal, principalmente quando trabalha-se com altos calores e baixas taxas de alimentação de solvente, como mostra a Tabela 6.2.

O aumento da razão de refluxo ocasiona uma maior pureza da acetona no topo da coluna. A baixos calores no refeedor o etanol não consegue subir e a mistura não é separada. No caso de serem utilizadas altas taxas de solvente, o aumento do refluxo também é prejudicial à separação, pois a acetona concentra-se cada vez mais no topo e não arrasta o etanol. Ou seja, o aumento da razão de refluxo só proporciona melhores recuperações de

tolueno até o ponto em que esse aumento não provoque uma pureza do solvente muito elevada no topo da coluna, o que impossibilita a separação. O quanto a razão de refluxo pode aumentar dependerá das outras condições operacionais que estiverem sendo utilizadas, como o calor no refeedor e a taxa de solvente.

Como foi comentado anteriormente, a utilização de baixos calores pode não possibilitar a separação dos componentes da mistura; por outro lado, o aumento do calor fornecido ao refeedor causa diminuições na recuperação do tolueno.

Com relação à taxa de introdução de solvente, quanto maior for esta taxa maior também será a recuperação do tolueno. Porém, utilizando-se altas taxas de solvente, poucas são as condições operacionais com que se obtém convergência, pois a grande quantidade de acetona no topo da coluna impede a separação, e o sistema torna-se muito sensível às modificações na razão de refluxo e no calor adicionado ao refeedor, como observa-se na Tabela 6.4, que mostra os resultados para uma taxa de solvente de 5.000,0 moles/h.

Tabela 6.2 - Dados de recuperação do tolueno (%), quantidade de solvente utilizada no processo (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes calores fornecidos ao refeedor e diferentes razões de refluxo, considerando-se a taxa de introdução de solvente, $Solv = 1.000,0$ moles/h e o prato de introdução do solvente, $NSolv = 20$.

QR(kgvapor/h)	100,0			300,0			500,0		
	Rec	t_t	QS	Rec	t_t	QS	Rec	t_t	QS
RR									
2,0	57,27	8,37	7.817,0	40,67	1,97	1.733,0	35,48	1,15	983,0
6,0	---	---	---	51,46	5,45	5.217,0	44,31	2,78	2.617,0
10,0	---	---	---	64,32	11,66	11.432,0	50,77	4,95	4.783,0

Onde: QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)

RR - Razão de refluxo

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

Tabela 6.3 - Dados de recuperação do tolueno (%), quantidade de solvente utilizada no processo (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes calores fornecidos ao refeedor e diferentes razões de refluxo, considerando-se a taxa de introdução de solvente, $Solv = 3.000,0$ moles/h e o prato de introdução do solvente, $NSolv = 20$.

QR(kgvapor/h)	100,0			300,0			500,0			
	RR	Rec	t_t	QS	Rec	t_t	QS	Rec	t_t	QS
2,0	---	---	---	56,49	2,85	7.850,0	46,58	1,37	3.600,0	
6,0	---	---	---	---	---	---	70,46	5,42	15.750,0	
10,0	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

Onde: QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)

RR - Razão de refluxo

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

Tabela 6.4 - Dados de recuperação do tolueno (%), quantidade de solvente utilizada no processo (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes calores fornecidos ao refeedor e diferentes razões de refluxo, considerando-se a taxa de introdução de solvente, $Solv = 5.000,0$ moles/h e o prato de introdução do solvente, $NSolv = 20$.

QR(kgvapor/h)	100,0			300,0			500,0			
	RR	Rec	t_t	QS	Rec	t_t	QS	Rec	t_t	QS
2,0	---	---	---	83,42	5,95	28.583,0	57,13	1,73	7.833,0	
6,0	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---
10,0	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

Onde: QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)

RR - Razão de refluxo

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

Como já era esperado a composição do solvente acetona no refeedor é nula durante todo o processo. À medida em que a composição do etanol vai diminuindo a do tolueno aumenta, até que quando todo o etanol deixar o refeedor, o tolueno atinge a pureza desejada, chegando ao final do processo.

A Figura 6.7 mostra o comportamento da temperatura em função do tempo para o fundo, o estágio de introdução do solvente e o topo da coluna, para a mesma simulação apresentada na figura 6.6.

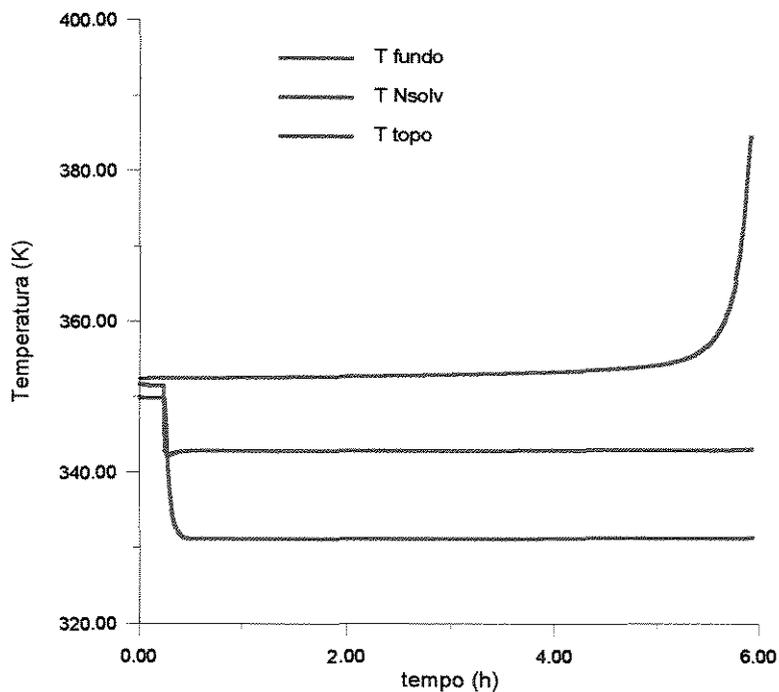


Figura 6.7 - Temperatura em função do tempo, com Solv = 5.000,0 moles/h, QR = 300,0 kgvapor/h, RR = 2,0 e NSolv = 10

A temperatura do estágio de introdução do solvente, representada pela curva vermelha, sofre uma queda brusca logo no início do processo, exatamente no momento em que se começa a introduzir continuamente o solvente acetona. Em todas as simulações a temperatura da acetona foi considerada 25 °C, ou seja, uma temperatura bem menor que a do estágio em que é introduzida, provocando uma diminuição na temperatura desse estágio. O efeito também se reflete no topo da coluna. Como a acetona é alimentada até o final do processo, a temperatura em todos os estágios não sobe, permanecendo constante.

A temperatura do fundo da coluna, representada pela curva azul, também é constante durante o decorrer do processo devido à presença da acetona. Porém, no final do processo e, conseqüentemente, com o término da introdução da acetona na coluna, observa-se um grande aumento dessa temperatura.

A seguir, apresenta-se um estudo da separação do etanol / tolueno tendo a acetona como solvente, utilizando-se colunas de destilação extrativa em batelada composta por menos estágios.

6.3 - COLUNAS COM MENOS ESTÁGIOS

Para uma melhor compreensão do comportamento de colunas de destilação extrativa em batelada com uma menor quantidade de estágios, fixou-se as seguintes condições operacionais:

- $Solv = 3.000,0$ moles/h
- $QR = 300,0$ kgvapor/h
- $RR = 2,0$

Todos os resultados apresentados nas Tabelas 6.5 e 6.6 foram realizados utilizando-se as condições operacionais citadas acima. Na Tabela 6.5 apresentam-se dados obtidos com uma coluna de 10 estágios, para diferentes estágios de introdução do solvente.

Pode-se perceber que mesmo trabalhando-se com colunas menores mantém-se o comportamento observado na coluna de 30 estágios, onde praticamente não ocorre nenhuma variação significativa da recuperação do tolueno nem do tempo total, em função do prato em que se introduz a acetona na coluna.

Na Tabela 6.5 observa-se que há apenas um leve decréscimo na recuperação quando se alimenta o solvente em pratos próximos ao topo, pois como o solvente é o componente mais volátil sua alimentação próxima ao topo favorece ainda mais para concentrá-lo na parte superior da coluna. O estágio que forneceu resultados ligeiramente melhores foi o quinto.

Tabela 6.5 - Dados de recuperação do tolueno (%), quantidade de solvente utilizada (moles) e tempo total da batelada (h), para diferentes estágios de introdução do solvente, considerando-se a coluna com 10 estágios, e $Solv = 3.000,0$ moles/h, $QR = 300,0$ kgvapor/h e $RR = 2.0$.

NSolv	Rec (%)	t_t (h)	QS (moles)
10	53,14	3,07	8.500,0
9	54,70	3,05	8.450,0
7	56,28	3,03	8.400,0
5	57,95	3,02	8.350,0
3	57,93	3,02	8.350,0
1	---	---	---

Onde: QR - Calor fornecido ao refeedor (kgvapor/h)

RR - Razão de refluxo

Solv - Taxa de introdução de solvente (moles/h)

NSolv - Estágio de introdução do solvente

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

Na Tabela 6.6 temos os resultados da recuperação do tolueno, tempo e consumo total de solvente utilizando-se colunas de diferentes tamanhos. Como o prato no qual o solvente é adicionado à coluna não causa alterações no processo, os resultados apresentados nesta tabela são a média dos valores obtidos em várias simulações realizadas com diferentes estágios de introdução da acetona.

Para a separação da mistura acetona / etanol / tolueno a coluna pode ter no mínimo três estágios, porém observa-se que trabalhando com esse limite há uma queda na recuperação do produto principal tolueno e o tempo da batelada é maior.

O aumento do número de estágios da coluna proporciona melhorias na recuperação, mas utilizando-se colunas com número de estágios de 8 até 30, a recuperação do tolueno permanece quase constante.

Tabela 6.6 - Dados de recuperação do tolueno*(%), quantidade de solvente utilizada* (moles) e tempo total da batelada* (h) em função do número de estágios da coluna, para Solv = 3.000,0 moles/h, QR = 300,0 kgvapor/h e RR = 2,0.

Nº estágios	Rec (%)	t _t (h)	QS (moles)
30	56,88	2,85	7.840,0
10	56,00	3,04	8.410,0
8	56,74	3,03	8.400,0
7	55,83	3,05	8.450,0
6	55,29	3,07	8.525,0
5	53,66	3,08	8.600,0
4	53,06	3,10	8.650,0
3	49,07	3,13	8.800,0
2	---	---	---

* valores médios para diferentes estágio de introdução do solvente

Onde: QR - Calor fornecido ao refervedor (kgvapor/h)

RR - Razão de refluxo

Solv - Taxa de introdução de solvente (moles/h)

Nº estágios - Número de estágios da coluna

Rec - Recuperação da Acetona à 99,9% de pureza (%)

t_t - tempo total da batelada (h)

QS - Consumo total de solvente (moles)

6.4 - CONCLUSÕES

O sistema composto por etanol / tolueno tendo como solvente a acetona é extremamente sensível, poucas condições operacionais possibilitam a separação dentro das especificações desejadas.

A coluna deve trabalhar com condições operacionais que permitam a presença da acetona ao longo da coluna para poder arrastar o etanol sem que haja também a vaporização do produto principal tolueno.

O aumento na taxa de introdução de solvente aumenta a recuperação do tolueno, porém o aumento dessa taxa deve vir acompanhado de maiores taxas de calor fornecido ao refulvedor, pois se o calor for baixo o etanol não vaporiza e a separação não ocorre. Entretanto, se o calor for alto demais provoca a vaporização do produto principal tolueno, diminuindo o rendimento do processo.

A utilização de maiores razões de refluxo possibilita uma maior recuperação do tolueno, porém dependendo da taxa de solvente e do calor fornecido ao refulvedor, o aumento de RR pode impossibilitar a separação.

Para essa mistura, que utiliza como solvente um componente de menor temperatura de ebulição, o estágio em que ocorre a introdução da acetona na coluna não provoca nenhuma alteração no processo e a recuperação do tolueno se mantém constante.

CAPÍTULO 7

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

7.1 - CONCLUSÕES

Foi realizado um estudo do comportamento do processo de destilação extrativa em batelada para diferentes tipos de misturas, utilizando-se um simulador desenvolvido a partir de um modelo matemático rigoroso, o UNIBED. O modelo considera os balanços de massa e energia, o cálculo rigoroso do equilíbrio líquido vapor, os “holdups” líquidos do condensador e dos pratos e as forma e posição de introdução do solvente à coluna; resultando num sistema de equações algébricas e diferenciais rígido. Para resolução deste sistema de equações, utilizou-se o método implícito de integração numérica de Gear, com o auxílio da subrotina LSODAR.

Três diferentes tipos de misturas azeotrópicas foram estudados. Essa classificação foi realizada de acordo com o tipo de solvente empregado em cada caso. As misturas típicas em processos de destilação extrativa são aquelas que usam como solvente o componente de maior ponto de ebulição, sendo aqui classificadas como misturas da classe 1. As misturas pertencentes às classes 2 e 3 fazem uso de solventes alternativos; na classe 2 o solvente possui uma temperatura de ebulição apenas levemente superior a dos outros componentes da mistura, enquanto que na classe 3 o solvente é o componente de menor ponto de ebulição, ou seja, o mais volátil.

Neste trabalho, foi realizado um estudo da influência de parâmetros importantes no desempenho do processo, como a razão de refluxo, o calor fornecido ao refeedor e taxa de introdução do solvente. Os resultados das simulações das separações de três misturas, uma de cada classe, foram apresentados em termos de recuperação do produto principal e do solvente, produtividade, tempo total do processo e custos operacionais de consumos de solvente e energético.

O sistema estudado pertencente à classe 1 foi o típico binário azeotrópico etanol / água tendo o etilenoglicol como solvente. Observa-se que a operação da coluna à taxas mais elevadas de introdução de solvente associado ao aumento do calor fornecido ao refeedor favorecem o desempenho do processo, diminuindo sensivelmente o tempo total da batelada, e permitem o uso de uma faixa mais ampla de razão de refluxo.

Foi estudada a obtenção de etanol a 99,99% de pureza. Apenas alguns conjuntos de condições operacionais permitem que o etanol nesta composição seja alcançado. São condições que favorecem o aumento da concentração de etanol no topo da coluna e que ao mesmo tempo impossibilitam a vaporização da água mesmo que em pequenas quantidades.

Duas estratégias de operação foram estudadas, A e B, para a separação da mistura acetona / n-heptano / tolueno, que pertence à classe 2. Em ambos os casos, observou-se que para uma determinada taxa de introdução de solvente na coluna, é possível otimizar o calor fornecido ao refeedor, de forma que, adicionando-se mais calor, o programa não converge devido à vaporização do componente intermediário; e diminuindo-se o calor ocorre um aumento no tempo necessário para a realização do processo pois a coluna estaria “inundada” de solvente, nessas condições operacionais.

A estratégia de operação B fornece condições de se obter razoável recuperação do produto principal e do solvente, apesar de ocasionar aumentos no tempo de batelada e no consumo energético. Porém, pode-se otimizar esse tipo de estratégia visando uma melhor relação custo benefício entre a recuperação dos produtos e o tempo total do processo.

No caso do sistema da classe 3, composto por etanol / tolueno tendo como solvente a acetona, poucas condições operacionais possibilitam a separação dentro das especificações desejadas. A coluna deve operar com condições que permitam a presença da acetona ao longo da coluna para poder arrastar o etanol sem que haja também a vaporização do produto principal tolueno.

Para essa mistura, que utiliza como solvente um componente de menor temperatura de ebulição, o estágio em que ocorre a introdução da acetona na coluna não provoca nenhuma alteração no processo e a recuperação do tolueno se mantém constante.

O simulador desenvolvido neste trabalho, o UNIBED, é versátil, de fácil utilização e encontra-se apto para auxiliar tomadas de decisões industriais.

7.2 - SUGESTÕES

Algumas sugestões são propostas para serem realizadas em trabalhos futuros:

- * Através do comportamento do processo de destilação extrativa em batelada descrito neste trabalho, realizar um estudo da otimização do processo.
- * Estudar o controle da destilação extrativa em batelada.
- * Estudar uma nova estratégia de operação para misturas pertencentes à classe 3, objetivando recuperar o solvente na separação deste tipo de mistura (talvez o processo de destilação extrativa em batelada invertida).
- * Estudar as possibilidades de separação de outros tipos de misturas, como por exemplo misturas em que há inversão na curva de equilíbrio x-y.
- * Estudar configurações alternativas do processo de destilação extrativa em batelada, considerando-se colunas invertidas, colunas com vaso intermediário e colunas multivaso.
- * Realizar um estudo do processo de destilação azeotrópica em batelada, considerando o equilíbrio líquido líquido vapor em alguns pratos da coluna e a entrada de um solvente que forme um azeótropo com um dos componentes da mistura original.

CAPÍTULO 8

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AHMAD,B.S. e BARTON,P.I., Homogeneous multicomponent azeotropic batch distillation, **AIChE Journal**, v.42, n.12, p.3419-3433, 1996.
- ANDERSEN,H., LAROCHE,L. e MORARI,M., Effect of design on the operation of homogeneous azeotropic distillation, **Computers Chem. Engng.**, v.19, n.1, p.105-122, 1995.
- BAUER,M. e STICHLMAIR,J., Synthesis and optimization of distillation sequences for the separation of azeotropic mixtures, **Computers Chem. Engng.**, v.19, p.S15-S20, 1995.
- BAUER,M., STICHLMAIR,J. KOEHLER,J. e SCHADLER,N., Retrofit design and economic optimization of an extractive distillation process, **Distillation and Absorption Meeting**, p.653-661, 1997.
- BERNOT,C., DOHERTY,M. e MALONE,M., Patterns of composition change in multicomponent batch distillation, **Chemical Engineering Science**, v.45, n.5, p.1207-1221, 1990.
- BERNOT,C., DOHERTY,M. e MALONE,M., Feasibility and separation sequencing in multicomponent batch distillation, **Chemical Engineering Science**, v.46, n.5/6, p.1311-1326, 1991.
- BERNOT,C., DOHERTY,M. e MALONE,M., Design and operating targets for nonideal multicomponent batch distillation, **Ind. Eng. Chem. Res.**, v.32, p.293-301, 1993.
- BOSTON,J.F., BRITT,H.I., JIRAPONGPHAN,S. e SHAH,V.B., An advanced system for the simulation of batch distillation operations, **Chemical Process Design**, p.203-237, 1980.

- BRITO,R.P., Processo de destilação extrativa: modelagem dinâmica, simulação e avaliação de nova configuração, Tese de Doutorado, UNICAMP / FEQ, 1997.
- BRITO,R.P., WOLF MACIEL,M.R. e MEIRELLES,A., New extractive distillation configuration for separating binary azeotropic mixtures, **First European Congress on Chemical Engineering**, Florença, Itália, 1997.
- CHRISTIANSEN,L., MICHELSEN,M., e FREDESLUND,A., Naphtali-Sandholm distillation calculations for NGL mixtures near the critical region, **Computers Chem. Engng.**, v.3, p.535-542, 1979.
- CIRNE,M.I.S., LUZ JR.,L.F. e WOLF MACIEL,M.R., Desenvolvimento de estratégia para conversão de um processo de destilação em batelada convencional para uma extrativa, 1er Congreso de Ingenieria de Procesos del Mercosur, EMPROMER'97, 1-4 Setembro, Bahia Blanca, Argentina, 1997.
- DISTEFANO,G.P., Mathematical modelling and numerical integration of multicomponent batch distillation equations, **AIChE Journal**, v.14, n.1, p.190-199, 1968.
- DIWEKAR,U., An efficient design method for binary, azeotropic, batch distillation columns, **AIChE Journal**, v.37, n.10, p.1571-1578, 1991.
- DÜSSEL,R. e STICHLMAIR,J., Separation of azeotropic mixtures by batch distillation using an entrainer, **Computers Chem. Engng.**, v.19, p.S113-S118, 1995.
- HASEBE,S., NODA,M. e HASHIMOTO,I., Optimal operation policy for multi-effect batch distillation system, **Computers Chem. Engng.**, v.21, p.S1221-S1226, 1997.
- HUNEK,J., GAL,S., POSEL,E., e GLAVIC,P., Separation of na Azeotropic Mixture by Reverse Extractive Distillation, **AIChE Journal**, v.35, n.7, 1989.

- KALAGNANAM,J.R. e DIWEKAR.U., An application of qualitative analysis of ordinary differential equations to azeotropic batch distillation, **Artificial Intelligence in Engineering**, v.8, p.23-32, 1993.
- LANG,P., YATIM,H., MOSZKOWICZ,P. e OTTERBEIN,M. Dynamic simulation of a batch extractive distillation process, **European Symposium on Computer Aided Process Engineering - 2**, p.S57-S62, 1993
- LANG,P., YATIM,H., MOSZKOWICZ,P. e OTTERBEIN,M. Batch extractive distillation under constant reflux ratio, **Computers Chem. Engng.**, v.18, n.11/12, p.1057-1069, 1994.
- LANG,P., LELKES,Z., MOSZKOWICZ,P., OTTERBEIN,M. e YATIM,H., Different operational policies for the batch extractive distillation, **Computers Chem. Engng.**, v.19, p.S645-S650, 1995.
- LUZ JR,L.F., Modelagem e simulação de colunas de destilação multicomponente em batelada, Dissertação de Mestrado, UNICAMP / FEQ, 1993.
- LUZ JR,L.F. e WOLF MACIEL,M.R., As influências do holdup da coluna de destilação multicomponente em batelada, Encuentro Latinoamericano de Ingenieria Quimica, Antofagasta, Chile, 22-26 mayo, p.71-76, 1994.
- LUZ JR,L.F. e WOLF MACIEL,M.R., Numerical methods for simulation of batch distillation column: Stiff system, **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v.12, n.2, p.111-118, 1995.
- LUZ JR,L.F. e WOLF MACIEL,M.R., Avaliação da versatilidade de um simulador e um novo procedimento de análise de produtividade de colunas de destilação em batelada, **11º Congresso Brasileiro de Engenharia Química**, Rio de Janeiro, 17 a 20 de setembro, 1996.

- LUYBEN,W.L., Some practical aspects of optimal batch distillation design, **Ind. Eng. Chem. Process Des. Develop.**, v.10, n.1, p.54-59, 1971.
- MESKI,G. e MORARI,M., Design and operation of a batch distillation column with a middle vessel, **Computers Chem. Engng.**, v.19, p.S597-S602, 1995.
- PERRY,R.H. e GREEN,D., **Chemical Engineering Handbook**, 6 ed., McGraw-Hill Book Company, 1984.
- PRAUSNITZ,J.M. et al., **Computer calculations for multicomponent vapor-liquid and liquid-liquid equilibria**, 1 ed. New Jersey: Prentice-Hall, 1980.
- REID,R.C., PRAUSNITZ,J.M. e POLING,B.E., **The properties of gases and liquids**, 4 ed., Singapura: Mc. Graw-Hill, 1988.
- SAFRIT,B., WESTERBERG,A.W., DIWEKAR,U. e WAHNSCHAFFT,O., Extending continuous conventional and extractive distillation feasibility insights to batch distillation, **Ind. Eng. Chem. Res.**, v.34, p.3257-3264, 1995.
- SKOGESTAD,S. e SORENSEN,E., Comparison of regular and inverted batch distillation, **Chemical Engineering Science**, v.51, n.22, p.4949-4962, 1996.
- SORENSEN,E. e SKOGESTAD,S., Optimal startup procedures for batch distillation, **Computers Chem. Engng.**, v.20, p.S1257-S1262, 1996.
- SORENSEN,E. e PRENZLER,M., A cyclic operating policy for batch distillation - Theory and practice, **Computers Chem. Engng.**, v.21, p.S1215-S1220, 1997.
- TSONOPOULOS,C., An empirical correlation of second virial coefficients, **AIChE Journal**, v.20, n.2, p.263-272, 1974.

- VAN DONGEN,D. e DOHERTY,M.F., On the dynamics of distillation processes - VI. Batch distillation, **Chemical Engineering Science**, v.40, n.11, p.2087-2093, 1985.
- WARTER,M., DÜSSEL,R. e STICHLMAIR,J., To the separation of azeotropic mixtures by batchwise extractive distillation, *Distillation and Absorption Meeting*, p.705-714, 1997.
- WATSON,S., JOULIA,X., MACCHIETTO,S., LE LANN,J.M., VAYRETTE,G. e LETOURNEAU,J., Azeotropic batch distillation: new problems and some solutions, **Computers Chem. Engng.**, v.19, p.S589-S596, 1995.
- WITTGENS,B., LITTO,R., SORENSEN,E. e SKOGESTAD,S., Total reflux operation of multivessel batch distillation, **Computers Chem. Engng.**, v.20, p.S1041-S1046, 1996.
- WITTGENS,B. e SKOGESTAD,S., Multivessel batch distillation - Experimental verification, *Distillation and Absorption Meeting*, p.239-248, 1997.