
MICHELE DI DOMENICO

**Comparação entre Colunas de Destilação e Paradestilação: Análise do
Comportamento Hidrodinâmico e da Eficiência de Separação**

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Química, da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Área de concentração: Sistemas de Processos Químicos e Informática.

Orientadora: Prof^a Dr^a Teresa M. K. Ravagnani.

Campinas – SP

Janeiro, 2010

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

D712c Domenico, Michele Di
Comparação entre colunas de destilação e
paradestilação: análise do comportamento hidrodinâmico
e da eficiência de separação / Michele Di Domenico. --
Campinas, SP: [s.n.], 2010.

Orientador: Teresa Massako Kakuta Ravagnani.
Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

1. Destilação. 2. Hidrodinâmica. 3. Separação
(Tecnologia). 4. Álcool. I. Ravagnani, Teresa Massako
Kakuta. II. Universidade Estadual de Campinas.
Faculdade de Engenharia Química. III. Título.

Título em Inglês: Comparison between distillation and parastillation columns:
analysis of the hydrodynamic behavior and separation tray
efficiency

Palavras-chave em Inglês: Distillation, Hydrodynamics, Separation
(Technology), Alcohol

Área de concentração: Sistemas de Processos Químicos e Informática

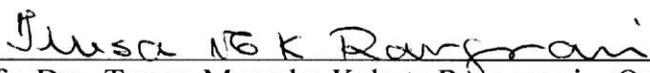
Titulação: Mestre em Engenharia Química

Banca examinadora: Juliana Belincanta, José Vicente Hallak d' Angelo

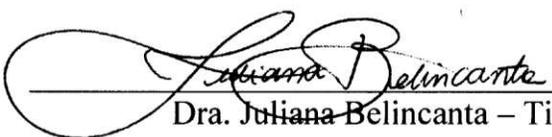
Data da defesa: 15/01/2010

Programa de Pós Graduação: Engenharia Química

Dissertação de mestrado defendida por Michele Di Domenico e aprovada em 15 de Janeiro de 2010 pela banca examinadora constituída pelos Doutores:



Profa. Dra. Teresa Massako Kakuta Ravagnani – Orientadora

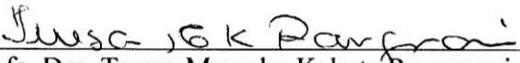


Dra. Juliana Belincanta – Titular



Prof. Dr. José Vicente Hallak d'Angelo – Titular

Este exemplar corresponde à versão final da Dissertação de Mestrado em Engenharia Química defendida pela Michele Di Domenico e aprovada pela comissão Julgadora em 15 de Janeiro de 2010.



Prof. Dra. Teresa Massako Kakuta Ravagnani – Orientadora

Aos meus pais
DORVALINO E LAURINDA
pelo apoio, compreensão e amor.

AGRADECIMENTOS

Agradeço em primeiro lugar a Deus, pela vida, saúde, por ter iluminado o meu caminho durante todos estes anos e por ter me dado força e persistência para alcançar todos os meus objetivos.

A professora e amiga Dr^a Teresa Massako K. Ravagnani, que sempre esteve pronta para me ajudar com toda a sua sabedoria, paciência e interesse em repassar seus conhecimentos e pela confiança e credibilidade empregada.

Ao programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da FEQ/UNICAMP pela oportunidade de realização deste mestrado.

Aos professores do Departamento de Engenharia de Sistemas Químicos (DESQ) da FEQ/UNICAMP que contribuíram para a minha formação acadêmica. Em especial, ao professor Dr. Antônio José G. Cobo, pela orientação no Programa de Estágio Docente (PED).

Ao funcionário Daniel Soares de Moura, pela amizade e pelos serviços prestados durante a realização deste trabalho.

Aos meus amigos e colegas de trabalho no Laboratório de Processos de Separação (LPS), Paulo Jardel P. Araújo, Francine Fábrega e Melissa Tatiana Andreucetti, que se tornaram a minha segunda família durante o período de pós-graduação.

A toda a minha família, principalmente meus pais Dorvalino e Laurinda Di Domenico e meu namorado, Mauricio Minella, pelo carinho, cuidado e incentivo dedicados a mim ao longo deste período.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo auxílio financeiro prestado.

Por fim, a todos que colaboraram de algum modo para a concretização deste trabalho. Á todas as pessoas que durante esta jornada contribuíram de alguma forma para o meu crescimento pessoal e profissional.

RESUMO

Com o propósito de aumentar a eficiência no processo de destilação convencional, e conseqüentemente diminuir o consumo excessivo de energia, inúmeras alternativas foram propostas na literatura. Uma destas metodologias, denominada paradestilação, é baseada na divisão da corrente gasosa em duas partes iguais no fundo de uma coluna de separação. Para este esquema de fluxo, uma divisória é colocada centralmente em toda a altura da coluna, e a corrente líquida contata, em estágios alternados, ambas as correntes do vapor. As vantagens deste processo incluem um aumento no número de estágios e uma diminuição na queda de pressão por unidade de altura da coluna convencional. Apesar das vantagens apresentadas em trabalhos computacionais, faz-se necessário o estudo experimental envolvendo os dois tipos de colunas sob as mesmas condições de operação. Assim, este trabalho apresenta um estudo comparativo entre uma coluna de destilação e outra de paradestilação, contendo respectivamente, 4 e 6 pratos perfurados, dotados de vertedores circulares. Para tanto, as colunas foram construídas de acordo com as recomendações de dimensionamento da literatura, de modo a fornecerem uma mesma eficiência de separação. Os experimentos foram realizados utilizando uma mistura de etanol-água, à pressão atmosférica e em condições de refluxo total e parcial. A comparação entre os processos foi realizada através da análise do comportamento hidrodinâmico e da eficiência de pratos de Murphree, avaliando-se parâmetros como a velocidade superficial da fase vapor, limites operacionais, tipo e altura da dispersão formada sobre o prato e perfil de composição da fase líquida ao longo das colunas. Verificou-se que as colunas de destilação e paradestilação apresentam uma faixa de operação muito semelhante. Sob condições de refluxo parcial, a coluna alternativa é menos sensível a uma variação na razão de refluxo. Ainda, as eficiências de Murphree foram fortemente influenciadas pelas propriedades do sistema destilante, composição da fase líquida e velocidades das fases líquida e gasosa. Os maiores valores de eficiência foram encontrados sob condições de refluxo total e em baixas velocidades da fase vapor.

Palavras-chave: Destilação, Colunas de Pratos, Hidrodinâmica, Eficiência de Separação.

ABSTRACT

In order to increase the operation efficiency of conventional distillation and therefore reduce the excessive energy consumption, several techniques have been proposed in the literature. One of these methods, called parastillation, is based on the division of the vapor phase into two equal parts at the bottom of a separation column. For this configuration, an axial partition runs the full height of the column, and the whole falling liquid stream contacts alternatively on a stage-by-stage basis with both parts of the vapor. The advantages of this process also include an increase in the number of stages and a decrease in pressure drop per unit of column height. Despite of the advantages presented in computational works, experimental studies involving distillation and parastillation columns operating under the same conditions are necessary. Therefore, this work presents a comparative study between a distillation and a parastillation column, using six and four sieve trays, respectively, with circular downcomers. The columns were assembled in agreement to the recommendations of literature design, in order to provide the same separation efficiency. The experiments were conducted using an ethanol-water system at atmospheric pressure and under total and partial reflux conditions. The comparison between the processes was carried out by analyzing the hydrodynamic behavior and the Murphree tray efficiency, evaluating parameters such as vapor phase velocity, operating limits, type and height of the dispersion formed above the trays and liquid composition profile along the columns. It was found that the distillation and parastillation columns have similar operating range. Under partial reflux conditions, the alternative column presented a lower sensitivity to a modification of the reflux ratio. In addition, the Murphree efficiency appears to be strongly dependant on system properties, composition of the liquid phase and vapor and liquid flow rates. The higher values of efficiency were found under total reflux conditions and at low vapor velocities.

Keywords: Distillation, Tray Columns, Hydrodynamics, Separation Efficiency.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO.....	1
1.1 IMPORTÂNCIA DO ESTUDO	1
1.2 OBJETIVOS.....	2
1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO	3
CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 INTRODUÇÃO	5
2.2 PROCESSO DE PARADESTILAÇÃO.....	7
2.2.1 Os três casos de Lewis.....	9
2.2.2 Efeito Jenkins	11
2.2.3 Estudos de paradedestilação	11
2.3 PROJETO E OPERAÇÃO DE COLUNAS DE DESTILAÇÃO.....	18
2.3.1 Projeto de uma coluna de pratos perfurados	19
2.3.1.1 Diâmetro da coluna.....	20
2.3.1.2 Espaçamento entre pratos.....	20
2.3.1.3 Pratos perfurados	21
2.3.1.4 Vertedores	24
2.3.2 Hidrodinâmica de pratos perfurados.....	26
2.3.2.1 Limites de operação	26
2.3.2.1.1 Limite superior.....	27
2.3.2.1.2 Limite inferior.....	28
2.3.2.2 Regimes de fluxo	29
2.3.3 Eficiência de separação.....	33
2.3.3.1 Eficiência de Murphree	33
2.3.3.2 Fatores que influenciam a eficiência de prato	35
2.3.3.2.1 Características do projeto do prato.....	36
2.3.3.2.2 Condições operacionais	37

2.3.3.2.3 Propriedades físicas.....	38
2.4 CONCLUSÃO	41
CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS.....	43
3.1 INTRODUÇÃO	43
3.2 DESCRIÇÃO DOS EQUIPAMENTOS	43
3.2.1 Colunas de destilação e paradedistilação	44
3.2.2 Pratos perfurados.....	46
3.2.3 Refervedor.....	47
3.2.4 Condensador.....	48
3.3 MISTURA LÍQUIDA	48
3.4 ENSAIOS EXPERIMENTAIS.....	49
3.4.1 Operação das colunas de destilação e paradedistilação	50
3.4.1.1 Coleta de dados experimentais	51
3.4.1.2 Pontos de retenção de líquido e inundação	53
3.4.2 Métodos analíticos.....	53
3.4.2.1 Determinação da composição da fase líquida	53
3.4.2.2 Determinação de outras variáveis.....	55
3.5 PROJETO DAS COLUNAS DE DESTILAÇÃO E PARADESTILAÇÃO	55
3.6 CONCLUSÃO	57
CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	59
4.1 INTRODUÇÃO	59
4.2 OPERAÇÃO DAS COLUNAS DE DESTILAÇÃO E PARADESTILAÇÃO	60
4.2.1 Limites de operação.....	60
4.2.1.1 Comparação com os resultados de Moraes (2006).....	62
4.2.1.2 Comparação entre os resultados encontrados neste trabalho	63
4.2.1.3 Capacidade das colunas.....	65
4.2.2 Tempo de estabilização.....	66
4.3 REGIMES DE FLUXO.....	68
4.3.1 Tipos de dispersão	68
4.3.2 Ocorrência.....	72
4.4 PERFIS DE COMPOSIÇÃO E ALTURA DE DISPERSÃO	74

4.4.1 Refluxo total.....	75
4.4.1.1 Influência da velocidade superficial da fase vapor.....	77
4.4.1.2 Influência da velocidade da fase líquida.....	82
4.4.1.3 Influência da composição inicial de etanol.....	83
4.4.2 Refluxo parcial.....	86
4.5 EFICIÊNCIA DE SEPARAÇÃO.....	91
4.5.1 Desempenho das colunas.....	92
4.5.1.1 Refluxo total.....	93
4.5.1.2 Refluxo parcial.....	94
4.5.2 Eficiência de Murphree.....	95
4.5.2.1 Influência da composição de etanol na fase líquida.....	96
4.5.2.2 Influência da velocidade superficial da fase vapor.....	100
4.5.2.3 Influência da razão de refluxo.....	101
4.6 CONCLUSÃO.....	103
CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS....	105
5.1 OPERAÇÃO DAS COLUNAS DE DESTILAÇÃO E PARADESTILAÇÃO.....	105
5.2 REGIMES DE FLUXO.....	106
5.3 PERFIS DE COMPOSIÇÃO E ALTURA DE DISPERSÃO.....	107
5.4 EFICIÊNCIA DE SEPARAÇÃO.....	109
5.5 SUGESTÕES.....	110
CAPÍTULO 6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	113
APÊNDICE A – DIMENSIONAMENTO DAS COLUNAS DE DESTILAÇÃO E PARADESTILAÇÃO.....	119
APÊNDICE B – FOTOS DOS EQUIPAMENTOS DE DESTILAÇÃO E PARADESTILAÇÃO.....	120
B.1 COLUNA DE DESTILAÇÃO.....	120
B.2 COLUNA DE PARADESTILAÇÃO.....	121
APÊNDICE C – CÁLCULO DAS COLUNAS DE DESTILAÇÃO E PARADESTILAÇÃO.....	123
C.1 CÁLCULO DO EQUÍLÍBRIO LÍQUIDO-VAPOR PARA O SISTEMA ETANOL- ÁGUA.....	123

C.2 CÁLCULO DAS ENTALPIAS DAS FASES LÍQUIDA E VAPOR.....	126
C.3 SISTEMA DE EQUAÇÕES DAS COLUNAS	127
C.4 EFICIÊNCIA DE SEPARAÇÃO.....	130

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 2.1 – Fluxos de líquido e vapor nas colunas de (A) destilação e (B) paradedestilação	7
FIGURA 2.2 – Fluxo de líquido na coluna de paradedestilação.....	9
FIGURA 2.3 – Os três casos de Lewis (1936).	10
FIGURA 2.4 – Esquema de contato em um prato perfurado.	21
FIGURA 2.5 – Configuração de um prato perfurado com vertedores circulares.....	22
FIGURA 2.6 – Configuração de um vertedor circular.....	24
FIGURA 2.7 – Diagrama de estabilidade operacional de pratos perfurados	27
FIGURA 2.8 – Regimes de escoamento encontrados na operação de um prato perfurado: (A) borbulhamento, (B) celular, (C) <i>froth</i> homogêneo, (D) <i>froth</i> e (E) <i>spray</i>	30
FIGURA 2.9 – Representação esquemática de um (A) estágio real e de um (B) estágio ideal definidos por Murphree (1925).....	34
FIGURA 3.1 – Representação esquemática dos equipamentos de (A) destilação e (B) paradedestilação	44
FIGURA 3.2 – Esquema de montagem dos pratos nas colunas de destilação e paradedestilação ...	45
FIGURA 3.3 – Numeração dos pratos de (A) destilação e (B) paradedestilação.	46
FIGURA 3.4 – Representação esquemática dos pratos de (A) destilação e (B) paradedestilação ...	47
FIGURA 3.5 – Fluxograma do procedimento inicial de operação das colunas.	51
FIGURA 3.6 – Fluxograma do procedimento de coleta dos dados experimentais.	52
FIGURA 3.7 – Curva de calibração para o sistema etanol-água.....	54
FIGURA 3.8 – Comparação entre o comprimento dos vertedores utilizados nas colunas de (A) destilação e (B) paradedestilação.	57
FIGURA 4.1 – Vazão volumétrica total no topo das colunas D e PD em função da potência de aquecimento para as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol.....	65
FIGURA 4.2 – Tempos de estabilização das colunas D e PD.....	67
FIGURA 4.3 – Tipos de dispersão em função das velocidades das fases vapor e líquida para o todo o conjunto de experimentos em refluxo total da coluna D.	69

FIGURA 4.4 – Tipos de dispersão em função das velocidades das fases vapor e líquida para o todo o conjunto de experimentos em refluxo total da coluna PD.....	69
FIGURA 4.5 – Ocorrência de cada tipo de dispersão para todo o conjunto de experimentos em refluxo total das colunas D e PD.	73
FIGURA 4.6 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da velocidade superficial da fase vapor para a coluna D2%.....	75
FIGURA 4.7 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da velocidade superficial da fase vapor para a coluna PD2%.....	75
FIGURA 4.8 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da velocidade superficial da fase vapor para a coluna D3%.....	76
FIGURA 4.9 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da velocidade superficial da fase vapor para a coluna PD3%.....	76
FIGURA 4.10 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão para as colunas D e PD, composição inicial de 2 e 3 mol% de etanol e velocidade superficial da fase vapor de 29 cm/s.	78
FIGURA 4.11 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão para as colunas D e PD, composição inicial de 2 e 3 mol% de etanol e velocidade superficial da fase vapor de 38 cm/s.	79
FIGURA 4.12 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão para as colunas D e PD, composição inicial de 2 e 3 mol% de etanol e velocidade superficial da fase vapor encontrada no limite superior de operação.....	79
FIGURA 4.13 – Altura de dispersão nos pratos D e PD em função da velocidade superficial da fase vapor, para as faixas de fração molar de etanol de (A) 0,25 a 0,35 e (B) 0,45 a 0,65.	81
FIGURA 4.14 – Altura de dispersão em função da fração molar de etanol na fase líquida para a coluna PD, nas faixas de velocidade superficial da fase vapor de (A) 42 a 47 cm/s e (B) 56 a 61 cm/s (BELINCANTA, 2004).	84
FIGURA 4.15 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da razão de refluxo, para a vazão volumétrica de topo da coluna D2% igual a 4,6 cm ³ /s	87
FIGURA 4.16 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da razão de refluxo, para a vazão volumétrica de topo da coluna PD2% igual a de 4,6 cm ³ /s	87

FIGURA 4.17 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da razão de refluxo, para a vazão volumétrica de topo da coluna D3% igual a $4,6 \text{ cm}^3/\text{s}$	88
FIGURA 4.18 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da razão de refluxo, para a vazão volumétrica de topo da coluna PD3% igual a $4,6 \text{ cm}^3/\text{s}$	88
FIGURA 4.19 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da razão de refluxo, para a vazão volumétrica de topo da coluna PD2% igual a $3,6 \text{ cm}^3/\text{s}$	91
FIGURA 4.20 – Fração molar de etanol no topo das colunas D e PD em função da velocidade superficial de vapor média, para as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol.....	93
FIGURA 4.21 – Perfis de (A) eficiência de Murphree e (B) vazão molar de etanol na fase vapor para os limites inferior e superior das colunas D2% e PD2%.....	96
FIGURA 4.22 – Desvio da Eficiência de Murphree em função da fração molar de etanol na fase líquida.....	97
FIGURA 4.23 – Eficiência de Murphree em função da fração molar de etanol na fase líquida para todo o conjunto de experimentos em refluxo total das colunas D e PD.....	99
FIGURA 4.24 – Eficiência de Murphree em função da fração molar de etanol na fase líquida para todo o conjunto de experimentos em refluxo total da coluna PD e regimes <i>froth</i> e <i>froth</i> homogêneo.	100
FIGURA 4.25 – Eficiência de Murphree em função da velocidade superficial da fase vapor para as colunas D e PD e composições entre 10 e 30 mol% de etanol.....	101
FIGURA 4.26 – Eficiência de Murphree em função da fração molar de etanol na fase líquida para os experimentos em refluxo parcial das colunas D e PD e velocidade superficial da fase vapor entre 34 e 40 cm/s.	102
FIGURA B.1 – Coluna de destilação convencional.	120
FIGURA B.2 – Prato de destilação convencional.	121
FIGURA B.3 – Coluna de paradedistilação.	121
FIGURA B.4 – Prato de paradedistilação.	122
FIGURA C.1 – Temperatura em função da fração molar de etanol nas fases líquida e vapor. ..	125
FIGURA C.2 – Fração molar de etanol na fase vapor em função da fração molar de etanol na fase líquida.....	125

LISTA DE TABELAS

TABELA 2.1 – Resultados encontrados na literatura para a coluna de paradestilação em comparação a coluna de destilação convencional.....	15
TABELA 2.2 – Especificação da nomenclatura adotada no cálculo da Eficiência de Murphree para a fase vapor.	35
TABELA 2.3 – Características que influenciam a eficiência de separação em uma coluna de destilação.....	36
TABELA 3.1 – Propriedades do etanol e água puros.....	49
TABELA 4.1 – Faixa de operação das colunas D e PD para as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol.	62
TABELA 4.2 – Faixa de operação das colunas D2% e PD2% utilizadas por Moraes (2006).....	62
TABELA 4.3 – Fração molar de etanol no produto de topo das colunas D e PD em função da razão de refluxo para a velocidade superficial de vapor de 38 cm/s e composição inicial de 3 mol% de etanol.	94
TABELA 4.4 – Eficiência de Murphree em função da razão de refluxo para as colunas D e PD para a velocidade superficial de vapor de 38 cm/s e faixa de fração molar de etanol entre 0,1 e 0,3.....	103
TABELA A.1 – Dimensionamento das colunas de destilação e paradestilação.	119
TABELA C.1 – Volumes molares do etanol e da água.	124
TABELA C.2 – Constantes de Wilson.	124
TABELA C.3 – Constantes de Antoine.	124
TABELA C.4 – Entalpia de vaporização e capacidades caloríficas para as fases líquida e vapor.	127
TABELA C.5 – Equações de balanço de massa e energia para a coluna de destilação.	128
TABELA C.6 – Equações de balanço de massa e energia para a coluna de paradestilação.....	128

NOMENCLATURA

Letras Latinas

A	Constante de Antoine	-
Aa	Área ativa do prato	m ²
A _L	Área livre do prato	m ²
Ao	Área perfurada	m ²
At	Área total do prato ou área de seção transversal da coluna	m ²
Av	Área do vertedor	m ²
a _{ij}	Constante de Wilson	-
B	Constante de Antoine	-
C _p ^L	Capacidade calorífica do líquido puro a pressão constante	cal/mol.K*
C _p ^V	Capacidade calorífica do vapor puro a pressão constante	cal/mol.K*
C _{SB}	Constante de Souders e Brown	-
E _{MV}	Eficiência de prato de Murphree para a fase vapor	f(E _{OV} .λ)
E _{OV}	Eficiência local	-
F _{inund}	Fator de Inundação	-
F _{LV}	Parâmetro de Fluxo	-
h	Entalpia da fase líquida	cal/mol
H	Entalpia da fase vapor	cal/mol
ΔH _{vap}	Entalpia de vaporização do componente puro	cal/mol*
L	Vazão molar ou volumétrica da fase líquida	mol/s ou cm ³ /s
MM	Massa molar	g/mol*
n	Estágio da coluna	-
N	Número de estágios	-
P	Pressão atmosférica local	kPa
Pot	Potência de aquecimento	W
P ^{sat}	Pressão de vapor do componente puro	mmHg*

R	Constante dos gases ideais	Pa.m ³ /kmol.K*
T	Temperatura	°C ou K
To	Temperatura de referência	K
V	Vazão molar da fase vapor	mol/s
\bar{V}	Volume molar do componente líquido puro	cm ³ /mol*
v _l	Velocidade superficial da fase líquida	cm/s
v _v	Velocidade superficial da fase vapor	cm/s
x	Fração molar de etanol na fase líquida	-
y	Fração molar de etanol na fase vapor	-
y*	Fração molar de etanol na fase vapor em equilíbrio com a fase líquida	-

* Valores fornecidos na literatura na respectiva unidade.

Letras gregas

γ	Coefficiente de atividade	-
λ	Razão entre a inclinação da curva de equilíbrio e inclinação da curva de operação	-
Λ_{ij}	Parâmetros de Wilson	-
ρ	Massa específica	g/cm ³ *
ϕ	Coefficiente de fugacidade	-

* Valores fornecidos na literatura na respectiva unidade.

Subscritos

ag	Água
De	Destilado
et	Etanol
i	Componente da mistura
n	Estágio da coluna
re	Refluxo
ref	Refervedor

Abreviaturas

Bo	Regime de borbulhamento
C	Constante de Antoine
Ce	Regime de espuma celular
D	Coluna de destilação convencional
FH	Regime de espuma <i>froth</i> homogêneo
FR	Regime <i>froth</i>
PD	Coluna de paradestilação
RP	Refluxo parcial
RR	Razão de refluxo
RT	Refluxo total

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO

1.1 IMPORTÂNCIA DO ESTUDO

A maior parte das indústrias que envolve algum tipo de processo químico contém um ou mais equipamentos que tem como objetivo promover a separação de seus produtos. Quando se trata do fracionamento de uma mistura líquida, um dos métodos de separação mais antigo e amplamente utilizado até os dias de hoje é a destilação.

As principais vantagens do processo incluem a grande variedade de aplicações, a alta capacidade de processamento, e por último, possuindo também grande importância, a experiência na operação de equipamentos de destilação.

Como desvantagem, pode-se citar o alto custo operacional envolvido no processo. Na destilação, uma grande quantidade de energia é utilizada, pois a mistura é evaporada e condensada continuamente. Segundo Soave e Feliu (2002), refulvedores de colunas de destilação consomem mais de 50 % da energia envolvida nos processos de troca térmica em uma planta industrial e são responsáveis por 3 % de toda a energia consumida nos EUA.

Em virtude disso, nas últimas décadas surgiram inúmeras propostas para aumentar o grau de separação dos produtos, diminuindo o gasto energético. Várias abordagens foram apresentadas, incluindo mudanças no processo convencional, utilização mais eficiente de energia e até mesmo alterações na estrutura da coluna de destilação e no layout dos pratos.

Estudos realizados no início dos anos 80 introduziram uma configuração alternativa à coluna de destilação convencional dotada de pratos perfurados. Nesta nova coluna, a corrente de vapor originada no refulvedor é dividida em duas correntes ascendentes iguais, que percorrem paralelamente toda a extensão da mesma. A corrente líquida, gerada no topo da coluna, entra em contato com ambas as partes do vapor, através de um fluxo helicoidal único. Este arranjo, denominado de “paradestilação” (CANFIELD, 1984), apresentou algumas vantagens quando comparado à coluna convencional, como o aumento do número de estágios por unidade de altura

da coluna e uma diminuição na queda de pressão, levando a uma considerável redução no consumo de energia para a mesma separação.

Na literatura, diversos trabalhos computacionais descrevem estas e outras vantagens apresentadas para uma coluna de paradestilação em comparação à coluna de destilação convencional. Este resultado vem despertando o interesse de pesquisadores em continuar o estudo desta configuração alternativa, principalmente em âmbito experimental, objetivando um maior desenvolvimento deste processo.

No Laboratório de Processos de Separação (LPS) da FEQ/ UNICAMP, os trabalhos computacionais nesta área foram iniciados por Gouvea (1999), e na seqüência foram realizados estudos experimentais por Belincanta (2004) e Moraes (2006). Os autores confirmam algumas das vantagens apresentadas para o processo alternativo; contudo, Moraes (2006) menciona a necessidade de se realizar um estudo mais detalhado da comparação entre as colunas de destilação e paradestilação, em experimentos sob as mesmas condições iniciais de operação. Ainda, dados sobre a equivalência de separação entre os dois tipos de colunas são necessários.

1.2 OBJETIVOS

- Construir uma coluna de destilação convencional e outra de paradestilação, de acordo com recomendações de dimensionamento da literatura, de modo a fornecerem uma mesma eficiência de separação;
 - Realizar experimentos sob diversas condições iniciais, abrangendo os limites superior e inferior de operação de ambas as colunas;
 - Comparar os resultados experimentais e computacionais obtidos, em função das condições iniciais de composição da mistura líquida (etanol-água), potência de aquecimento fornecida, velocidades das fases líquida e gasosa e razão de refluxo;
 - Estudar o comportamento hidrodinâmico das colunas avaliando-se parâmetros como os limites operacionais e tempos de estabilização, regimes de fluxo encontrados durante os experimentos, perfis de fração molar da fase líquida e perfis de tipo e altura das dispersões formadas sobre os pratos;
-

- Comparar os dados de eficiência de Murphree para a fase vapor encontrados para as duas colunas, avaliando-se a influência dos diversos parâmetros citados.

1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO

Este trabalho é organizado em 6 capítulos, sendo divididos em Introdução, Revisão Bibliográfica, Materiais e Métodos, Resultados e Discussões, Conclusões e Sugestões para Próximos Trabalhos e Referências Bibliográficas. Os Apêndices constituem a última seção do trabalho.

No Capítulo 2 é apresentada uma revisão bibliográfica sobre os processos de destilação convencional e de paradestilação, incluindo as principais características da nova configuração e estudos teóricos e práticos encontrados na literatura. Além disso, é exposta uma revisão geral sobre o projeto de colunas de destilação contendo pratos perfurados.

A metodologia experimental é exposta no Capítulo 3. Os materiais e os métodos utilizados neste trabalho são descritos, apresentando detalhes da construção das colunas de destilação e paradestilação, as condições operacionais utilizadas na realização dos ensaios e a obtenção e tratamento dos dados experimentais e computacionais encontrados.

No Capítulo 4 são apresentados os resultados e as discussões a respeito da comparação entre as duas colunas utilizadas. Primeiramente, são analisados os dados de faixa de operação, tempo de estabilização e regimes de fluxo encontrados em ambas as colunas. Em seguida, são discutidos os resultados dos perfis de fração molar da fase líquida, altura e tipo das dispersões formadas sobre os pratos durante os experimentos. Por fim, são avaliados os resultados de desempenho das colunas e eficiência de pratos de Murphree para a fase vapor.

As Conclusões e Sugestões para Próximos Trabalhos constituem o Capítulo 5. Por fim, no Capítulo 6, são expostas as Referências Bibliográficas utilizadas ao longo deste estudo.

No Apêndice A é apresentada uma tabela contendo todos os dados de dimensionamento dos equipamentos de destilação e de paradestilação. Fotos dos equipamentos podem ser visualizadas no Apêndice B. Por fim, no Apêndice C, são apresentadas as equações de balanço de

massa e energia para os dois processos estudados e o cálculo do equilíbrio líquido-vapor para a mistura etanol-água.

CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O objetivo deste capítulo é introduzir alguns conceitos e aspectos gerais dos processos de destilação convencional e paradedistilação, importantes para o desenvolvimento deste trabalho. Primeiramente, são expostas as principais características de uma coluna de paradedistilação, e as vantagens e desvantagens que esta nova configuração apresenta em relação à coluna convencional. Uma breve revisão de estudos envolvendo a coluna alternativa é apresentada ao final desta seção. Em seguida, são apresentados os fundamentos teóricos sobre projeto e operação de colunas de destilação contendo pratos, incluindo geometria e dimensionamento de pratos perfurados, comportamento hidrodinâmico de pratos em operação, e por último, o cálculo da eficiência de separação em colunas de destilação e paradedistilação.

2.1 INTRODUÇÃO

A separação de misturas líquidas em seus constituintes é uma das principais operações das indústrias de processos químicos, e a destilação é o método mais utilizado para esta finalidade. Na destilação, a mistura é aquecida, e os compostos começam a evaporar, de acordo com o grau de volatilidade. O efeito final é o aumento da concentração dos componentes mais voláteis no vapor e dos componentes menos voláteis no líquido.

A transferência de massa entre as fases ocorre de acordo com a quantidade de calor fornecida ao sistema, sendo somente cessada quando o equilíbrio termodinâmico é alcançado. Ao final do processo, os componentes estão presentes em ambas as fases, porém em proporções que se diferem entre elas e também diferem das soluções iniciais.

Segundo Treybal (1981), as vantagens deste método são claras. A destilação promove a separação direta dos componentes, através da adição ou remoção de calor ao sistema, gerando produtos que não necessitam de nenhum outro tipo de processamento. Operações como a

adsorção ou a dessorção, por exemplo, dependem da introdução de outra substância, gerando uma nova solução, que em muitos casos também precisa ser separada. Entre as vantagens da destilação, encontram-se também a flexibilidade de operação em relação a pressões, temperaturas e volumes e principalmente à variedade de aplicações. Como principal desvantagem, pode-se citar a grande quantidade de energia necessária para realizar o processo eficientemente.

A destilação é um processo com uma eficiência termodinâmica baixa, e é responsável pelo maior consumo na energia global em uma planta industrial. Segundo Lockett (1986) alternativas como extração, adsorção ou membranas, podem ser mais eficientes energeticamente, mas geralmente possuem compensação nos custos elevados de investimento. Assim, destaca-se a necessidade do aumento da eficiência no processo de destilação, para que uma menor quantidade de energia seja utilizada, ocorrendo assim uma redução nos custos de operação.

Visando este objetivo, foram propostas modificações estruturais nos projetos das colunas convencionais, para garantir um contato mais eficiente entre as fases líquida e vapor, promovendo uma maior separação. Segundo Heucke (1986), efeitos de separação em processos de destilação, absorção e extração, podem ser melhorados, para uma mesma área de coluna, dividindo-se uma das fases em várias correntes paralelas. Como resultado, a queda de pressão e a demanda de energia podem ser diminuídas.

Dentro deste contexto, no início dos anos 80, uma configuração alternativa à coluna convencional de pratos foi apresentada, introduzindo o conceito de divisão da corrente gasosa dentro da coluna (JENKINS, 1981). O novo processo, denominado mais tarde de “paradestilação” (CANFIELD, 1984), apresentou como principal vantagem o aumento no grau de separação utilizando a mesma altura da coluna convencional.

Heucke (1986), por sua vez, propôs a divisão do fluxo de líquido em duas correntes descendentes ao longo da coluna. Este processo, posteriormente chamado de “metadestilação” (MIZSEY et al., 1993), apresentou uma diminuição do número de estágios para a mesma separação da coluna de paradestilação. Entretanto, algumas desvantagens encontradas incluíram o aumento da altura desta coluna e os custos elevados de material, tanto em relação à coluna de paradestilação, bem como à de destilação.

Desde então, diversos trabalhos foram reportados na literatura apontando vantagens para o processo de paradestilação. Estas vantagens, e as principais características desta configuração alternativa a coluna de destilação convencional são descritas a seguir.

2.2 PROCESSO DE PARADESTILAÇÃO

Em uma coluna de paradedistilação, o fluxo de vapor gerado no refeedor é dividido em duas correntes, ascendentes e paralelas, que entram em contato com uma única corrente de líquido descendente. O líquido contata estágio a estágio, alternadamente, cada fluxo de vapor. Os fluxos de ambas as fases percorrem caminhos diferentes daqueles estabelecidos em uma coluna de destilação convencional, e podem ser visualizados através da Figura 2.1.

A nova configuração, além de modificar o esquema de fluxos das fases, resulta em uma variação estrutural na coluna, alterando aspectos geométricos como a área dos pratos, o número de pratos necessários para uma dada separação, e também a altura da coluna. O contato entre as fases, e conseqüentemente o processo de transferência de massa são diferenciados; e, neste caso, modificações nos valores de eficiência podem ser esperados.

De acordo com a Figura 2.1, a conseqüência imediata da divisão da corrente de vapor é o aumento do número de estágios na coluna alternativa para uma mesma altura da coluna convencional. Observa-se assim, que o espaçamento considerado entre dois estágios da coluna de destilação (por exemplo, estágio n até $n-1$) possibilita a existência de três estágios da de paradedistilação (estágio n até $n-2$).

Canfield (1984) apontou que a coluna de paradedistilação provém 33 % a mais de estágios ideais que a coluna convencional para o mesmo espaçamento entre pratos. Esta configuração permite um aumento no número de estágios de separação por unidade de altura da coluna, o que proporciona um maior contato entre as fases, aumentando o grau de separação.

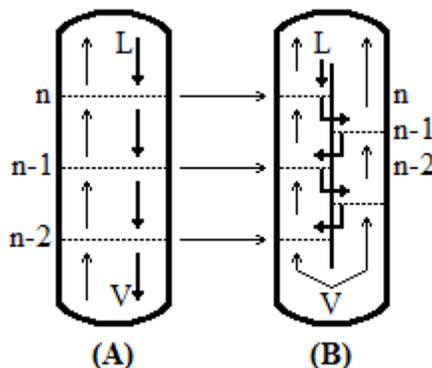


FIGURA 2.1 – Fluxos de líquido e vapor nas colunas de (A) destilação e (B) paradedistilação:

L – Fluxo de Líquido V – Fluxo de Vapor n – Estágio da coluna

É importante observar, que estágios adjacentes da coluna de paradestilação mantêm o mesmo espaçamento definido na coluna de destilação. Neste caso, respeitando a condição de estarem sob a mesma corrente de vapor, em um dado lado da coluna. Como resultado, pratos sucessivos, localizados no mesmo lado da coluna, possuem um maior gradiente de concentração entre as fases líquida e vapor, quando comparado aos pratos convencionais. Este fato revela um fenômeno referido na literatura por “Efeito Jenkins”, e será explicado adiante. No momento, é importante apenas destacar o maior potencial encontrado para a separação dos componentes.

Outro fato observado na Figura 2.1, é a diminuição na área dos estágios, onde os pratos alternativos passam a ter aproximadamente metade da área dos pratos convencionais. Com isso, ocorre uma redução na área de contato entre as fases; podendo resultar em uma menor eficiência de separação. Entretanto, esta relação não é direta quando se trata da coluna de paradestilação, pois o fenômeno de transferência de massa é mais efetivo nesta coluna.

Como consequência da diminuição da área de contato, tem-se que a coluna de paradestilação necessita de um maior número de pratos para promover a mesma separação da destilação. Este resultado é encontrado em inúmeros trabalhos, e será exemplificado a seguir.

Outro fenômeno decorrente da diminuição da área do prato é o aumento da altura de líquido sobre o mesmo, uma vez que o fluxo de líquido descendente em ambas as colunas de destilação e paradestilação é único. Neste caso, surge certa compensação com relação ao tempo e a área de contato perdidos devido à diminuição da área do prato alternativo.

Ainda, com relação à Figura 2.1, observa-se que a coluna de paradestilação tem seus estágios distribuídos em duas seções paralelas, e, como observado, estes estágios mantêm o mesmo espaçamento definido para os estágios da coluna de destilação. Esta configuração permite uma redução na altura da coluna, o que compensa a necessidade de um maior número de estágios de equilíbrio. Por possuir uma altura menor, a coluna alternativa permite que os fluxos de líquido e vapor percorram uma distância menor do que na coluna convencional. O resultado é a redução na queda de pressão e o aumento a volatilidade relativa da mistura. Assim, a separação dos componentes é facilitada, permitindo um aumento da eficiência e diminuindo a razão de refluxo necessária para o processo.

Para o esquema de fluxo apresentado na paradestilação, uma divisória é colocada em toda a altura da coluna, fazendo com que a corrente gasosa se divida em duas correntes paralelas. O líquido descendente do topo escoar primeiramente para um lado da coluna, percorre toda a

extensão do prato e se encaminha através do vertedor de saída para o prato seguinte. O fluxo de líquido assume um escoamento helicoidal se direcionando ao outro lado da coluna para repetir o procedimento. A trajetória da corrente líquida pode ser visualizada na Figura 2.2. Esta estrutura geométrica permite à corrente líquida sempre fluir em uma mesma direção em um dos lados da coluna. Em uma coluna convencional, um arranjo geométrico especial é necessário para obter este tipo de fluxo, enquanto na paradestilação ocorre devido à configuração dos estágios. A vantagem deste arranjo de fluxo foi introduzida por Lewis em 1936, e será descrita a seguir.

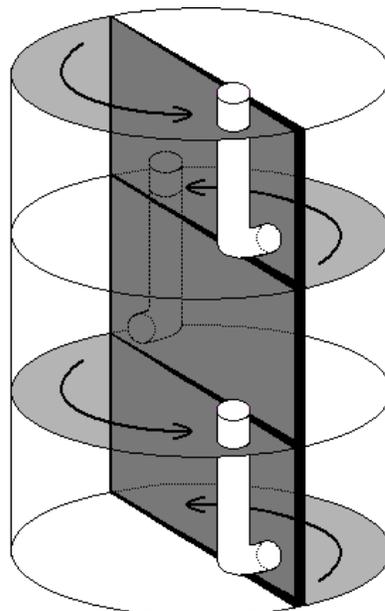


FIGURA 2.2 – Fluxo de líquido na coluna de paradestilação.

2.2.1 Os três casos de Lewis

Lewis (1936) definiu e analisou três casos de esquemas de fluxo, relacionando a eficiência de prato de Murphree para a fase vapor (E_{MV}) com a eficiência local (E_{OV}). Para todos os casos, partiu-se do princípio de que o líquido está em fluxo empistonado através do prato, ou seja, não há mistura do líquido na direção horizontal (“*plug flow*”). O “Caso I” considera que o vapor está completamente misturado entre os pratos e o líquido flui em direções opostas em pratos sucessivos. No “Caso II” não ocorre a mistura do vapor, e o líquido flui na mesma direção em pratos sucessivos. No “Caso III” também não há mistura de vapor e o fluxo de líquido segue a mesma direção do Caso I. Os três casos estudados por Lewis podem ser visualizados através da Figura 2.3.

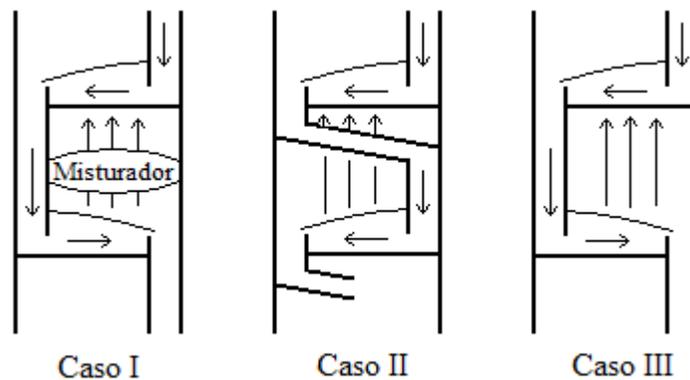


FIGURA 2.3 – Os três casos de Lewis (1936).

Na prática, colunas de destilação em operação apresentam um gradiente de concentração na fase vapor, resultado da distribuição não homogênea de líquido sobre o prato. Assim, o Caso III é a representação mais realística de uma coluna convencional. Segundo Lockett (1986), colunas com diâmetros menores usualmente correspondem ao Caso I, ao passo que colunas industriais são associadas ao Caso III. Ainda, de acordo com o esquema, a paradestilação segue o arranjo de fluxo dado pelo Caso II. Lewis (1936) mostrou que o arranjo diferenciado do Caso II proporciona um maior contato entre as fases, fornecendo os maiores valores de eficiência de Murphree. Com isso, uma separação mais eficiente deve ser esperada no processo alternativo.

Segundo Lewis (1936), a eficiência de Murphree é função da eficiência local e da razão entre as inclinações das curvas de equilíbrio e operação de uma coluna de destilação:

$$E_{MV} = f(E_{OV} \times \lambda) \quad (2.1)$$

Onde:

$$\lambda = \frac{dy_n}{dx_n} \times \frac{V}{L} \quad (2.2)$$

Para refluxo total, a inclinação da curva de operação L/V é igual a um, e, portanto, λ é igual à inclinação da curva de equilíbrio. Neste caso, a eficiência de Murphree nos pratos de paradestilação é aumentada pelo efeito do Caso II de Lewis. Já para operações em refluxo parcial, a relação L/V é alterada, e como na paradestilação a corrente de vapor é dividida ao meio, ficando $2L/V$, o valor de λ também é dividido, o que pode provocar uma redução nos valores de eficiência. Neste caso, segundo Meszaros e Fonyo (1990), um aumento da eficiência de Murphree na paradestilação pode não ser relacionado ao efeito do Caso II de Lewis.

2.2.2 Efeito Jenkins

Além do ganho descrito por Lewis (1936), outra vantagem inerente ao processo de paradestilação é mostrada através do Efeito Jenkins. O efeito diz que $2N$ estágios ideais de paradestilação produzem maior separação do que $1N$ estágios de destilação ideal.

Segundo Canfield (1984), a coluna de paradestilação fornece 33 % mais estágios ideais de equilíbrio do que a de destilação convencional. O ganho pelo efeito Jenkins está sempre presente, sendo superior para altos valores de E_{MV} . Este efeito é relacionado à geometria da coluna e proporciona um maior contato entre o líquido e o vapor ao longo dos estágios.

O efeito Jenkins pode ser elucidado através da diferença entre as concentrações das correntes líquida e gasosa (Figura 2.1). Enquanto que na destilação convencional a composição do líquido em qualquer estágio é igual à composição do vapor do estágio anterior, ou seja, do estágio $(n-1)$, na paradestilação, a disposição dos pratos faz com que o líquido presente em qualquer estágio tenha a mesma composição do vapor do estágio $(n-2)$. Neste caso, o estágio imediatamente anterior está localizado no outro lado da coluna. O resultado é uma maior transferência de massa, devido ao maior gradiente de concentração entre as fases.

Assim, conclui-se que o efeito Jenkins promove um maior contato entre as fases, devido a geometria da nova coluna, associado a diferença gerada no balanço de massa, o que produz um maior enriquecimento da separação.

2.2.3 Estudos de paradestilação

Diversos autores estudaram o processo de paradestilação e/ou os efeitos de Jenkins e do Caso II de Lewis (1936), entre eles: Smith e Delnick (1975), Jenkins (1981), Canfield (1984), Lockett et al. (1983, 1984), Heucke (1986), Meszaros e Fonyo (1990), Miszey et al. (1993), Billingham et al. (1995), Gouvea (1999), Gouvea et al. (2000a, 2000b), Belincanta (2004), Belincanta et al. (2005, 2006), e Moraes (2006). A seguir é apresentado um resumo de alguns destes trabalhos encontrados, exemplificando as características anteriormente apresentadas para o processo de paradestilação.

A comparação entre os processos de destilação e paradestilação foi realizada pela primeira vez no trabalho de Canfield (1984). Uma simulação não rigorosa foi feita, baseada em

experimentos em colunas dos dois tipos, operadas em refluxo total, utilizando uma mistura metanol-água. O autor encontrou que a coluna de paradedestilação contendo 6 pratos provém uma separação mais eficiente do que uma coluna de destilação contendo 3 pratos. Nessas condições, o processo alternativo apresentou um aumento nas eficiências de Murphree de aproximadamente 7 %. O autor concluiu que menos da metade do ganho na E_{MV} para o teste de paradedestilação ocorreu pelo efeito do Caso II de Lewis. A maior parte desse ganho foi atribuída à maior transferência de massa (efeito Jenkins), juntamente com a ótima altura de líquido nos pratos da coluna de paradedestilação.

Heucke (1986), por sua vez, desenvolveu um estudo baseado na representação gráfica do comportamento operacional de uma coluna de paradedestilação, através de diagramas do tipo McCabe-Thiele. O autor propôs a divisão da corrente de vapor em diversas correntes paralelas. Analisando a separação de sistemas binários, concluiu-se que o aumento do número de estágios é consequência direta do número de correntes de vapor na coluna, onde:

$$\% \text{ aumento } n = \frac{(n^{\circ} \text{ correntes paralelas} - 1)}{(n^{\circ} \text{ correntes paralelas} + 1)} \quad (2.3)$$

Os cálculos realizados na coluna de paradedestilação (n° de correntes paralelas igual a 2) mostraram que esta conclusão estava totalmente de acordo com as observações feitas por Canfield (1984), ou seja, é necessário um acréscimo de 33 % no número de estágios ideais na coluna alternativa para garantir a mesma separação da coluna convencional. No entanto, verificou-se que estes pratos teriam aproximadamente metade da área de um prato convencional devido à divisão do fluxo de vapor.

Meszaros e Fonyo (1990) simularam o processo de paradedestilação e analisaram o comportamento de alguns exemplos industriais de separação envolvendo misturas ideais e operando sob condições de refluxo total e parcial. Para uma mistura de benzeno-tolueno, os autores encontraram que 40 % de pratos adicionais de paradedestilação são necessários para alcançar a mesma separação da destilação convencional. Entretanto, a altura da coluna e a queda de pressão para o mesmo espaçamento entre pratos foram reduzidas em 30 %.

Com a diminuição da queda de pressão, existe um aumento da volatilidade relativa da mistura, e a razão de refluxo necessária para um certo número de estágios pode ser diminuída. Com isso, Meszaros e Fonyo (1990) mostraram que a razão de refluxo para a coluna de

paradestilação é menos sensível a um aumento de pressão, devido ao aumento do número de estágios. Ainda, foi descrito que o novo processo forneceu uma considerável economia de energia quando comparado ao processo convencional, devido ao efeito Jenkins.

Os autores ainda destacam, que devido a menor queda de pressão, a coluna de paradestilação pode ser uma alternativa para separar componentes sensíveis a temperatura em colunas operadas a baixas pressões. Na paradestilação existe uma menor diferença de temperatura entre o topo e o fundo, assim, a aplicação de bombas de calor neste processo se torna uma alternativa mais interessante do que na destilação.

Meszaros e Fonyo (1990) observaram que as eficiências de Murphree da coluna alternativa nem sempre são maiores do que as eficiências da coluna convencional. Conforme descrito anteriormente, para operações em refluxo parcial ocorre a diminuição dos valores de λ , devido à divisão da corrente gasosa. Assim, foi verificado que a eficiência do prato alternativo não é aumentada pelo caso II de Lewis para condições de refluxo parcial. Contudo, os resultados apresentados por Canfield (1984) para operações realizadas sob refluxo total, foram confirmados. Um pequeno ganho nas eficiências dos pratos alternativos, operando sob regime de refluxo parcial, foi atribuído somente ao efeito Jenkins.

Gouvea et al. (2000b) desenvolveram um programa computacional rigoroso para simular a operação de uma coluna de paradestilação, em regime estacionário. Os resultados foram comparados aos de uma coluna de destilação convencional, nas mesmas condições operacionais. Foram utilizados três sistemas destilantes não-ideais (metanol-água, etanol-água e metanol-propanol), em operações sob pressão atmosférica e refluxo parcial.

Para a mesma separação em ambas as colunas, os autores encontraram um aumento no número de estágios de até 55 %, uma diminuição na altura da coluna de 20 a 30 % e uma redução na queda de pressão de até 25 % na coluna de paradestilação. Com isso, os resultados encontrados por Meszaros e Fonyo (1990) foram confirmados também para misturas não-ideais. Além disso, a área total dos pratos alternativos foi encontrada como sendo até 45 % menor do que os convencionais, enquanto o diâmetro da coluna foi aumentado em até 9 %. Deve-se lembrar que um diâmetro circular da destilação equivale à área de dois pratos da de paradestilação.

Gouvea et al. (2000b) também descrevem que devido à operação ter sido realizada apenas para casos de refluxo parcial, não houve um aumento na eficiência de Murphree que

justificasse o efeito do Caso II de Lewis. Os valores de eficiência encontrados foram muito próximos para os dois processos, sendo que a paradestilação obteve maior vantagem utilizando o sistema destilante etanol-água.

Visando a comparação em termos de gasto energético, Gouvea et al. (2000b), em uma segunda etapa do trabalho, propuseram que a coluna alternativa fosse modificada, aumentando o número de estágios a fim de ter a mesma altura da coluna convencional. Com um maior número de estágios, a paradestilação apresentou uma redução de 10 % na razão de refluxo, uma diminuição na energia requerida no refeedor de 9 % e na energia removida no condensador de 12 %, para uma mesma separação da destilação. Os custos de capital, entretanto, foram aumentados de 2 a 4 %. Cabe ressaltar que a redução no consumo de energia sem uma variação significativa na eficiência de separação, torna a paradestilação interessante, mesmo com o custo de capital maior.

Como Meszaros e Fonyo (1990) e Smith e Delnick (1975), Gouvea et al. (2000b) também destacaram a importância da redução da queda de pressão na coluna alternativa, facilitando a separação dos componentes. Este benefício auxilia as operações a vácuo, reduzindo o potencial necessário para a produção do mesmo.

Em um segundo trabalho, Gouvea et al. (2000a) estudaram a paradestilação como uma alternativa para operações a vácuo. Utilizando o sistema etilbenzeno-estireno, foi encontrada uma redução de 23 % na queda de pressão, 24 % na altura, e um aumento de 47 % no número de estágios na coluna alternativa, para uma eficiência aproximadamente igual da coluna convencional.

Por fim, Gouvea (1999), em sua dissertação de mestrado, destacou a importância do desenvolvimento e operação de uma coluna no âmbito experimental, para confirmar os resultados encontrados nos trabalhos computacionais realizados até então.

Os resultados apresentados até o momento para a coluna de paradestilação em comparação a coluna de destilação são expostos na Tabela 2.1. De acordo com estes dados, os valores de eficiência de prato para o processo alternativo sempre foram encontrados como sendo superiores ou muito semelhantes aos valores de eficiência do processo convencional. Este resultado vem despertando o interesse dos pesquisadores em continuar o estudo desta configuração alternativa, objetivando a redução do consumo de energia, e conseqüentemente a redução de custos de operação no processo convencional.

TABELA 2.1 – Resultados encontrados na literatura para a coluna de paradestilação em comparação a coluna de destilação convencional.

Autores	Aumento de n (%)	Redução na At (%)	Redução na altura da coluna (%)	Redução na queda de pressão (%)	Aumento na E_{MV} (%)
Canfield (1984)	33	-	-	-	7
Heucke (1986)	33	50	-	-	-
Meszaros e Fonyo (1990)	40	-	30	30	PD \geq D
Gouvea et al. (2000b)	55	45	20 – 30	20 – 25	PD \geq D
Gouvea et al. (2000a)	47	-	24	23	PD \approx D

Até o final da década de 90, muitos trabalhos computacionais apontaram vantagens para o processo de paradestilação. Entretanto, resultados experimentais foram apenas apresentados por Smith e Delnick (1975) e Canfield (1984), sendo que nenhum destes autores forneceu informações suficientes para o projeto de uma coluna de paradestilação.

Com o intuito de aprofundar o estudo experimental e confirmar as vantagens apresentadas, Belincanta (2004) construiu e operou uma coluna de paradestilação, contendo 12 pratos perfurados, dotados de vertedores circulares. Os experimentos foram conduzidos à pressão atmosférica, utilizando uma mistura de etanol-água. A autora analisou o comportamento hidrodinâmico da coluna e a eficiência de Murphree, através do estudo dos efeitos da composição inicial (2, 3 e 4 mol% de etanol), da fração de área livre de prato (1,9, 4,5 e 7,5 %), da razão de refluxo (total e parcial) e da velocidade superficial de vapor para todo o limite de operação estável da coluna.

Belincanta (2004) encontrou uma maior incidência das dispersões dos tipos “*froth*” homogêneo e espuma celular, quando comparado aos dados expostos na literatura para uma coluna de destilação convencional. Estes dois regimes são formados em altas concentrações de etanol, e elevadas alturas de dispersão sobre os pratos. Além disso, foi encontrada uma forte dependência do tipo de dispersão com a área livre, com a composição de etanol e com as velocidades das fases líquida e gasosa ao longo da coluna. Com relação à altura das dispersões, vale destacar, que estas foram máximas nas composições compreendidas entre 40 e 60 mol% de etanol, diminuindo a sua altura com o aumento da área livre. Segundo a autora, os maiores valores de composição de etanol no condensador foram obtidos nas menores velocidades de vapor, contrariando resultados apresentados na literatura para a destilação convencional.

Com relação aos limites operacionais, Belincanta (2004) encontrou que aumentando a fração de área livre nos pratos, maiores velocidades de vapor são necessárias, tanto para manter o ponto mínimo de retenção, bem como para alcançar o limite superior de operação. Estes resultados são totalmente condizentes aos encontrados na literatura para uma coluna convencional. As faixas de operação encontradas pela autora, em ordem crescente de área livre de escoamento foram: 7 – 38 cm/s, 17 – 62 cm/s e 40 – 67 cm/s.

Por fim, Belincanta et al. (2006) observou que a eficiência de Murphree dos pratos de paradestilação tende a atingir um valor máximo nas velocidades intermediárias (onde também são encontradas as maiores alturas de dispersão) e nas composições de etanol na fase líquida entre 40 e 45 mol%. Pôde-se constatar que a eficiência não é fortemente afetada pela variação na área livre de escoamento, porém é fortemente dependente das propriedades do sistema destilante, bem como da composição do líquido em cada prato.

O estudo realizado por Belincanta (2004) apresentou resultados experimentais extremamente importantes para o desenvolvimento do processo de paradestilação. Entretanto, a autora mencionou a necessidade da realização de experimentos em uma coluna convencional, sob as mesmas condições de operação, visando à comparação entre as duas colunas.

Seguindo as sugestões feitas por Belincanta (2004), Moraes (2006) realizou uma comparação entre uma coluna de paradestilação e outra de destilação convencional, contendo seis pratos cada. Os pratos da coluna de paradestilação possuíam as mesmas características dos utilizados no trabalho da autora, enquanto que os pratos convencionais foram confeccionados de modo a fornecerem as mesmas porcentagens de área livre de escoamento e área de vertedor dos pratos alternativos. Os experimentos foram realizados nas mesmas condições operacionais, utilizando as composições iniciais 2 e 3 mol% de etanol, e as frações de área livre de escoamento de 1,9 e 4,5 %, a título de comparação.

A primeira observação feita por Moraes (2006) foi que as operações realizadas em ambas as colunas, sob mesma potência de aquecimento, resultaram em diferentes velocidades superficiais médias de vapor. Com isso, a coluna de destilação apresentou maior gradiente de velocidade, e esta diferença entre os processos foi acentuada com o aumento da potência fornecida no refeedor ou da composição inicial de etanol utilizada.

Segundo o autor, os melhores resultados da coluna alternativa, em relação à convencional, foram encontrados nas operações de 2 % iniciais de etanol e 1,9 % de área livre.

Neste caso, sob mesma velocidade superficial de vapor, a melhor separação foi obtida à custa de uma maior potência de aquecimento. Comparando os experimentos de mesma potência, também foi encontrado um melhor resultado na paradestilação, embora neste caso possua uma menor vazão de vapor. Vale observar que uma melhor distribuição de etanol foi encontrada ao longo da coluna alternativa, com maior incidência das dispersões *froth* homogêneo e espuma celular, conforme observado por Belincanta (2004) em seu trabalho.

O aumento na composição inicial para 3 mol% de etanol permitiu uma maior distribuição de etanol e uma maior ocorrência das dispersões acima citadas, em ambas as colunas. Neste caso, a avaliação dos resultados, tanto em termos de potência como de velocidade superficial de vapor, forneceu um melhor desempenho da coluna de destilação, o que segundo o autor, ocorreu devido justamente ao aumento da incidência de tais dispersões neste processo.

Utilizando o prato com 4,5 % de área livre, Moraes (2006) encontrou que as composições de topo de ambas as colunas foram bem próximas tanto para mesma potência como para mesma velocidade superficial média de vapor. No entanto, para esta área livre, foram realizados experimentos somente para a composição inicial de 2 mol% de etanol.

Belincanta (2004) e Moraes (2006) verificaram que nas maiores velocidades de vapor, ocorreu um aumento na altura das dispersões, principalmente nos pratos superiores, fornecendo maior composição de etanol nesses pratos. Já o decréscimo na velocidade, apesar de trazer um decréscimo na altura de dispersão, permitiu uma maior distribuição de etanol ao longo de ambas as colunas de destilação e paradestilação. O aumento da fração molar inicial de etanol no refeedor também permitiu uma maior distribuição de etanol ao longo de ambas as colunas de destilação e paradestilação, em função da velocidade do vapor.

Moraes (2006), ainda destacou que a altura das dispersões decresceu com o aumento da área livre, para uma velocidade de vapor constante em ambas as colunas. O decréscimo na altura, no entanto, foi mais acentuado na coluna de paradestilação.

Em condições de refluxo parcial, foram encontrados resultados semelhantes aos obtidos por Belincanta (2004), onde a redução da razão de refluxo promoveu a redução na composição de etanol no produto de topo. Neste caso, a paradestilação apresentou menor sensibilidade à variação da razão de refluxo, pois a redução da composição de destilado foi mais acentuada na destilação convencional. Este resultado era esperado, uma vez que a razão L/V na coluna de paradestilação é maior que na convencional.

Com relação aos limites operacionais, foi encontrada para a coluna de paradestilação uma faixa de velocidades de vapor bem menor do que na destilação convencional. Moraes (2006) verificou que devido à maior razão entre o líquido e o vapor ($2L/V$), o vertedor utilizado no prato alternativo possuía um diâmetro pequeno, não permitindo o escoamento de líquido necessário. O autor utilizou o mesmo critério de projeto, ou seja, os vertedores utilizados em ambas as colunas forneciam uma mesma fração de área (3,5 %). Como o prato alternativo possui apenas metade da área do convencional, o diâmetro utilizado para este vertedor também foi menor. Assim, enquanto que a velocidade superficial de vapor na coluna de destilação variou de 16 a 32 cm/s, a faixa de velocidade na coluna de paradestilação foi de 16 a 24 cm/s. Nesta pequena faixa de operação, foi obtida praticamente a mesma variação na composição do etanol no destilado, dificultando a análise dos resultados.

Em uma última etapa do trabalho, Moraes (2006) verificou que a comparação pela eficiência de Murphree se tornou limitada devido aos diferentes pontos de operação encontrados para as mesmas condições iniciais. No entanto, verificou-se que a paradestilação apresenta uma eficiência maior que a destilação em pratos contendo líquido de composição superior a 40 mol% de etanol, e eficiência menor para pratos com composições entre 20 e 30 mol%. Este comportamento é verificado nas diversas operações, mesmo para refluxo parcial.

Moraes (2006) apresentou o primeiro trabalho experimental reportado na literatura, fornecendo parâmetros de dimensionamento e operação de uma coluna de paradestilação e sua comparação com a coluna convencional. Contudo, o autor destaca a dificuldade da avaliação dos resultados uma vez que as colunas apresentaram diferentes faixas de operação.

2.3 PROJETO E OPERAÇÃO DE COLUNAS DE DESTILAÇÃO

O objetivo deste trabalho é realizar uma comparação entre os processos de destilação e de paradestilação através da construção e operação de colunas dos dois tipos. Para tanto, inicialmente tornou-se necessário o estudo de alguns fundamentos sobre o processo convencional, incluindo parâmetros de projeto e características de funcionamento de colunas de pratos perfurados.

O propósito de uma coluna de destilação, ou de qualquer outro equipamento de contato gás-líquido, é fornecer um contato íntimo entre as duas fases fluidas, permitindo a difusão de seus constituintes. Quanto maior for o grau de contato entre as fases, melhor será o desempenho do processo, e, portanto, mais rapidamente será alcançada a separação desejada.

A taxa de transferência de massa é diretamente dependente da superfície interfacial de exposição existente entre as fases. Neste sentido, o equipamento deve ser dimensionado de modo a fornecer uma ampla área de contato, aumentando a taxa de difusão e acelerando a separação dos componentes. Além disso, ao desenvolver um projeto de uma coluna de destilação, busca-se determinar alguns parâmetros geométricos que permitam garantir maior tempo de contato entre as fases, garantindo que o processo de transferência de massa se torne efetivo.

Para alcançar o objetivo ao qual foi proposto, o equipamento deve ser dimensionado de modo a atender os requisitos de desempenho e capacidade estabelecidos no projeto. Assim, a coluna deve ser capaz de manobrar a carga de material a ser processada, com previsão de flutuações de vazão, temperatura e pressão, e sem alterar a qualidade do produto final. Segundo Van Winkle (1967), todos os passos na elaboração do projeto afetam de alguma maneira os dois requisitos mencionados.

2.3.1 Projeto de uma coluna de pratos perfurados

Entre os equipamentos de destilação, a coluna de pratos é popularmente aplicada na produção industrial por sua estrutura simples e baixo custo de investimento. No projeto ou avaliação de colunas contendo pratos, uma seqüência lógica deve ser executada, tendo como finalidade o dimensionamento do equipamento ou a obtenção de condições de operação mais econômicas (CALDAS et al., 2003). Após a determinação do número de estágios teóricos necessários e das condições operacionais básicas, como as taxas de fluxo de líquido e vapor, parte-se para o projeto mecânico. Nesta etapa é feita a avaliação do diâmetro da coluna, do espaçamento entre os pratos e do traçado detalhado de cada prato. Em uma última etapa é calculado o desempenho do prato, avaliando-se condições hidrodinâmicas do mesmo. Rose (1985) cita que o projeto deve especificar minuciosamente as características dos pratos a serem instalados, como o diâmetro e dimensões dos orifícios, além dos vertedores utilizados, seu comprimento, área e altura.

2.3.1.1 Diâmetro da coluna

O diâmetro de uma coluna de destilação, e conseqüentemente a área de seção transversal devem ser suficientemente grandes para permitir os fluxos de vapor e líquido dentro da faixa de operação satisfatória do prato. Fair (1961) recomenda a equação de Souders e Brown para o cálculo do diâmetro da coluna, entretanto outras correlações são encontradas na literatura (CALDAS et al., 2003; KISTER, 1992). Esta correlação fornece a máxima velocidade de vapor permitida na coluna. Esta velocidade ainda pode ser corrigida quanto às propriedades do sistema destilante e a sua capacidade de produzir espuma. No cálculo são utilizadas as massas específicas das fases e a constante de inundação de Souders e Brown (C_{SB}), que é função do espaçamento entre pratos e do parâmetro de fluxo (F_{LV}). O parâmetro de fluxo é um grupo adimensional freqüentemente utilizado em correlações hidrodinâmicas, e é calculado utilizando-se os dados dos fluxos volumétricos e as massas específicas das fases líquida e gasosa.

A área livre (A_L) é então calculada considerando uma porcentagem de inundação, representada pelo fator de inundação sobre a velocidade máxima de vapor. O fator de inundação (F_{inund}) é recomendado para o projeto do prato, como uma margem de segurança. Valores encontrados na literatura estão compreendidos entre 80 a 85 % de inundação (CALDAS et al., 2003; TREYBAL, 1981). Vale ressaltar, que à área livre (A_L) deve-se acrescentar a área do vertedor (A_v), para se chegar à área total da coluna.

2.3.1.2 Espaçamento entre pratos

Duas variáveis são consideradas na escolha do espaçamento entre os pratos. Primeiro, o espaçamento deve ser suficiente para evitar dois problemas de operação, que são o arraste excessivo de líquido e a inundação da coluna. Segundo, colunas industriais devem ter uma altura mínima para que os trabalhadores consigam operar entre os pratos no caso de manutenção. Kister (1990) cita que o principal fator para estabelecer a medida do espaçamento é uma relação econômica entre a altura da coluna e o diâmetro. Quanto maior for o espaçamento entre os pratos, mais alta será a coluna; e mantendo-se constante a carga a ser processada, pode-se diminuir o diâmetro da mesma. Neste caso, os custos devem passar por um valor mínimo, enquanto que o espaçamento esteja próximo ao seu valor ótimo.

De acordo com Treybal (1981), casos especiais onde a altura da coluna é uma consideração importante, espaçamentos de 0,15 m são usados. Para todas as outras colunas,

exceto as com diâmetros menores (de até 1 m), devem ser utilizados espaçamentos de pelo menos 0,5 m. Outros valores encontrados na literatura estão compreendidos entre 0,15 m e 1,2 m, de acordo com o diâmetro da coluna utilizado (CALDAS et al., 2003; COULSON e RICHARDSON, 1989; FOUST et al., 1982; McCABE e SMITH, 1987).

2.3.1.3 Pratos perfurados

Segundo Kister (1992) e Lockett (1986), os fatores que influenciam a seleção do tipo de prato incluem capacidade, eficiência, flexibilidade, queda de pressão, resistência a incrustação e a corrosão, custo, e até mesmo, tradição. Os pratos perfurados são utilizados principalmente devido ao seu baixo custo, simplicidade e versatilidade. Além disso, quando comparados aos outros dispositivos de contato, destacam-se por possuírem a menor das quedas de pressão.

Segundo Van Winkle (1967), o esquema de contato encontrado em um prato tem dois objetivos. Primeiro, é contatar as correntes de vapor e líquido de modo a maximizar a área e o tempo de contato, obtendo as maiores taxas de transferência de massa. Segundo, é lidar com as cargas requeridas, sem perda excessiva de pressão, e operando dentro dos limites operação estável. Ainda, o autor destaca que é necessário avaliar uma série de fatores, para proporcionar a melhor eficiência possível e uma melhor característica de operação. O modelo hidráulico clássico é mostrado na Figura 2.4.

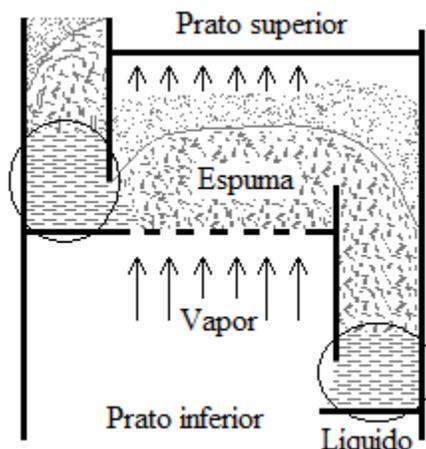


FIGURA 2.4 – Esquema de contato em um prato perfurado.

A principal parte do prato é uma chapa metálica perfurada, onde as correntes de líquido e vapor entram em contato. O fluxo de vapor ascendente atravessa os orifícios circulares do prato,

enquanto o líquido percorre toda a sua extensão se direcionando ao prato inferior. O vapor sobe através do líquido formando uma dispersão mais ou menos turbulenta, onde a transferência de massa ocorre. Quanto maior for a turbulência entre as fases, maiores serão os coeficientes de transferência de massa. No espaço “vazio” compreendido entre dois pratos, o vapor é separado do líquido e conduzido ao prato superior. A espuma formada é conduzida ao prato inferior através de um vertedor, onde também é separada do vapor remanescente. Somente líquido clarificado deve alcançar o prato inferior. Caldas et al. (2003) citam que o projeto do prato confere ao mesmo a habilidade de misturar e separar o vapor e o líquido adequadamente, o que determina a capacidade do prato.

A configuração mais comumente encontrada para os pratos é composta pelas áreas ativa e de vertedor, além das zonas mortas e de estabilização. O modelo de prato utilizado neste trabalho, dotado de perfurações simples e vertedores circulares, é mostrado na Figura 2.5.

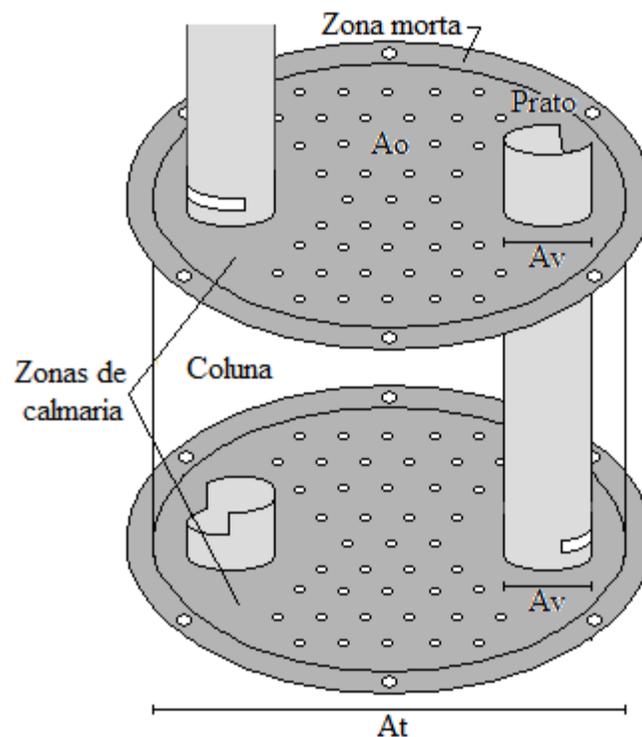


FIGURA 2.5 – Configuração de um prato perfurado com vertedores circulares:

Ao – Área perfurada

At – Área de seção transversal da coluna

Av – Área dos vertedores

A área ativa (Aa) é o local onde as fases são contatadas, ocorrendo praticamente toda a transferência de massa. A área ativa corresponde à área de seção transversal total da coluna (At) menos a área dos vertedores (Av). A área de vertedores é composta pelas áreas de entrada e saída de líquido no prato. Neste trabalho foram utilizados vertedores circulares, possuindo áreas iguais em ambas as colunas. As zonas de estabilização (ou calmaria) estão localizadas junto aos vertedores, garantindo o correto fluxo de líquido na entrada do prato e auxiliando sua desaeração na saída do mesmo. A região externa do prato, chamada de zona morta, é o local onde os pratos são fixados na coluna. Tanto esta como as zonas de calmaria reduzem o tamanho da área ativa, entretanto, a maior influência é sobre a redução do número de orifícios que podem ser colocados no prato. A área perfurada (Ao) é o parâmetro mais difícil de ajustar durante o projeto de uma coluna de separação, pois afeta a flexibilidade operacional do prato. O objetivo é encontrar um valor que assegure a estabilidade, sem prejudicar a flexibilidade.

Diversos fatores são considerados na escolha do tamanho de orifício mais adequado. Orifícios maiores provocam uma queda de pressão pequena, mas geram uma dispersão de gás deficiente. Além disso, uma grande área perfurada provoca uma velocidade baixa de gás, o que pode causar um vazamento excessivo do líquido. Contudo, orifícios menores reduzem as chances de operação em condições de choro, aumentando a flexibilidade operacional da coluna.

Segundo Kister (1990), colunas pequenas utilizam pratos de orifícios de 1,6 mm de diâmetro, podendo variar até 25 mm. Uma regra usual utilizada é que o diâmetro dos orifícios não deve ser menor que a espessura do prato; e quanto menor for esta espessura, menor é a queda de pressão encontrada. Valores recomendados na literatura estão compreendidos entre 2,5 e 12 mm de diâmetro (COULSON e RICHARDSON, 1989; FOUST et al., 1982; KING, 1980; LOCKETT, 1986; McCABE e SMITH, 1987).

Fatores que também devem ser avaliados na escolha da melhor configuração para o prato são o passo (“*pitch*”) e o arranjo (triangular ou quadrangular). Segundo Kister (1990), o passo é relacionado ao diâmetro dos orifícios, em uma razão que deve variar entre 1 e 5, sendo os valores comumente utilizados na indústria de 2,5 até 4 vezes o diâmetro. O passo determina a quantidade de orifícios a serem colocados na área de perfuração especificada. Com relação ao arranjo, normalmente se utiliza a configuração triangular, pois proporciona uma porcentagem de área livre maior, aumentando a área de contato entre as fases.

A fração de área de orifício, também chamada de área livre de escoamento, é a razão entre a área total dos orifícios e a área de borbulhamento do prato (que é a área ativa menos as zonas de calmaria). A porcentagem de área livre traduz a área efetiva para o borbulhamento do vapor no líquido. Pratos perfurados comerciais usualmente possuem um percentual de área perfurada entre 5% e 15%, sendo o valor de 10% mais comumente utilizado (KISTER, 1990; VAN WINKLE, 1967).

Kister (1990) salienta que quando a fração de área ocupada pelos orifícios está entre 5 e 8 %, um aumento nesta fração de 1 %, aumenta a capacidade da coluna em cerca de 5 %. Belincanta (2004) e Moraes (2006) verificaram, nas colunas de destilação e de paradedstilação, que um aumento na fração de área livre promove a elevação dos pontos de retenção de líquido e inundação dos pratos, aumentando a capacidade das colunas.

2.3.1.4 Vertedores

Os vertedores (“*downcomers*”) são utilizados para promover a passagem do líquido entre os pratos, desde o topo da coluna até a sua base, e separar o vapor do líquido descendente. Existem diferentes tipos de vertedores, classificados de acordo com o tipo da sua área de entrada. Os vertedores circulares devem ser usados somente em colunas menores, onde as cargas de líquido são pequenas. No projeto de vertedores, a primeira etapa é a escolha do tipo de vertedor mais apropriado, de acordo com a carga de líquido presente na coluna. Posteriormente, sendo descartada a hipótese de inundação, devem ser calculados a área do mesmo, a altura, a abertura da entrada e o seu comprimento. Neste ponto, deve-se calcular a queda de pressão do líquido e o nível de líquido dentro do vertedor. O desenho de um vertedor circular com os parâmetros citados, idêntico ao utilizado neste trabalho, é mostrado na Figura 2.6.

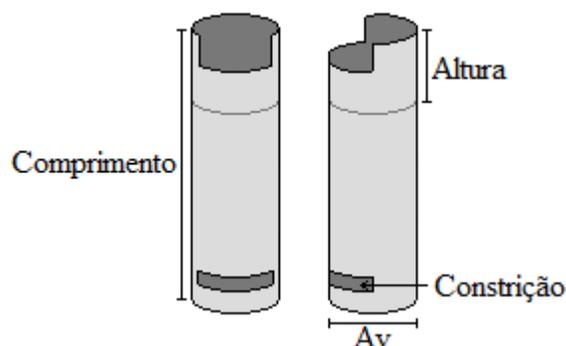


FIGURA 2.6 – Configuração de um vertedor circular.

Segundo Caldas et al. (2003), dois critérios são utilizados na realização do projeto de um vertedor. O primeiro é o tempo de residência mínimo da espuma no vertedor, necessário para ocorrer a sua coalescência e separação da fase líquida. Uma remoção inadequada do vapor pode provocar a inundação do vertedor. Neste caso, a principal resistência para o fluxo de líquido no vertedor é causada por uma constrição na saída do mesmo; e, seu tamanho determina o tempo de residência. Valores recomendados na literatura estão compreendidos entre 3 e 6 s, dependendo do grau de dispersão encontrado (CALDAS, et al., 2003; KISTER, 1990; VAN WINKLE, 1967). O tempo de residência da espuma no vertedor é um parâmetro extremamente importante, pois é a partir dele que é calculada a área do vertedor.

O segundo critério é a velocidade com que o líquido deve entrar no vertedor para minimizar o arraste das bolhas. A velocidade máxima do líquido claro necessita ser baixa suficiente para permitir uma ascendente e satisfatória retirada das bolhas de vapor. Valores recomendados por Kister (1990) estão compreendidos entre 0,03 e 0,20 m/s, dependendo da tendência de inundação do sistema (ou formação de espuma), e do espaçamento entre pratos.

Os vertedores devem ser dimensionados para suportar o fluxo de líquido presente na coluna, evitando problemas com inundação. Neste sentido, a capacidade dos vertedores deve ser projetada para a máxima taxa de líquido na coluna. Segundo Treybal (1981), a área dos vertedores deve estar compreendida entre 5 a 14% da área de seção transversal da coluna. Para Caldas et al. (2003) a área do vertedor deve ter um valor mínimo de 4,5 %.

Enquanto que uma área de prato insuficiente é uma das causas menos freqüentes do desempenho pobre de uma coluna, existem inúmeros casos de inundação prematura devido a uma área de vertedor inadequada (KISTER, 1990; TREYBAL, 1981). Moraes (2006), em seus experimentos utilizando uma coluna de paradestilação, encontrou uma faixa operacional extremamente pequena dificultando a comparação com o processo convencional. O autor atribuiu este resultado, a pequena área do vertedor, uma vez que foram utilizados vertedores possuindo frações iguais de área em ambos os pratos de destilação e paradestilação.

A altura do vertedor, por sua vez, deve ser suficiente para promover uma boa altura de líquido sobre o prato. Quanto maior for a profundidade do líquido, maior será a eficiência. Contudo, uma maior queda de pressão deve ser esperada, e problemas de arraste e choro podem aparecer. Segundo Lockett (1986), um valor típico de altura do vertedor de saída é 0,05 m, sendo

utilizados valores até 0,1 m de acordo com o tipo de operação. Treybal (1981) completa que a altura de líquido não deve ser inferior aos valores citados, garantindo assim uma boa dispersão.

McCabe e Smith (1987) expõem que o nível de líquido dentro do vertedor deve ser consideravelmente maior que no prato por causa da queda de pressão deste. A pressão no topo do líquido no vertedor de um determinado prato é a mesma que a pressão no prato superior. Portanto, a altura equivalente de líquido no vertedor deve exceder a perda de pressão total no prato. Vertedores mais compridos possuem uma maior capacidade de armazenamento de líquido, e, portanto aumentam consideravelmente a capacidade da coluna.

Para finalizar, o vertedor deve ser comprido o suficiente, chegando o mais próximo do prato inferior, para que este seja mergulhado no líquido, impedindo a passagem de vapor pelo vertedor para o prato de cima.

2.3.2 Hidrodinâmica de pratos perfurados

O comportamento hidrodinâmico de pratos perfurados está diretamente relacionado aos processos físicos que conduzem o projeto de um equipamento de destilação. De acordo com Kister (1992), estes processos físicos incluem os limites operacionais de estabilidade de um prato, a queda de pressão ao longo da coluna, a altura de líquido claro sobre o prato e regimes de fluxo encontrados sobre cada prato.

2.3.2.1 Limites de operação

É de fundamental importância que colunas de pratos sejam projetadas para operarem dentro de uma faixa aceitável de condições, evitando os regimes limitantes ao funcionamento. Colunas de destilação operadas fora destes limites conduzem a uma perda significativa na eficiência de separação.

O mecanismo de funcionamento para os regimes de fluxo durante a operação de um prato perfurado é mostrado na Figura 2.7. A região formada pela “área de estabilidade operacional” é restrita por uma faixa de vazões de líquido e vapor, sendo os limites impostos pelas condições de arraste, inundação, choro e esvaziamento do prato.

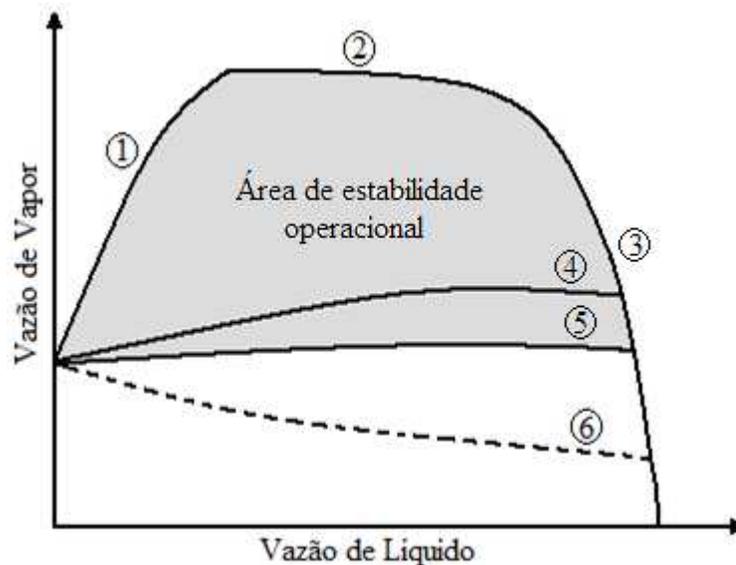


FIGURA 2.7 – Diagrama de estabilidade operacional de pratos perfurados:

1 – Arraste excessivo	3 – Inundação do vertedor ou por escoamento de líquido	5 – Choro excessivo
2 – Inundação por arraste	4 – Ponto de choro	6 – Ponto de esvaziamento

2.3.2.1.1 Limite superior

De acordo com a Figura 2.7, o limite superior da capacidade de um prato ocorre com o aparecimento da inundação (do vertedor ou por excesso de escoamento de líquido no prato) ou ainda, o arraste de líquido. Caldas et al. (2003), citam que estes dois tipos de inundação devem ser considerados separadamente quando a capacidade da coluna está sendo avaliada. Para taxas de fluxo de líquido moderadas e altas, o arraste normalmente é alcançado quando o fluxo de vapor é aumentado, enquanto que o limite de inundação é alcançado quando o fluxo de líquido é aumentado. Segundo Kister (1992), quando ambos os fluxos são elevados, e a coluna opera sob uma razão constante de L/V , qualquer um destes limites pode ocorrer.

O ponto de inundação (“*flooding point*”) (Figura 2.7 (3)) ocorre devido ao acúmulo excessivo de líquido dentro da coluna. Assim, a necessidade de escoar uma grande quantidade de líquido em uma área limitada, pode sobrecarregar o vertedor e as outras passagens de líquido no prato. Como resultado, ocorre elevação do inventário de líquido na coluna e o aumento da queda de pressão ao longo da seção acima do prato inundado. Um prato inundado age como uma restrição ao fluxo de líquido descendente na coluna.

Na literatura são encontrados dois tipos de inundação do vertedor (KISTER, 1992; LOCKETT, 1986). A inundação de retorno ao vertedor (“*downcomer backup flooding*”) ocorre

quando a altura da espuma presente no mesmo excede o espaçamento entre pratos, impedindo o líquido de descer ao prato de baixo. Neste caso, o vertedor deve ser comprido o suficiente, para acomodar a quantidade de líquido necessária para vencer a perda de carga do prato inferior. Segundo Lockett (1986), este limite representa a capacidade máxima do vertedor. A inundação por obstrução ou afogamento (“*downcomer choke flooding*”), ocorre quando a velocidade da espuma no vertedor excede certo limite, e a perda por atrito se torna excessiva, impedindo que a espuma seja transportada para baixo. Neste caso, o vertedor deve ser suficientemente largo para transportar todo o líquido descendente sem obstrução (KISTER, 1992). Ainda, deve ser respeitado o tempo de residência mínimo para a separação adequada de vapor do líquido.

O limite superior de arraste de líquido (“*entrainment*” ou “*jet flooding*”) (Figura 2.7 (2)) ocorre devido ao aumento excessivo da taxa de fluxo de vapor na coluna, promovendo o transporte de gotículas de líquido de um dado prato para o superior. Segundo Treybal (1981), o efeito é cumulativo, e o líquido carregado para os pratos superiores pode ser excessivo. Caldas et al. (2003) ressalta que enquanto a velocidade de passagem do vapor pela área livre permanecer suficientemente reduzida para valores abaixo da velocidade terminal das gotas de líquido, o arraste pode ser evitado. O arraste abaixa a eficiência de estágio e acarreta a existência de estágios adicionais, para se ter a separação desejada. Segundo Foust et al. (1982), um balanço econômico deve ser realizado para se determinar o grau de arraste que deve ser eliminado. O aumento do espaçamento entre pratos diminui o arraste excessivo, entretanto fornece uma coluna mais alta e uma maior queda de pressão. O aumento do diâmetro da coluna também promove a diminuição do arraste, uma vez que a velocidade do vapor é reduzida. Em ambos os casos, os custos com material podem se tornar elevados.

Outro parâmetro de projeto que influencia o limite superior da coluna é a porcentagem de área perfurada. Uma fração de área de orifício pequena gera uma velocidade de vapor alta, aumentando o arraste, a queda de pressão, o retorno de líquido no vertedor e conseqüentemente a tendência a inundação.

2.3.2.1.2 Limite inferior

Inversamente, um prato perfurado somente pode reduzir a taxa de fluxo de vapor até o ponto no qual o líquido começa a drenar pelos orifícios. Este é o chamado ponto de choro (“*weeping point*”) (Figura 2.7 (4)).

No ponto de choro, uma parte do líquido descende através das perfurações do prato enquanto que o restante ainda continua fluindo através do vertedor. O choro também pode ocorrer devido ao aumento da taxa de fluxo de líquido na coluna. Em qualquer um dos dois casos, a velocidade do fluxo de vapor que passa através das perfurações é insuficiente para vencer a perda de carga devido à altura de líquido presente sobre o prato. Segundo Kister (1992), a tendência ao choro é elevada com o aumento da fração de área perfurada, aumento da espessura do prato, elevação da altura de vertedor e aumento do fluxo de líquido, além da diminuição da tensão superficial da mistura utilizada. Billingham et al. (1995) citam que, enquanto que em colunas convencionais a condição de choro diminui consideravelmente a eficiência, colunas que pertencem ao Caso II de Lewis possuem a eficiência menos sensível às condições de choro.

De acordo com Wijn (1998), o prato pode ter um bom desempenho de separação bem abaixo do ponto de choro, desde que haja “*hold up*” de líquido suficiente acima do prato para permitir a transferência de massa. Com isso, Kister (1992) e Wijn (1998) citam que o limite inferior de operação de um prato somente é alcançado quando o ponto de choro excessivo ocorre (Figura 2.7 (5)). Neste ponto, uma grande quantidade de líquido descende pelos orifícios, interrompendo o trajeto usualmente percorrido ao longo do prato e prejudicando a transferência de massa. Enquanto que no ponto de choro somente um pouco da eficiência é perdida, no choro excessivo a redução da eficiência se torna mais notável.

Na Figura 2.7 pode ser visualizado que abaixo da condição de choro excessivo, ocorre o esvaziamento do prato (“*seal point*” ou “*dumping point*”) (Figura 2.7 (6)). Neste caso, a maior parte ou quase todo o líquido descende através dos orifícios antes de alcançar o vertedor de saída. Kister (1992) e Wijn (1998) citam que no ponto de esvaziamento, o fluxo de vapor é pequeno demais para manter o escoamento de líquido através das perfurações em níveis aceitáveis de eficiência.

2.3.2.2 Regimes de fluxo

Em trabalhos experimentais envolvendo colunas de pratos perfurados observou-se que, dentro da região de operação estável, indicada na Figura 2.7, diferentes comportamentos hidrodinâmicos podem ser encontrados (ZUIDERWEG, 1982). Estes comportamentos caracterizam os regimes de fluxos, que diferem entre si na forma de contato e na composição do líquido e do vapor.

Os regimes de fluxo influenciam diretamente a eficiência de prato, afetando a área interfacial de contato entre as fases. Neste sentido, estudos têm ressaltado a importância em se estudar os diferentes tipos de regimes, visando projetar determinado prato para operar no regime mais apropriado (LOCKETT, 1986; KISTER, 1992).

Os regimes são classificados de acordo com as características das dispersões que se formam sobre os pratos durante a operação de uma coluna de destilação. Quatro regimes de fluxo predominam, e os termos mais comuns para estes são: borbulhamento, espuma, “*froth*” e “*spray*”. O regime de espuma ainda pode ser dividido em dois outros tipos: espuma meta-estável ou celular e espuma instável ou *froth* homogêneo. Os regimes apresentados podem ser visualizados na Figura 2.8. Os diversos regimes podem ocorrer no mesmo prato, sob diferentes velocidades de vapor e de líquido. A tendência de um prato em operar em um regime de fluxo específico ainda pode depender das condições do fluxo, das propriedades físicas do sistema destilante em estudo, bem como de vários parâmetros mecânicos que compõem o próprio prato.

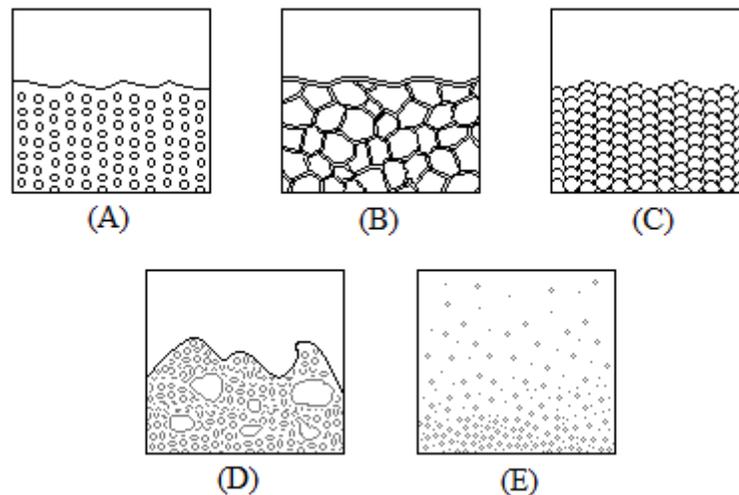


FIGURA 2.8 – Regimes de escoamento encontrados na operação de um prato perfurado: (A) borbulhamento, (B) celular, (C) *froth* homogêneo, (D) *froth* e (E) *spray*.

O regime de borbulhamento (Figura 2.8 (A)) ocorre apenas em baixas velocidades da fase vapor, muito próximo ao limite inferior de operação. Neste regime, bolhas discretas e individuais de vapor atravessam lentamente o líquido, devido unicamente a força de empuxo. A camada líquida presente sobre o prato normalmente é espessa e possui uma superfície bem clara. Com o aumento gradual da velocidade do vapor, ocorre o acúmulo das bolhas de vapor no líquido, e a camada clarificada de líquido é reduzida. Este fenômeno promove a formação de uma

camada superficial, constituída por espuma, que vai tomando espaço na dispersão formada sobre o prato.

O regime de espuma (Figura 2.8 (B) e (C)), por sua vez, caracteriza-se por uma pequena turbulência, onde as bolhas de vapor estão separadas por um fino filme de líquido. Como no regime de borbulhamento, a superfície da dispersão é bem definida. De acordo com Kister (1992), a espuma é formada apenas em alguns sistemas destilantes e alguns pratos projetados, e normalmente é promovida pelo efeito de tensão de superfície conhecido como “Efeito Marangoni”. Zuiderweg e Harmens (1958) identificaram que sistemas positivos (como por exemplo, etanol-água) possuem maior tendência de formar espuma, devido ao efeito de estabilização das bolhas de dispersão provocado pela variação de tensão superficial da mistura.

A formação de espuma é geralmente favorecida em pratos que possuem uma distribuição homogênea de furos, orifícios com pequenos diâmetros e baixas velocidades de vapor e líquido. De acordo com Lockett (1986), uma faixa de regimes de espuma pode ser obtida, dependendo do grau de estabilidade do filme líquido.

A espuma meta-estável ou celular (Figura 2.8 (B)) é composta por grandes bolhas de vapor, distorcidas em poliedros. Este regime ocorre em colunas de pequeno diâmetro, onde a parede da coluna promove a estabilização da espuma. Os regimes de borbulhamento e celular são freqüentemente encontrados em colunas de laboratório ou escala piloto. Segundo Kister (1992) e Syeda et al. (2007), não é interessante que estes dois regimes ocorram durante a operação de um prato perfurado comercial. Ao contrário da espuma meta-estável, a espuma instável é pouco resistente, e muitas vezes é confundida com o regime *froth*. Na espuma instável ou *froth* homogêneo (Figura 2.8 (C)), as bolhas de vapor permanecem unidas como esferas.

A dispersão formada por espuma geralmente possui uma maior altura do que a dispersão formada por *froth*. No regime de espuma, existe um maior *hold-up* de vapor no líquido e uma menor quantidade de líquido ao redor das bolhas de vapor e, portanto, a altura da espuma se eleva para comportar todo o líquido na dispersão. Com isso, certo grau de espuma pode aumentar a eficiência, elevando o tempo de contato entre as fases. Entretanto, espuma excessiva usualmente aumenta o arraste e o retorno de líquido ao vertedor, podendo levar a inundação da coluna (LOCKETT, 1986).

A combinação de sistemas positivos com velocidades moderadas resulta na formação de dispersões onde o líquido é a fase contínua. Assim, a razão entre a altura de líquido e o diâmetro

do orifício é maior que 2, existindo uma grande troca de quantidade de movimento entre as fases (FANE e SAWISTOWSKI, 1969).

Conforme a velocidade do vapor aumenta nos regimes de borbulhamento e espuma celular, o regime *froth* (Figura 2.8 (D)) é alcançado. Este regime caracteriza-se por uma elevada turbulência e bolhas de vapor que possuem velocidades, tamanhos e formatos variados. As bolhas estão separadas por uma maior quantidade de líquido do que na espuma, podendo circular rapidamente ao longo da dispersão. A superfície do *froth* é móvel e não uniforme, e geralmente coberta por gotículas.

De acordo com Kister (1992), o regime *froth* é o regime de operação mais comum na prática da destilação e sua hidráulica se aproxima bem do modelo clássico, mostrado anteriormente na Figura 2.4. Lockett (1986) cita que na destilação atmosférica tipicamente envolve operação neste regime.

Hofhuis e Zuiderweg (1979) identificaram que para as maiores velocidades de vapor no regime *froth*, surge um sub-regime chamado de *froth*-misturado (“*mixed regime*”). Neste sub-regime, apenas alguns orifícios do prato permanecem borbulhando enquanto que a maioria dos orifícios produz jatos e canais de vapor que penetram na dispersão. Quando a formação de jatos de vapor se torna o mecanismo dominante, ocorre a transição do regime *froth* para o *spray*.

O regime *spray* (Figura 2.8 (E)) ocorre em altas velocidades de vapor e baixas velocidades de líquido, onde uma pequena altura de líquido claro está presente sobre o prato. Neste regime, ocorre uma inversão na relação entre as fases, onde o vapor passa a ser a fase contínua, enquanto que o líquido se torna a fase dispersa. No regime *spray*, os jatos pulsantes de vapor que surgem de cada orifício, transformam o líquido em ligamentos, que rapidamente se quebram em pequenas gotículas. Estas gotículas são projetadas a distâncias bem acima da superfície do prato, retornando posteriormente ao mesmo, ou podendo ser arrastadas para o prato de cima. A dispersão formada sobre o prato possui uma superfície pouco definida, e, segundo Kister (1992), tem a aparência de uma “nuvem altamente turbulenta” de gotículas líquidas.

De acordo com a classificação apresentada por Zuiderweg e Harmens (1958), sistemas positivos normalmente formam espuma, ao passo que sistemas negativos possuem maior tendência em formar *spray*. Neste caso, a influência do efeito Marangoni atua na ruptura dos ligamentos de líquido, produzindo bolhas com tamanhos menores. Segundo Lockett (1986) e Kister (1992), operações em regime *spray* são favorecidas por orifícios de grandes diâmetros,

pequenas frações de área de orifício, colunas de pequeno diâmetro e espaçamento entre pratos relativamente grandes. Este regime é frequentemente encontrado em colunas que operam em baixas pressões ou a vácuo.

Diante das informações apresentadas, conclui-se que o desempenho de um prato em operação depende diretamente do regime de fluxo presente no mesmo. Neste sentido, um dos objetivos deste trabalho é realizar a comparação dos diversos tipos de dispersões formadas nos pratos de destilação convencional e paradestilação, sua ocorrência e comportamento, em função de diversos parâmetros de projeto e de operação.

2.3.3 Eficiência de separação

Pratos de destilação devem possuir a capacidade de promover um contato íntimo entre as correntes de vapor e líquido, podendo separá-las. Um contato mais completo e por um maior período de tempo leva a uma aproximação mais estreita do equilíbrio das correntes efluentes.

Na prática, as duas fases efluentes não estão em equilíbrio, em virtude da dispersão inadequada das mesmas no estágio. Como resultado, a modificação da composição de cada fase em um estágio real é quase sempre menor que a possível em um estágio de equilíbrio. Assim, o número de estágios teóricos de equilíbrio deve ser relacionado ao número de estágios reais que são necessários para determinada separação. Esta relação é denominada eficiência de estágio.

Os valores de eficiência expressam numericamente o processo de transferência de massa no prato, revelando o sucesso da operação do mesmo, e sua aproximação da idealidade.

Várias definições de eficiência de prato têm sido propostas ao longo dos anos, mostrando que as mais rigorosas e aceitáveis são também as mais difíceis de serem utilizadas na prática (LOCKETT, 1986). Ainda hoje, após tantas definições e críticas, a eficiência de Murphree (1925) é uma das mais amplamente empregadas nos cálculos que envolvem os processos de separação. O seu conceito consiste em uma seqüência de interpretações do fenômeno de transferência de massa.

2.3.3.1 Eficiência de Murphree

A eficiência global para um prato definida por Murphree (1925) relaciona o comportamento de um prato real com o de um prato ideal, assumindo que os fluxos molares das

fases vapor e líquida são constantes ao longo da coluna. Tradicionalmente tem-se empregado na literatura a definição de eficiência de Murphree para a fase vapor. Segundo Lockett (1986), E_{MV} é mais recomendada se os cálculos prato a prato forem feitos a partir da base em direção ao topo da coluna.

No caso da eficiência para a fase vapor, assume-se que as correntes líquidas que deixam ambos os pratos, real e ideal, sejam idênticas em quantidade e em composição; o mesmo ocorrendo para as correntes gasosas que chegam aos dois tipos de pratos. Uma representação esquemática de um prato real e de um prato ideal de uma coluna de destilação pode ser visualizada na Figura 2.9.

Este modelo considera que as correntes de entrada e de saída de vapor estão completamente misturadas e possuem composições médias de $y_{(n-1)}$ e $y_{(n)}$, respectivamente. As correntes de líquido estão misturadas e possuem composições constantes e uniformes na entrada e na saída do prato, mas não necessariamente isto ocorre com o líquido ao longo do mesmo. Assim, a composição do líquido varia entre $x_{(n-1)}$ e $x_{(n)}$ para as correntes que entram e saem do prato.

Quando se assume que não ocorre a mistura do líquido, a composição varia de forma uniforme de $x_{(n+1)}$ a $x_{(n)}$ sem ocorrer nenhuma variação no plano vertical (*plug flow*). Se o vapor ascendente que estiver deixando o prato $y_{(n)}$ se encontra em equilíbrio com o líquido de composição $x_{(n)}$ que flui pelo vertedor de saída, este é dito um estágio teórico, ou prato ideal.

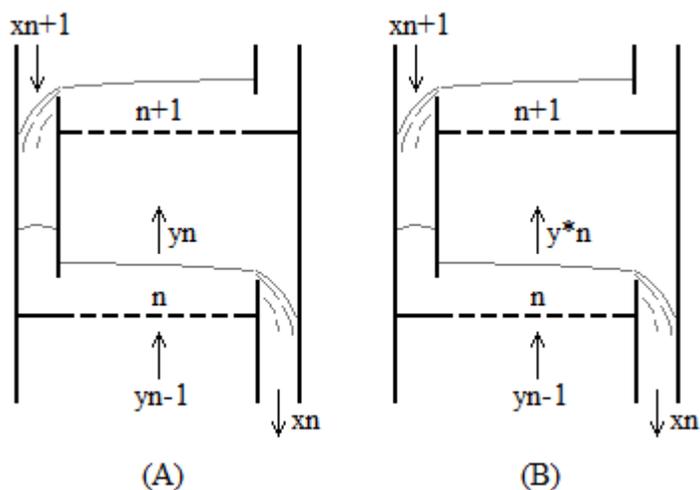


FIGURA 2.9 – Representação esquemática de um (A) estágio real e de um (B) estágio ideal definidos por Murphree (1925).

Dessa forma, define-se a eficiência de prato de Murphree com relação à fase vapor (E_{MV}) para um dado componente (i) da mistura, em uma coluna de destilação (Equação 2.4), e de forma análoga para uma coluna de paradestilação (Equação 2.5). Para uma mistura binária, o componente (i) é componente mais volátil utilizado. A nomenclatura utilizada nas equações especificadas é apresentada na Tabela 2.2.

$$E_{MV(i)} = \frac{y_{(n)} - y_{(n-1)}}{y_{(n)}^* - y_{(n-1)}} \quad (2.4)$$

$$E_{MV(i)} = \frac{y_{(n)} - y_{(n-2)}}{y_{(n)}^* - y_{(n-2)}} \quad (2.5)$$

TABELA 2.2 – Especificação da nomenclatura adotada no cálculo da Eficiência de Murphree para a fase vapor.

$y_{(n)}$	–	fração molar de etanol na fase vapor na saída do prato n;
$y_{(n)}^*$	–	fração molar de etanol na fase vapor em equilíbrio com a fase líquida que está saindo do prato n;
$y_{(n-1)}$	–	fração molar de etanol na fase vapor na entrada do prato n (saída do prato n-1 na coluna de destilação);
$y_{(n-2)}$	–	fração molar de etanol na fase vapor na entrada do prato n (saída do prato n-2 na coluna de paradestilação).

Na Equação 2.5, observa-se que as correntes de vapor utilizadas no cálculo da eficiência devem ser aquelas que atravessam pratos consecutivos localizados em um mesmo lado da coluna alternativa. É importante lembrar que na paradestilação, o prato imediatamente inferior ao prato n está localizado no lado oposto da coluna (Figura 2.1).

Por fim, vale destacar que em colunas industriais, existe apenas uma mistura parcial da fase líquida e, portanto, podem-se encontrar valores de eficiência de prato maiores que 100%. Segundo McCabe e Smith (1987), as eficiências de Murphree típicas para colunas de pratos perfurados ficam em torno de 0,65 a 0,75.

2.3.3.2 Fatores que influenciam a eficiência de prato

O desempenho de um estágio real depende de muitas variáveis físicas. Para as eficiências dos estágios serem altas, o tempo de contato entre o líquido e o vapor deve ser longo para permitir que a difusão ocorra, a superfície de contato entre as fases deve ser ampla, e uma intensidade relativamente alta de turbulência é requerida para obter altos coeficientes de transferência de massa.

A eficiência de separação depende do grau de contato entre as fases ao longo da coluna, que por sua vez, depende das características do projeto do prato, das condições de operação utilizadas no processo de destilação e das propriedades físicas da mistura destilante. Van Winkle (1967) e Kister (1992) apresentam algumas características que influenciam a eficiência em uma coluna de destilação de pratos perfurados (Tabela 2.3). Na literatura, existem divergências quanto à influência de algumas destas características; contudo, o consenso comum é que em menor ou maior grau, todas elas afetam de alguma forma o desempenho dos pratos perfurados.

Diversos parâmetros citados na Tabela 2.3 já foram estudados neste capítulo, e, portanto, apenas considerações especiais serão abordadas nesta seção. Assim, a seguir é apresentada uma breve revisão sobre as características que influenciam a eficiência de separação, e que são relevantes para o estudo da comparação entre as colunas de destilação e de paradestilação utilizadas neste trabalho.

TABELA 2.3 – Características que influenciam a eficiência de separação em uma coluna de destilação.

Parâmetros de projeto	Condições operacionais e propriedades da mistura destilante
Espessura do prato	Temperatura e pressão de operação
Forma de escoamento do líquido	Razão de refluxo
Tipo, altura, área e localização do vertedor	Velocidade das fases líquida e vapor
Fração de área livre, diâmetro, passo e arranjo dos orifícios	Características da dispersão formada sobre o prato
Espaçamento entre pratos	Densidade do líquido e do vapor
Diâmetro da coluna	Viscosidade do líquido e do vapor
	Tensão superficial da fase líquida
	Volatilidade relativa dos componentes

2.3.3.2.1 Características do projeto do prato

As características do projeto mecânico que afetam a eficiência de um prato são aquelas relacionadas à própria configuração básica e aos acessórios utilizados no mesmo. Para pratos perfurados, as características dos orifícios (fração de área livre, diâmetro, passo e arranjo) e dos vertedores (tipo, altura, área e localização) possuem papel fundamental na determinação da eficiência.

De acordo com Kister (1992), vertedores com maior altura elevam o nível de líquido sobre o prato nos regimes *froth* e emulsão. Como resultado, existe um aumento na área interfacial

e no tempo de contato com as bolhas de vapor. Assim, em regimes onde o líquido é a fase contínua, ocorre um aumento da eficiência.

Umholtz e Van Winkle (1957) citam que a eficiência do prato diminui com o aumento da área do vertedor e que a faixa de operação do prato praticamente duplica quando se duplica a área do mesmo. Segundo os autores, os fatores responsáveis por esta diminuição na eficiência podem ser a diminuição do caminho percorrido pelo líquido, a menor área disponível para o fluxo de vapor entre os vertedores e a diminuição da altura de líquido aerado sobre o prato.

Outro parâmetro que afeta a eficiência do prato é a fração de área perfurada. Segundo Kister (1990), existem indicações que menores frações de área de orifício aumentam a eficiência. Um exemplo deste fato pode ser encontrado no trabalho de Moraes (2006), onde os melhores resultados de eficiência na destilação foram encontrados na menor área livre de escoamento utilizada (1,9 %). Neste caso, o aumento da fração de área livre promove uma diminuição na altura da dispersão que se forma sobre o prato. Kister (1990) cita que a redução na altura da dispersão é acentuada em pratos contendo uma pequena fração de área de orifícios, entretanto se torna insignificante em frações acima de 10 %.

Segundo Umholtz e Van Winkle (1957), a razão do passo pelo diâmetro do orifício é um fator decisivo sobre a eficiência de transferência de massa. Quando os orifícios estão afastados, uma grande quantidade de líquido não consegue contatar o vapor. Por outro lado, quando os orifícios estão mais próximos uns dos outros, ocorre a coalescência das bolhas de vapor, gerando uma menor área superficial disponível para o contato com o líquido. Segundo os autores, deveria existir um máximo para a eficiência do prato em função desta razão. Não se encontrou uma evidência clara de que o diâmetro de orifício influencie a eficiência do prato. Contudo, Kister (1990) cita que sob o regime *froth*, pequenos orifícios provêm um melhor contato líquido-vapor, aumentando a eficiência.

2.3.3.2 Condições operacionais

Partindo-se do princípio de que o prato esteja operando dentro de sua faixa de estabilidade, diversos outros fatores que influenciam a eficiência do mesmo podem ser avaliados. Como exemplo, o comportamento hidrodinâmico das fases líquida e gasosa ao longo da coluna; o qual afeta diretamente os valores de eficiência. Neste caso, parâmetros como as velocidades das fases e os regimes de fluxo que podem ocorrer em um prato devem ser investigados.

A eficiência é alterada com a velocidade de vapor devido a sua influência sobre a altura da dispersão, o que altera o tempo de contato entre as fases. À medida que se aumenta a velocidade do vapor, no início da operação de um prato de destilação, alcança-se um ponto para o qual o líquido começa a ser retido sobre o mesmo. Com o gradual aumento da velocidade, a eficiência cresce rapidamente até atingir um valor máximo, após o qual começa a decrescer. Para maiores velocidades, atinge-se o limite superior de operação do prato, onde a eficiência decresce rapidamente. Com isto, observa-se uma curva parabólica para a eficiência com respeito à velocidade do vapor.

De acordo com McCabe e Smith (1987), para velocidades de vapor muito baixas, a eficiência dos pratos é baixa devido ao contato deficiente entre o líquido e o vapor. Para velocidades intermediárias, dentro do intervalo normal de operação, a eficiência dos pratos é máxima e é praticamente independente da vazão de vapor. Já, para velocidades elevadas de vapor, a baixa eficiência é observada devido à existência do fenômeno de arraste.

Conforme anteriormente observado, uma maior carga de líquido eleva o *holdup* do mesmo sobre o prato, proporcionando um aumento no tempo de contato com o vapor, e conseqüentemente aumentando os valores de eficiência de prato. Novamente cuidados devem ser tomados para que o limite superior de operação do prato não seja atingido.

Em geral, os valores de eficiência de prato diminuem com a redução da razão entre o líquido e o vapor (L/V). Ellis e Hardwick (1969) estudaram o efeito da razão de refluxo na eficiência de pratos perfurados de Oldershaw, realizando experimentos sob uma taxa constante de aquecimento. Foi encontrado que a eficiência de prato diminui consideravelmente para baixas razões de L/V na seção de retificação e também para altas razões de L/V na seção de esgotamento da coluna.

2.3.3.2.3 Propriedades físicas

As propriedades físicas das fases líquida e gasosa são constantemente modificadas durante a destilação de uma dada mistura. Estas modificações provêm variações nas características de operação da coluna, alterando a eficiência do processo.

Na literatura, podem ser encontrados diversos trabalhos experimentais que associam variações na eficiência de prato ao gradiente de tensão superficial da fase líquida (FANE e SAWISTOWSKI, 1969; HART e HASELDEN, 1969; SYEDA et al., 2004; ZUIDERWEG e

HARMENS, 1958). Os resultados normalmente são apresentados como uma função das características da espuma formada sobre os pratos de destilação. Assim, as relações encontradas incluem variações na eficiência de prato com a composição da fase líquida, altura da dispersão e tipo de regime de fluxo presente nos pratos.

A tensão superficial e seu gradiente são conhecidos por influenciar a eficiência dos pratos, afetando a estrutura da espuma das misturas gás-líquido. A tensão superficial de líquidos afeta o tamanho e a estabilidade das bolhas na espuma, e, portanto, influencia na área interfacial de contato entre as fases. O gradiente de tensão superficial é desenvolvido na interface gás-líquido, quando um dos componentes da mistura possui uma tensão superficial menor do que o outro. Líquidos puros ou misturas cujos componentes possuem tensão superficial semelhante, não exibem um gradiente de tensão superficial.

O mecanismo de estabilização da espuma provocado pelo gradiente de tensão superficial é conhecido como efeito Marangoni. Zuiderweg e Harmens (1958) introduziram o conceito de transferência de massa induzido pelo efeito Marangoni na destilação. Segundo os autores, é possível distinguir três tipos de sistemas com respeito às variações na tensão superficial desenvolvidas na corrente de refluxo: positivos, negativos e neutros.

Para sistemas positivos, existe um aumento na tensão superficial à medida que a corrente de refluxo flui através da coluna, o que em outras palavras significa que o componente mais volátil possui menor tensão superficial. Este sistema possui uma maior capacidade de formação de espuma quando comparado aos outros sistemas.

Enquanto que um gradiente de tensão superficial positivo aumenta a eficiência no regime de espuma, um gradiente negativo aumenta a eficiência no regime *spray*. Cabe ressaltar que tanto para os sistemas positivos quanto negativos, as volatilidades relativas devem ser grandes o suficiente para permitir a existência de gradientes de tensão superficial apreciáveis.

Em sistemas positivos, o gradiente de tensão superficial é o fator chave por detrás da estabilização da espuma. A espuma estável aumenta a área interfacial de contato entre as fases, e conseqüentemente leva a uma alta eficiência pontual. Entretanto, a força de estabilização da espuma diminui conforme a fração molar do componente mais volátil se aproxima de zero, ou de 1. Isto ocasiona uma redução significativa na área interfacial nestas regiões resultando em uma eficiência pontual menor (SYEDA et al., 2004).

De fato, sistemas positivos exibem uma maior eficiência pontual no meio da faixa da curva de eficiência versus composição. Assim, uma redução significativa da eficiência normalmente é observada nas regiões de alta e baixa concentração do componente mais volátil. Para os sistemas negativos e neutros, a variação da eficiência com diferentes composições é negligenciável e não segue a tendência dos sistemas positivos. O aumento da eficiência pontual acompanhado pela queda brusca nas concentrações extremas é um fenômeno bem estabelecido para os sistemas positivos.

Hart e Haselden (1969) encontraram que para sistemas positivos a variação na altura da dispersão passa através de um valor máximo e a densidade da dispersão passa por um valor mínimo. Segundo os autores, a grandeza deste máximo não está diretamente relacionada à diferença de tensão superficial dos componentes puros, mas é dependente das vazões dos fluidos. Verificaram também, que a composição na qual este máximo ocorreu era independente das vazões dos fluidos. De acordo com os autores, os máximos ocorreram nas concentrações intermediárias das misturas destilantes utilizadas.

Zuiderweg e Harmens (1958) predisseram que os sistemas positivos deveriam apresentar um valor máximo para a eficiência com a composição, sendo que este máximo deveria ocorrer para a composição na qual a força motriz de transferência de massa fosse máxima. Assim, Hart e Haselden (1969) concluíram que a altura da dispersão não aumenta na mesma proporção da força de transferência de massa.

Uma explicação sobre essa diferença na altura da dispersão pode ser feita utilizando as propriedades físicas do sistema. No caso de sistemas positivos, é esperado que a posição da altura máxima de dispersão seja deslocada para o componente mais leve, devido à pequena taxa de líquido drenado da dispersão. Hart e Haselden (1969) citam que este deslocamento entre as dispersões preditas e observadas, da máxima altura de espuma e da máxima eficiência de dispersão, foi sempre direcionado para o componente mais leve.

Um exemplo deste resultado é apresentado por Reinehr (1987), o qual verificou que, para o sistema etanol-água, a força motriz apresentou um valor máximo entre as composições de 20 e 40 %, e que assim, o máximo de eficiência e de altura de dispersão se encontrava deslocado na direção do componente menos denso.

Syeda et al. (2004), utilizando uma coluna de destilação de *Oldershaw*, operada a uma velocidade de vapor constante (0,25 m/s) e regime *froth*, encontraram que para o sistema positivo

metanol-água a altura de dispersão é máxima e constante na faixa de concentração de metanol compreendida entre 0,2 e 0,8, sendo que nos extremos da faixa ocorre uma diminuição brusca desta altura. Com isso, os autores destacam que as bolhas estabilizadas geram maior altura de dispersão no meio deste intervalo de concentração.

2.4 CONCLUSÃO

De acordo com as informações apresentadas neste capítulo, a coluna de paradedistilação possui algumas características que favorecem o processo de separação de uma mistura, quando comparado a coluna convencional. Algumas vantagens incluem: aumento no número de estágios (por seção de altura de coluna), aumento do gradiente de concentração entre as fases líquida e gasosa, aumento da altura de líquido sobre o prato, redução da altura da coluna (para uma mesma separação da convencional), redução na queda de pressão e escoamento helicoidal do líquido (Caso II de Lewis).

Estudos computacionais revelam o sucesso da operação de uma coluna de paradedistilação, descrevendo minuciosamente todas as características apresentadas. Contudo, estudos experimentais são necessários, e, além disso, dados mais precisos de eficiência para o novo processo precisam ser encontrados.

Assim, a primeira etapa deste trabalho, consistiu no estudo das principais características dos processos de destilação convencional e de paradedistilação. Com os conhecimentos teóricos necessários, partiu-se então para a realização do projeto proposto, ou seja, a construção dos equipamentos, o planejamento experimental, e a realização dos testes experimentais nas colunas de destilação e de paradedistilação.

O Capítulo 3 apresenta os materiais e métodos utilizados para a realização deste trabalho.

CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são descritos os materiais e os métodos utilizados no desenvolvimento do trabalho, incluindo detalhes dos equipamentos, procedimento experimental adotado, características da mistura teste e os métodos de análise das amostras. Ao final, é apresentada uma comparação detalhada entre os projetos das colunas de destilação convencional e de paradedestilação.

3.1 INTRODUÇÃO

O objetivo deste trabalho consistiu na comparação entre os processos de destilação e de paradedestilação, através do estudo experimental em colunas dos dois tipos. Para tanto, foram construídas duas colunas em escala de laboratório, e realizados ensaios sob diversas condições operacionais. Os experimentos foram conduzidos utilizando uma mistura de etanol e água. A coleta de dados ocorreu no estado estacionário, para o limite de operação estável das colunas. Ainda, resultados computacionais foram obtidos por meio de um programa em Linguagem Fortran. Todo o trabalho foi desenvolvido no Laboratório de Processos de Separação (LPS) da Faculdade de Engenharia Química (FEQ) da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).

3.2 DESCRIÇÃO DOS EQUIPAMENTOS

A primeira etapa do trabalho consistiu na montagem dos equipamentos de destilação convencional e de paradedestilação. As colunas de separação foram construídas utilizando-se pratos de latão flangeados intercalados com tubos de vidro Pirex. Os refeedores e os condensadores

foram construídos em aço inox. O sistema era ainda constituído por um painel de controle do aquecimento e um regulador de voltagem. Um desenho esquemático do aparato experimental utilizado é mostrado na Figura 3.1.

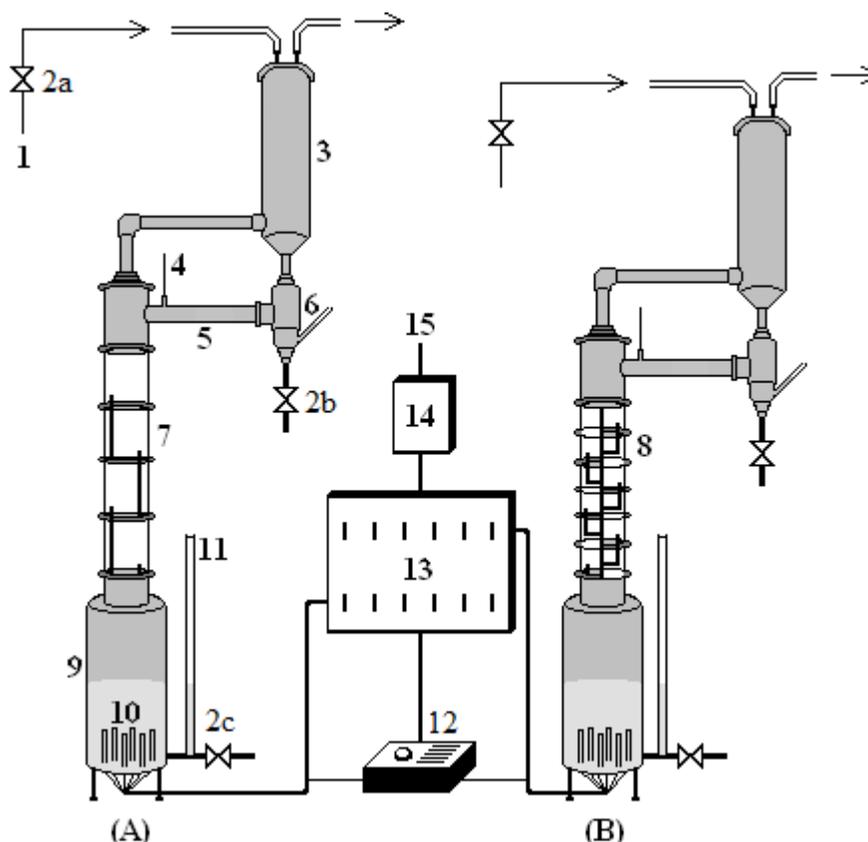


FIGURA 3.1 – Representação esquemática dos equipamentos de (A) destilação e (B) paradestilação:

1. Rede hidráulica	6. Mangueira de nível de refluxo	11. Mangueira
2. Válvula (a, b e c)	7. Coluna de destilação	12. Controlador de voltagem
3. Condensador	8. Coluna de paradestilação	13. Painel de controle
4. Termômetro	9. Refervedor	14. Chave elétrica geral
5. Tubo de retorno de refluxo	10. Resistências	15. Rede elétrica

3.2.1 Colunas de destilação e paradestilação

As colunas de destilação e de paradestilação possuíam 4 e 6 pratos respectivamente, e um diâmetro de 10 cm. Os pratos foram fixados à estrutura das colunas através de hastes de 5 mm de diâmetro e altura suficiente para unir estágios consecutivos. Entre os vidros e os pratos foram colocados anéis de borracha para promover a vedação. Durante os experimentos, os tubos de vidro permitiam a observação direta do comportamento das dispersões formadas em cada estágio. O esquema de montagem dos pratos é mostrado na Figura 3.2.

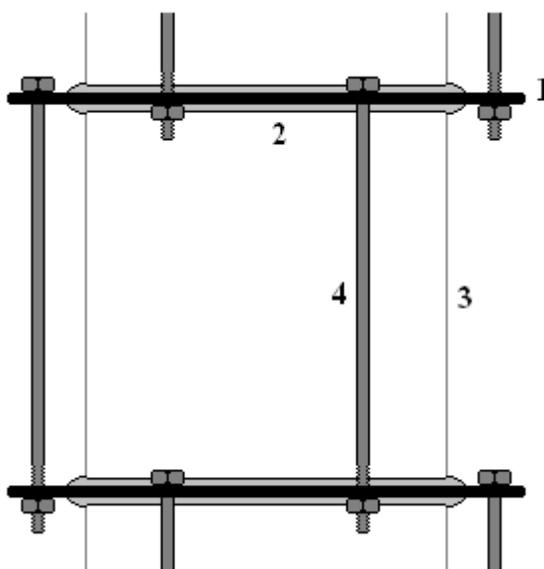


FIGURA 3.2 – Esquema de montagem dos pratos nas colunas de destilação e paradedistilação:

- | | |
|------------------------|------------------------|
| 1. Prato de latão | 3. Tubo de vidro Pirex |
| 2. Borracha de vedação | 4. Haste de fixação |

As colunas possuíam um espaçamento entre pratos de 15 cm. Como pode ser visualizado na Figura 3.1, a estrutura da coluna de paradedistilação (nº 8) permite que o tubo de vidro possua apenas metade da altura daquele utilizado na coluna de destilação (nº 7). Assim, dois pratos convencionais equivalem exatamente à mesma altura de três pratos alternativos, utilizando-se a mesma distância entre pratos. Com isso, verifica-se que as colunas de destilação e paradedistilação continham, respectivamente, alturas de 60 cm e 45 cm. Pode-se observar que apesar do maior número de pratos na coluna alternativa (50 % a mais), esta possuía uma altura 25 % menor.

Divisórias de latão foram posicionadas centralmente em toda a extensão da coluna alternativa, permitindo não somente a divisão da corrente de vapor, mas também o escoamento helicoidal da corrente líquida. A estrutura desta coluna é exatamente igual àquela mostrada na Figura 2.2 do Capítulo de Revisão Bibliográfica, onde também podem ser visualizados os vertedores circulares utilizados, localizados na entrada e saída dos pratos.

Na coluna de paradedistilação, o refluxo de líquido proveniente do condensador alcançava o último prato que estava localizado no lado direito desta coluna. Assim, como pode ser visualizado na Figura 3.3, os pratos de números 6, 4 e 2 estavam localizados no lado direito da coluna alternativa, enquanto que os pratos 5, 3 e 1 estavam localizados no lado esquerdo da mesma. A numeração apresentada será utilizada posteriormente no Capítulo 4 de Resultados e Discussões.



FIGURA 3.3 – Numeração dos pratos de (A) destilação e (B) paradestilação.

O isolamento térmico das colunas era realizado com canaletas de isopor, evitando uma perda excessiva de calor ao ambiente.

No Apêndice A é apresentada uma tabela contendo os parâmetros de dimensionamento das colunas utilizadas neste trabalho. Fotos dos equipamentos podem ser visualizadas no Apêndice B.

3.2.2 Pratos perfurados

Os pratos perfurados possuíam 14 cm de diâmetro e 2 mm de espessura. O diâmetro da seção transversal das colunas era de 10 cm, e, portanto, o restante da dimensão correspondia ao flange do prato. Os pratos de destilação possuíam 47 orifícios de 3 mm distribuídos em uma área circular. Os pratos de paradestilação possuíam 22 orifícios circulares, de mesmo diâmetro, distribuídos em uma área correspondente a um semicírculo. Ambos os pratos tinham a distribuição de furos em arranjo triangular, fornecendo uma mesma fração de área livre de escoamento de 4,5 %. Ainda, foi utilizada uma razão de *pitch*/diâmetro de orifício de 2,87. É importante observar que a fração de área livre adotada neste trabalho corresponde à razão da área total dos orifícios (A_o) pela área ativa do prato ($A_t - A_v$).

Os vertedores eram tubos circulares de alumínio com 19 mm de diâmetro externo e 16 mm de diâmetro interno. A fração de área ocupada pelos vertedores era de 3,5 % no prato convencional e de 7,5 % no prato alternativo. Vale lembrar, que no trabalho de Moraes (2006), os pratos de destilação e de paradestilação possuíam o mesmo critério de projeto; ou seja, a fração de área ocupada pelo vertedor e a fração de área ocupada pelos orifícios para os dois tipos de

pratos eram idênticas. Assim, o vertedor ocupava apenas 3,5 % de área no prato alternativo. Conforme o autor ressalta, a faixa de operação encontrada para esta coluna foi extremamente limitada, dificultando a comparação com a coluna convencional. É importante recordar que a configuração circular é somente indicada para colunas laboratoriais que operam com baixo fluxo de líquido, que é o caso deste trabalho.

O prato da paradestilação possuía duas regiões em formato de semicírculo. Um dos lados era totalmente aberto para permitir o livre fluxo de vapor. O outro lado constituía a parte ativa do prato, que continha os orifícios circulares e os vertedores de entrada e saída; ainda, comportando os fluxos de líquido e vapor que entravam em contato. Era neste lado do prato que ocorria toda a transferência de massa. Um desenho esquemático dos pratos utilizados é mostrado na Figura 3.4.

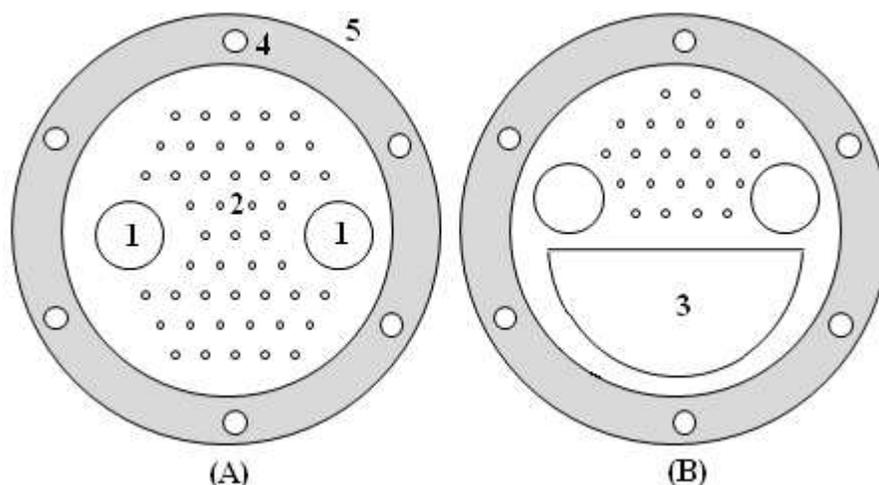


FIGURA 3.4 – Representação esquemática dos pratos de (A) destilação e (B) paradestilação:

- | | |
|--------------------------------------|------------------------------------|
| 1. Vertedores de entrada e saída | 4. Furos para as hastes de fixação |
| 2. Orifícios | 5. Flange do prato |
| 3. Área aberta para o fluxo de vapor | |

3.2.3 Refervedor

Os refervedores, localizados na base das colunas, podem ser visualizados na Figura 3.1. Estes eram utilizados para evaporar a carga líquida alimentada, devendo estabelecer uma diferença de pressão suficiente para superar a queda de pressão total da coluna. Cada refervedor possuía seis resistências elétricas acopladas (nº 10), com potências de aproximadamente 1900 W cada, acionadas no painel de controle (nº 13). Em cada refervedor, existia uma resistência ligada

ao regulador de corrente (nº 12), para o ajuste fino da potência desejada. Ambos os refervedores foram isolados com fibra de vidro de modo a minimizar as perdas de calor. Uma manta de alumínio foi colocada para reforçar a barreira térmica.

A mangueira de silicone (nº 11) era utilizada para a alimentação da mistura líquida no refervedor, e também para a entrada do líquido condensado em operações de refluxo parcial. Além disso, permitia o acompanhamento da variação total de pressão no interior do refervedor através da oscilação da altura de líquido que se observava na mangueira. A válvula localizada na base do refervedor (nº 2c) era utilizada para drenagem da mistura líquida.

3.2.4 Condensador

O vapor proveniente do topo das colunas era transformado em líquido nos condensadores, que podem ser visualizados na Figura 3.1. Existiam serpentinas de cobre, de passo triplo, localizadas no interior, onde água à temperatura ambiente trabalhava como fluido refrigerante. A vazão da água era controlada manualmente através da válvula nº 2a. O topo de cada condensador estava aberto ao ambiente, mantendo a pressão atmosférica local (aproximadamente 94,5 kPa). Na saída de cada condensador existia um tubo de latão, utilizado para conduzir o refluxo ao último prato da coluna. A temperatura do refluxo podia ser medida através de um termômetro acoplado a esse tubo (nº 4). A mangueira de nível de refluxo (nº 6), era utilizada para observar o nível do mesmo, evitando problemas com inundação do último prato. A válvula nº 2b, também localizada na saída de cada condensador era utilizada para regular a vazão do mesmo em operações de refluxo parcial. O líquido que não retornava a coluna constituía o destilado, alimentado através da mangueira de silicone (nº 11).

3.3 MISTURA LÍQUIDA

Os experimentos foram realizados com uma mistura de etanol-água, nas composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol. Além de baratos, estes componentes possuem baixa viscosidade, facilitando a limpeza das colunas.

Etanol e água são substâncias totalmente miscíveis. A mistura destes componentes forma um azeótropo homogêneo de mínimo à pressão atmosférica, com fração molar de etanol de 0,894 e temperatura de ebulição de 351,3 K. A formação do azeótropo ocorre devido ao comportamento da curva de equilíbrio líquido-vapor para esta mistura, onde a volatilidade relativa se torna muito baixa para composições superiores a 0,7. Isso justifica a utilização de composições baixas de etanol na alimentação, pois utilizando grandes quantidades deste componente, muitos pratos poderiam alcançar valores de composição muito próximos uns dos outros, impossibilitando a análise do perfil de composição ao longo das colunas.

Nas condições de operação utilizadas, foram encontradas temperaturas de aproximadamente 373,15 K na base de ambas as colunas (temperatura de ebulição do componente menos volátil) e, temperaturas próximas ao azeótropo no topo das mesmas. Assim, conforme esperado, as propriedades das fases líquida e vapor variavam de prato a prato, pois estas são funções da temperatura e da composição. As propriedades físicas dos componentes puros são apresentadas na Tabela 3.1. Os valores de massa específica são dados na temperatura de 293,15 K; e as temperaturas de ebulição normais a pressão atmosférica de $1,013 \times 10^2$ kPa.

TABELA 3.1 – Propriedades do etanol e água puros.

Componente	MM (g/mol)	ρ (g/cm ³)	Temperatura de Ebulição (K)
Etanol (C ₂ H ₆ OH)	46,07	0,7915	351,55
Água (H ₂ O)	18,02	0,9982	373,15

Fonte: Perry et al., (1997).

3.4 ENSAIOS EXPERIMENTAIS

As colunas de destilação e de paradestilação foram operadas sob condições de refluxo total e parcial. Além disso, os experimentos foram realizados sob diversas potências de aquecimento, para toda a faixa operacional das colunas. O procedimento experimental adotado é exposto a seguir, incluindo a operação das colunas, a coleta dos dados experimentais e a determinação dos limites de estabilidade dos pratos.

3.4.1 Operação das colunas de destilação e paradedistilação

Um fluxograma contendo as etapas seguidas antes das colunas entrarem em operação é mostrado na Figura 3.5. O procedimento é válido para ambas as colunas, e em todos os experimentos realizados. Vale lembrar que a numeração utilizada para especificar cada parte dos equipamentos remete ao uso da Figura 3.1.

O registro de água (nº 2a) era controlado de acordo com a potência fornecida no refulvedor, sendo aberto o suficiente para condensar todo o vapor proveniente do topo da coluna.

As dispersões se formavam cerca de 20 a 30 min após as resistências terem sido ligadas, com o retorno do vapor condensado para a coluna. É importante lembrar que a mangueira de nível de refluxo (nº 6) era mantida fechada até a formação do selo d'água, evitando assim a saída de vapor para o ambiente.

A corrente elétrica era medida diretamente nos fios ligados às resistências com o uso de um multímetro. A potência era calculada através da multiplicação do valor da corrente pela da voltagem da rede. O ajuste fino da potência era realizado no regulador de voltagem.

Após a formação de dispersão sobre os pratos, a válvula nº 2b era mantida fechada, quando em operação de refluxo total, ou parcialmente aberta se a operação fosse conduzida em refluxo parcial. Em operações de refluxo total, todo o líquido proveniente do condensador retornava ao topo da coluna através do tubo de refluxo. Em refluxo parcial, parte do vapor condensado retornava a coluna, enquanto que a outra parte constituía o destilado, alimentado continuamente ao refulvedor, através da mangueira de silicone (nº 11).

O refluxo parcial era ajustado manualmente pela válvula nº 2b, localizada na saída do condensador. Devido à dificuldade encontrada para o ajuste preciso desta válvula, foram analisadas as razões de refluxo nas faixas entre 5-7, 10-12 e 15-17. Razões de refluxo maiores não foram obtidas, pois esta válvula não era tão sensível a pequenas variações de vazão.

Vale salientar, que pelo menos uma potência foi escolhida em cada série de experimentos em refluxo total, para ser utilizada nas operações sob refluxo parcial. Neste caso, a maior vazão de topo, encontrada na primeira série de experimentos realizada (coluna de paradedistilação e fração molar inicial de 2 % de etanol), foi utilizada como base na escolha das potências utilizadas em todas as operações sob refluxo parcial. Outras informações sobre as operações em refluxo parcial serão fornecidas no Capítulo 4 de Resultados e Discussões.

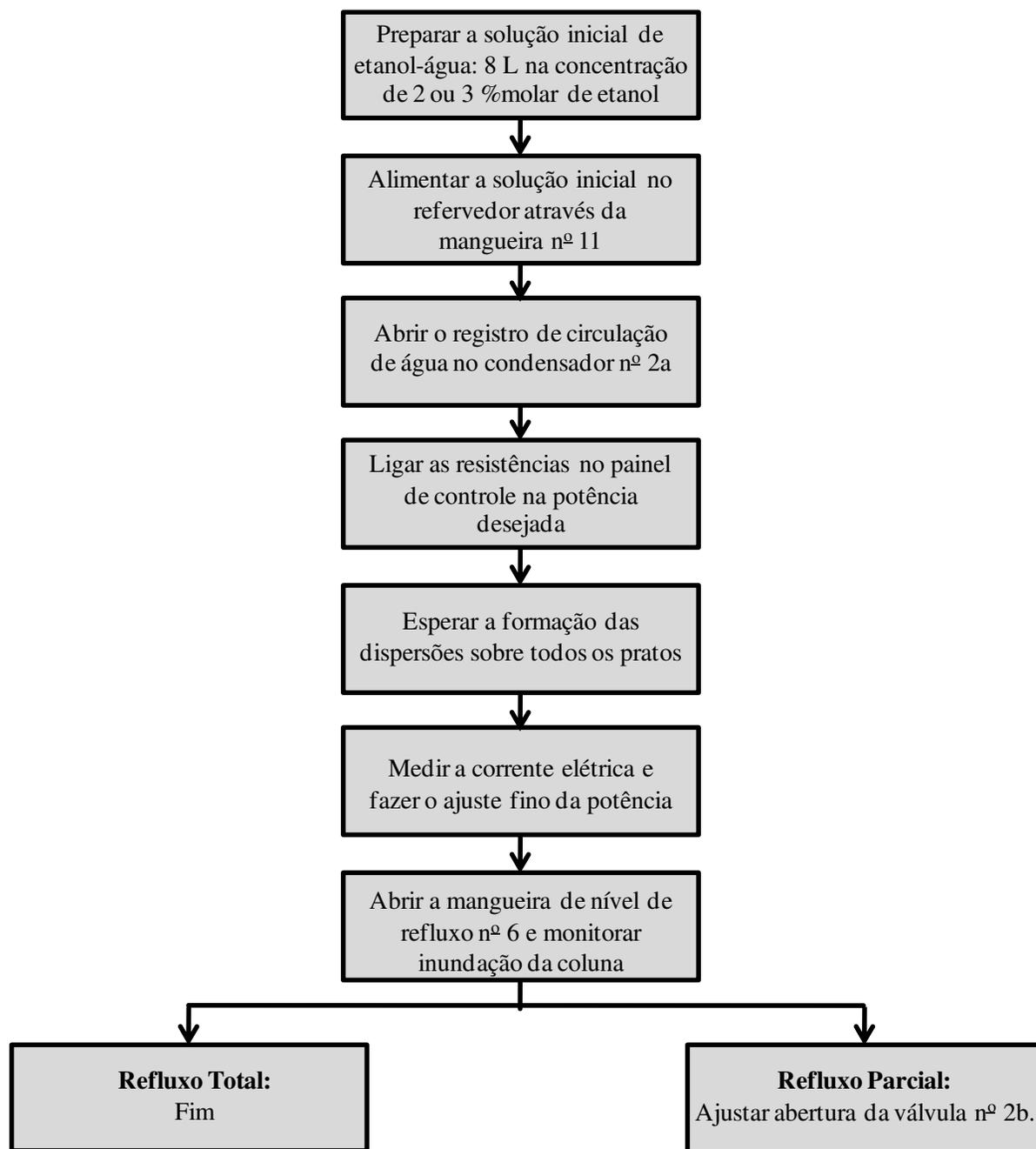


FIGURA 3.5 – Fluxograma do procedimento inicial de operação das colunas.

3.4.1.1 Coleta de dados experimentais

Aproximadamente 30 min após a formação das dispersões sobre os pratos, era iniciada a coleta de amostras. Uma pequena quantidade de líquido era retirada (0,5 mL), em intervalos de 15 min, com o auxílio de uma seringa descartável.

As amostras eram coletadas na saída de cada vertedor, e sua leitura era realizada após as mesmas estarem em temperatura ambiente. Este procedimento se tornava necessário, pois o

equipamento de leitura, o refratômetro, estava calibrado na temperatura de 293,15 K. Assim, o filme de líquido adicionado sobre o prisma deveria atingir rapidamente esta temperatura.

Os experimentos eram finalizados somente quando o perfil de composição nas colunas permanecia constante ao longo do tempo, isto é, quando três medidas consecutivas de uma amostra eram encontradas como sendo idênticas. Assim, o tempo necessário para a coluna estabilizar era determinado, variando de acordo com as condições adotadas em cada experimento. Em regime permanente, a coleta dos dados experimentais era iniciada, de acordo com o fluxograma exposto na Figura 3.6.

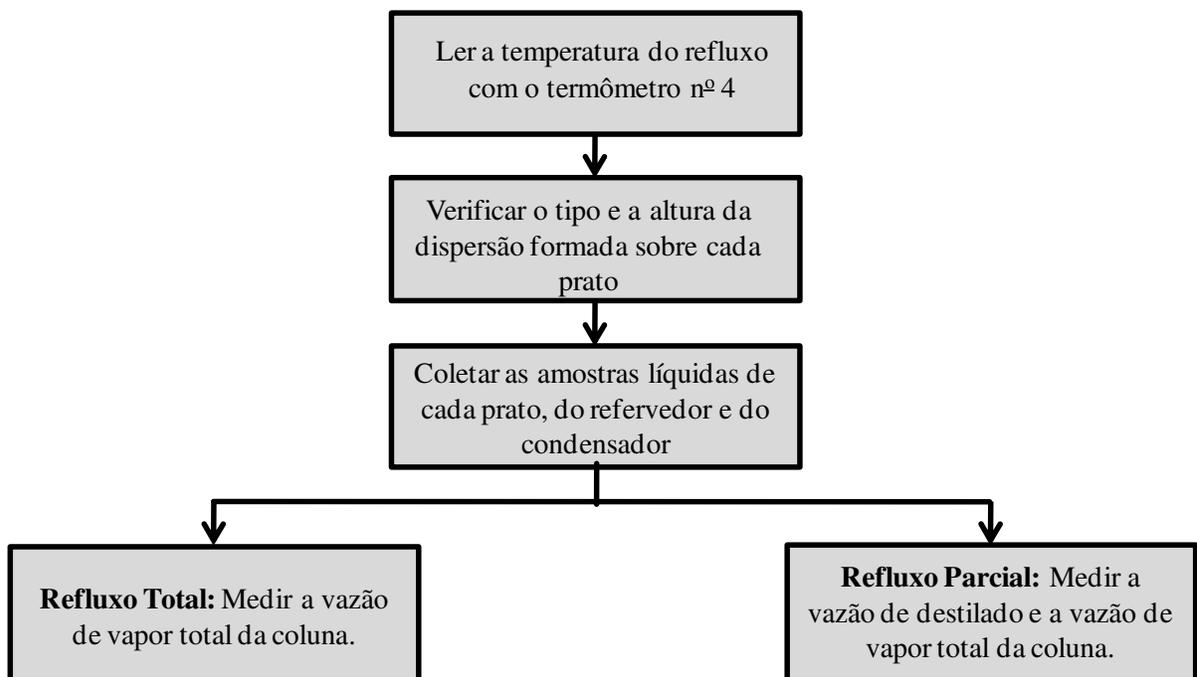


FIGURA 3.6 – Fluxograma do procedimento de coleta dos dados experimentais.

Com relação ao tipo e a altura das dispersões formadas sobre os pratos, duas observações devem ser feitas. Primeiro, foram encontrados diferentes tipos de dispersão, sendo em alguns casos observadas dispersões mistas, possuindo características de transição entre dois tipos de regimes. Ainda, algumas dispersões apresentaram pequenas oscilações na sua altura. Com isso, os resultados destes dados, expostos no Capítulo 4, incluem somente os regimes dominantes das dispersões observadas em cada prato, e ainda, uma média dos valores de altura encontrados.

Com relação à coleta das amostras, é importante destacar a precisão necessária na retirada de líquido sem a presença de bolhas de vapor, pois o mesmo poderia acarretar em erros de leitura. Além das amostras líquidas, retiradas de todos os pratos (seis pratos na coluna de paradestilação e quatro na de destilação), eram coletadas amostras do retervedor e condensador. No topo do retervedor, era coletada uma pequena quantidade de vapor antes de este atingir o primeiro prato da coluna. No condensador, havia uma seringa acoplada a mangueira de nível de refluxo para a coleta da amostra líquida ao final do experimento. Para amostras contendo uma grande concentração de etanol, uma maior quantidade de líquido era coletada, procedendo-se a uma diluição. A determinação da composição da fase líquida será explicada adiante.

Para as operações em refluxo total, a medida da vazão total de vapor do topo das colunas era realizada através da abertura da válvula nº 2b, sendo que primeiramente o líquido residual (selo) era descarregado, procedendo imediatamente à coleta do condensado por 10 s. Em refluxo parcial, media-se primeiramente a vazão do destilado e por último a vazão total de vapor. A vazão do refluxo é a diferença entre a vazão total de vapor da coluna e a vazão do destilado. A razão de refluxo é calculada através da razão entre vazão de refluxo e a vazão do destilado.

3.4.1.2 Pontos de retenção de líquido e inundação

Os limites de operação estável das colunas foram determinados em regime de refluxo total, através da variação da potência de aquecimento fornecida no retervedor. O limite inferior foi determinado através da mínima velocidade superficial de vapor, necessária para a retenção de líquido sobre todos os pratos, sem presença de choro. Já o limite superior foi determinado de acordo com a altura da dispersão formada sobre os pratos. Quando esta altura em um dado prato ocupasse todo o espaçamento entre pratos (0,15 m), considerava-se que a coluna estava sob o regime de inundação. Assim, o limite superior foi determinado pela máxima velocidade superficial de vapor utilizada sem provocar a inundação do prato.

3.4.2 Métodos analíticos

3.4.2.1 Determinação da composição da fase líquida

A composição das amostras líquidas foi determinada através do método de análise do índice de refração da mistura. Para tanto, foi utilizado um refratômetro de ABBÈ, acoplado a um

banho termostático ajustado para 293,15 K. O método de leitura do índice de refração é simples, eficiente, e pequenas quantidades de amostra são utilizadas.

Primeiramente determinou-se a curva de calibração, utilizando diferentes amostras com composições conhecidas da mistura etanol-água. Através da leitura dos índices de refração correspondentes, foi montado o gráfico de fração molar de etanol no líquido versus índice de refração, mostrado na Figura 3.7.

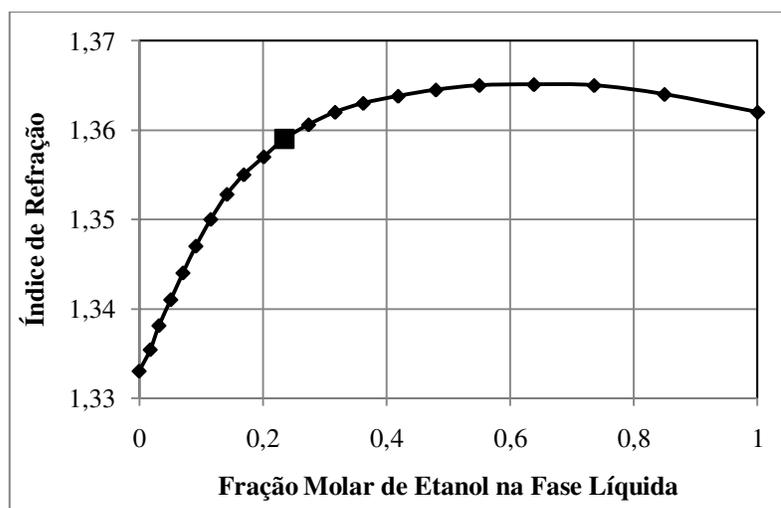


FIGURA 3.7 – Curva de calibração para o sistema etanol-água.

No ajuste polinomial da curva, foram encontradas equações exibindo coeficientes de correlação R^2 muito próximos a 1. Estas equações permitiram o cálculo direto das composições de etanol nas amostras líquidas, a partir da leitura do índice de refração das amostras coletadas nos experimentos.

Para amostras contendo composições superiores a 23,5 mol% de etanol ($IR = 1,3590$), decidiu-se proceder a uma diluição, utilizando igual volume de água (ponto em destaque, Figura 3.7). Como se pode observar na curva de calibração, acima desta composição, pequenas variações na leitura do índice de refração das amostras correspondem a grandes variações na composição da mesma. Neste caso, pequenas variações na leitura poderiam resultar em dados totalmente equivocados dos valores de composição. Quando a diluição é realizada, deve-se proceder a um balanço material para se determinar a fração inicial de etanol na amostra original.

Os erros de diluição foram encontrados utilizando amostras contendo diferentes composições conhecidas da mistura etanol-água. Após a diluição de cada amostra, efetuava-se a

leitura do índice de refração, e utilizando a curva de calibração, encontrava-se a composição da amostra original. Os erros encontrados foram de aproximadamente 2 %, para amostras contendo composições próximas aos 24 mol% de etanol, e de 4 % para amostras mais concentradas.

3.4.2.2 *Determinação de outras variáveis*

Um programa computacional em Linguagem Fortran, desenvolvido por Belincanta (2004) e adaptado por Moraes (2006), foi utilizado para a resolução do sistema de equações dos balanços de massa, energia e equilíbrio das colunas de destilação e de paradedistilação. Os cálculos forneceram os perfis de composição da fase vapor, das velocidades das fases líquida e vapor e da temperatura ao longo das colunas, além dos valores da eficiência de Murphree para a fase vapor. Os dados experimentais de temperatura e vazão total no topo, perfil de composição da fase líquida e vazão de destilado foram utilizados como dados de entrada para o programa. Ainda, foram utilizadas correlações de equilíbrio líquido-vapor da mistura. Os dados de equilíbrio foram preditos utilizando o método binário de Wilson. A pressão de vapor dos componentes puros foi calculada pela equação de Antoine. O Apêndice C contém todo o procedimento utilizado para o cálculo das duas colunas.

3.5 PROJETO DAS COLUNAS DE DESTILAÇÃO E PARADESTILAÇÃO

A primeira etapa do trabalho constituiu na definição de aspectos geométricos das colunas, onde foram estabelecidos parâmetros como o número de pratos, a fração de área livre de escoamento e o diâmetro dos vertedores. Conforme descrito anteriormente, foram adotadas as modificações propostas no trabalho de Moraes (2006), onde as colunas de destilação e de paradedistilação passaram a ter 4 e 6 pratos respectivamente, e foram utilizados vertedores de mesma dimensão. Além disso, optou-se por utilizar a fração de área livre de 4,5 %, complementando resultados encontrados nos trabalhos de Belincanta (2004) e Moraes (2006).

Com relação à modificação do número de pratos da coluna de destilação, buscou-se obter a equivalência de separação entre as colunas, de acordo com o aumento apontado em diversos trabalhos (CANFIELD, 1984; GOUVEA, 1999; HEUCKE, 1986; MESZAROS e

FONYO, 1990), onde são necessários 33 a 55 % a mais de estágios na coluna de paradestilação para obter a mesma separação da coluna convencional, dependendo do sistema destilante utilizado.

Gouvea (1999), em seus estudos computacionais de comparação entre as colunas de destilação e paradestilação, utilizando a mistura etanol-água e operação à pressão atmosférica, encontrou que são necessários exatamente 50 % a mais de estágios na coluna alternativa para promover a mesma separação da coluna convencional. Assim sendo, adotou-se este resultado como base para definir o número de estágios utilizados neste trabalho.

A área do vertedor é um parâmetro importante a ser dimensionado, uma vez que influencia diretamente na capacidade da coluna. Moraes (2006) verificou que uma mesma fração de área ocupada pelo vertedor em ambas as colunas, reduz significativamente a faixa de operação da coluna alternativa. Vale lembrar que as duas colunas possuem a mesma carga líquida, entretanto, o vertedor utilizado pelo autor no prato de paradestilação possuía um diâmetro menor do que o utilizado na destilação, aumentando o fluxo de líquido no vertedor, e assim reduzindo o limite superior de operação.

Desta forma, neste trabalho optou-se por utilizar vertedores de mesmo diâmetro nas colunas de destilação e de paradestilação, visando o aumento da faixa de operação da coluna alternativa. Esta modificação na estrutura da coluna foi extremamente importante para realizar uma comparação mais detalhada entre os processos.

Ainda, neste trabalho foram utilizados espaçamentos entre pratos de 15 cm em ambas as colunas. Como exposto anteriormente, a configuração da coluna alternativa permite que pratos consecutivos estejam localizados em lados opostos da coluna. Neste caso, como pode ser visualizado na Figura 3.8, a distância entre estes pratos na paradestilação, faz com que o vertedor utilizado nesta coluna possua menos da metade do comprimento do vertedor utilizado na coluna convencional. Esta característica se apresenta como uma desvantagem para a coluna de paradestilação; e, sua influência na capacidade da coluna e em outros parâmetros de operação merece certo destaque, sendo avaliada adiante.

Para finalizar, é importante observar uma última modificação realizada nas colunas de destilação e de paradestilação de Moraes (2006). Segundo o autor, ambas as colunas possuíam o último prato diretamente ligado ao tubo de refluxo. O tubo, confeccionado de latão, além de não permitir a visualização do tipo e da altura da dispersão presente sobre o prato, dificultava a

observação da inundação do mesmo. Neste caso, o limite superior das colunas, quando encontrado no último prato, podia ser apenas observado quando o tubo de refluxo já continha uma fração substancial de líquido. Neste trabalho optou-se por adicionar um tubo de vidro Pirex (idêntico aos tubos utilizados entre os pratos) entre o último prato e o tubo de refluxo, permitindo a visualização da dispersão neste prato.

As modificações realizadas nas colunas de destilação convencional e pardestilação tiveram como objetivo facilitar a comparação entre os resultados experimentais encontrados na operação das mesmas. A influência destas modificações na análise dos resultados é estudada a seguir.

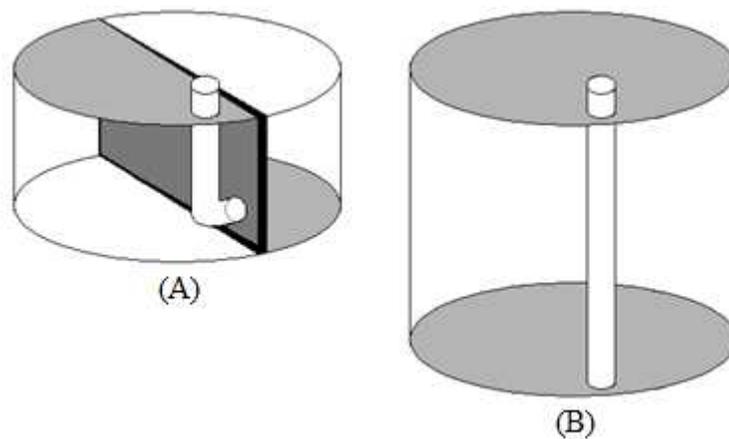


FIGURA 3.8 – Comparação entre o comprimento dos vertedores utilizados nas colunas de (A) destilação e (B) pardestilação.

3.6 CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia proposta, as colunas de destilação e pardestilação foram dimensionadas de forma a atenderem dois requisitos. Primeiro, ambas as colunas devem operar em uma ampla faixa de velocidades, adotando sugestões fornecidas por Moraes (2006) (aumento do diâmetro do vertedor na coluna alternativa). Segundo, as colunas devem fornecer uma eficiência de separação muito semelhante, uma vez que estas foram construídas com uma diferença no número de pratos fornecida por Gouvea (1999).

As colunas de destilação e de paradedstilação foram operadas sob diferentes condições de composição inicial da mistura (2 e 3 mol% de etanol), refluxos total e parcial (5–7, 10–12 e 15–17), e diversas potências de aquecimento.

Os dados coletados experimentalmente foram os perfis de composição do líquido, tipo e altura das dispersões, a temperatura do refluxo, a vazão de topo e a vazão do destilado, e por fim o tempo de estabilização das colunas. Com os programas em linguagem Fortran utilizados, foram encontrados os perfis de composição da fase vapor, perfis de temperatura e a eficiência de Murphree ao longo dos estágios.

Os resultados encontrados são apresentados e discutidos a seguir, no Capítulo 4 de Resultados e Discussões.

CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados experimentais obtidos através da operação das colunas de destilação convencional e de paradestilação. A primeira seção do capítulo é dedicada à operação das colunas, onde são abordados aspectos como os limites operacionais e tempo de estabilização. Na seqüência, é apresentada uma análise dos regimes de fluxo encontrados sobre os pratos durante os experimentos. Ainda, é realizada a comparação entre as colunas de acordo com os perfis de composição da fase líquida, tipo e altura das dispersões encontradas ao longo das mesmas. Neste tópico também é estudada a influência da razão de refluxo nos parâmetros citados. Por fim, são analisados os valores de composição de etanol no destilado e eficiência de pratos de Murphree para as duas colunas.

4.1 INTRODUÇÃO

O objetivo deste trabalho é realizar uma comparação entre os processos de destilação e paradestilação através do estudo do comportamento hidrodinâmico e da eficiência de separação em colunas dos dois tipos. Para tanto, foram realizados ensaios experimentais, sob diversas condições de operação, seguindo a metodologia descrita no Capítulo 3.

A comparação entre as colunas é realizada em termos dos perfis de velocidade para as fases líquida e vapor, e das condições iniciais de operação, como a composição da mistura líquida utilizada, a potência de aquecimento fornecida no refeedor e a razão de refluxo. Para tanto, os aspectos estudados são os limites operacionais (pontos de retenção de líquido e inundação) e tempos de estabilização das colunas, perfil de composição para a fase líquida, comportamento hidrodinâmico ao longo dos estágios (tipo e a altura das dispersões formadas sobre os pratos), e eficiência de Murphree para a fase vapor nas colunas.

É importante salientar que apenas resultados experimentais típicos serão expostos neste capítulo, sendo que estes fornecerão de forma concisa as análises realizadas neste trabalho.

Nas discussões a seguir, a coluna de destilação convencional será representada por D e a coluna de paradedistilação por PD. Essas siglas D e PD poderão também vir acompanhadas das composições iniciais de etanol, como por exemplo: D2% refere-se à operação realizada na coluna de destilação utilizando a fração molar inicial de 2 % de etanol.

4.2 OPERAÇÃO DAS COLUNAS DE DESTILAÇÃO E PARADESTILAÇÃO

A primeira etapa dos experimentos consistiu na análise do comportamento das colunas, avaliando-se aspectos de manutenção da estrutura física dos equipamentos (possíveis vazamentos) e de operabilidade, como isolamento térmico das colunas, ajuste das agulhas para a coleta de amostras, verificação da sensibilidade da válvula regulada nos experimentos em refluxo parcial, entre outros. Posteriormente, seguiu-se com o cronograma de ensaios pré-estabelecidos no projeto, realizando experimentos em toda a faixa operacional das colunas, buscando atingir os regimes limitantes de funcionamento.

4.2.1 Limites de operação

Conforme descrito anteriormente, os limites operacionais foram determinados em regime de refluxo total, através da variação da potência de aquecimento utilizada no refeedor. Assim, os limites superior e inferior foram encontrados, respectivamente, através da máxima e mínima velocidade superficial de vapor possível de ser alcançada na operação estável do prato. Vale lembrar que colunas de destilação devem ser operadas dentro destes limites, para não haver perda significativa na eficiência de separação.

Inicialmente, foi observado que para o sistema etanol-água, não é possível atingir nem o ponto de retenção de líquido nem o ponto de inundação em todos os pratos das colunas simultaneamente. Isto ocorre, porque existe uma variação da velocidade de líquido ao longo das colunas; o que é resultado do gradiente de concentração ao longo das mesmas e até mesmo do

tipo e altura das dispersões encontradas sobre os pratos. Neste caso, uma mesma velocidade de vapor suporta até uma determinada velocidade de líquido presente em cada estágio.

Na verdade, quanto maior for a diferença entre os volumes molares dos componentes da mistura submetida à destilação, maior será a variação da velocidade de líquido entre os pratos da coluna. Neste caso, para o sistema etanol-água, verifica-se que quanto maior for a composição de etanol no líquido presente sobre o prato, maior será a sua velocidade.

De acordo com o exposto, o limite inferior foi considerado quando todos os pratos das colunas possuíam uma determinada quantidade de líquido sem a ocorrência de choro. Ainda, o limite superior foi considerado quando pelo menos um dos pratos tivesse atingido a altura de dispersão de 15 cm.

Os pontos de retenção de líquido e inundação foram encontrados, respectivamente, nos primeiros e nos últimos pratos de ambas as colunas (sendo o refeedor o primeiro estágio e o condensador, o último). O choro era detectado através do gotejamento de líquido do segundo para o primeiro prato. Na maior parte dos experimentos, o segundo prato era o que possuía a menor das alturas de dispersão encontradas. A inundação, por outro lado, ocorria nos pratos 5 ou 6 da coluna PD e nos pratos 3 ou 4 da coluna D. Na coluna alternativa, o prato 5 possuía sempre uma boa altura de dispersão, e, portanto, inundava com grande frequência. Este fenômeno é originado devido à elevada velocidade de líquido encontrada neste prato, conforme será discutido a seguir.

Em ambas as colunas, para uma velocidade superficial de vapor acima da capacidade máxima, ocorria o acúmulo de líquido tanto no último prato como no tubo de refluxo, resultando na inundação. Nestas condições, observava-se a elevação da altura de líquido presente na mangueira de nível adaptada ao tubo (Figura 3.1, nº 6).

A Tabela 4.1 apresenta os limites de retenção de líquido e inundação encontrados para as colunas D e PD. Os resultados estão divididos de acordo com a composição inicial no refeedor (x_{inicial} igual a 2 ou 3 mol% de etanol), e expressos em termos da faixa de velocidade superficial da fase vapor (vv), vazão volumétrica total no topo das colunas (para refluxo total, vazão de refluxo L_{re}) e potência de aquecimento (Pot) utilizada no dado experimento.

Na Tabela 4.2 são expostos os resultados encontrados por Moraes (2006), para os mesmos parâmetros citados acima, na operação das colunas D e PD utilizadas em seu trabalho. Os dados fornecidos foram encontrados nos experimentos utilizando pratos de 4,5 % de área livre

e uma composição inicial de 2 mol% de etanol. Vale lembrar que as colunas utilizadas por este autor possuíam a mesma quantidade de pratos (seis) e fração de área de vertedor (3,5 %).

É importante observar que os valores de velocidade da fase vapor não sofrem uma significativa variação ao longo das colunas, e com isso, os resultados apresentados nas Tabelas 4.1 e 4.2 para estes dados representam uma média dos valores encontrados em cada experimento.

TABELA 4.1 – Faixa de operação das colunas D e PD para as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol.

X_{inicial}	2 %	3 %
vv (cm/s)		
D	20,4 – 48,4	17,6 – 46,0
PD	21,7 – 44,1	23,2 – 45,8
L_{re} (cm³/s)		
D	2,4 – 5,1	2,2 – 5,5
PD	2,5 – 4,6	2,9 – 5,1
Pot (W)		
D	2200 – 5200	2000 – 4950
PD	3000 – 5350	3100 – 5000

TABELA 4.2 – Faixa de operação das colunas D2% e PD2% utilizadas por Moraes (2006).

	vv (cm/s)	L_{re} (cm³/s)	Pot (W)
D	23,1 – 54,2	2,7 – 5,0	2600 – 6750
PD	20,3 – 23,5	2,3 – 2,7	3200 – 3400

4.2.1.1 Comparação com os resultados de Moraes (2006)

Conforme exposto anteriormente, Moraes (2006) encontrou uma série de dificuldades ao operar a coluna PD devido à pequena área de vertedor utilizada, de forma que, o autor sugeriu aumentar o diâmetro do mesmo visando ampliar a faixa de operação desta coluna. A divisão da corrente de vapor na coluna alternativa faz com que a razão L/V seja o dobro da razão encontrada na coluna convencional, justificando a necessidade deste aumento. Neste caso, a fração de área ocupada pelo vertedor no prato PD deve ser maior que na D (ou seja, uma maior razão A_v/A_t). De acordo com isso, neste trabalho foram utilizados vertedores de igual diâmetro nos pratos D e PD, fornecendo respectivamente, frações de área de 3,5 % e 7,5 %.

Através das Tabelas 4.1 e 4.2, verifica-se que para a mesma fração molar inicial, de 2 % de etanol, o limite superior de operação da coluna PD aumentou de 23,5 cm/s no trabalho de Moraes (2006), para 44,1 cm/s, neste trabalho. Ainda, foram utilizadas potências maiores no

refervedor, elevando o valor máximo de 3400 W para 5350 W. Com isso, a vazão volumétrica de topo foi aumentada de 2,7 cm³/s para 4,6 cm³/s.

De acordo com os resultados apresentados, ocorreu um considerável aumento da faixa de operação para a coluna alternativa utilizada neste trabalho.

Além disso, os dados encontrados para a faixa operacional da coluna de D foram muito semelhantes aos encontrados por Moraes (2006). Entretanto, de acordo com as Tabelas 4.1 e 4.2, uma maior potência foi necessária para alcançar o limite superior da coluna convencional utilizada pelo autor (ou seja, 6750 W contra 5200 W neste trabalho). Na verdade, conforme descrito anteriormente, neste trabalho foi adicionado um tubo de vidro entre o último prato de ambas as colunas e o tubo de refluxo. Este procedimento possibilitou a visualização do ponto de inundação, quando este ocorria no último estágio das mesmas. O limite superior das colunas D e PD de Moraes (2006) podia apenas ser visualizado quando o tubo de refluxo já apresentava uma grande quantidade de líquido, o que resultou no aumento da velocidade para este limite.

Por fim, destaca-se a importância das modificações realizadas na estrutura das colunas utilizadas por Moraes (2006). Na seqüência é realizada a comparação entre as colunas D e PD utilizadas neste trabalho, através da avaliação dos parâmetros citados na Tabela 4.1.

4.2.1.2 Comparação entre os resultados encontrados neste trabalho

De acordo a Tabela 4.1, a faixa de operação encontrada nas colunas D e PD é muito semelhante. No entanto, a coluna D possui os limites inferior menores e superior maiores do que os da coluna PD, ou seja, a faixa operacional da coluna convencional é levemente mais ampla que a da coluna alternativa.

Assim, na coluna PD, a velocidade mínima necessária para reter o líquido sobre o prato é maior que a encontrada para a coluna convencional. Enquanto que na D as velocidades superficiais de vapor mínimas para as composições de 2 e 3 mol% iniciais de etanol são de 20,4 e 17,6 cm/s respectivamente, na PD estas velocidades são, na mesma ordem, de 21,7 e 23,2 cm/s. Este fato pode ser explicado devido à razão L/V na coluna alternativa, que é duas vezes maior que na coluna convencional. Além disso, o prato PD tem somente metade da área do prato D; e, como os pratos de ambas as colunas operam com um fluxo único de líquido, é necessária uma velocidade de vapor superior na coluna alternativa para suportar a altura do líquido presente sobre o prato, sem a ocorrência de choro.

Com relação ao limite superior, a coluna convencional alcança uma maior velocidade de inundação do que a coluna alternativa. Assim, enquanto na coluna D2% e D3% as velocidades superficiais de vapor máximas são de 48,4 e 46,0 cm/s respectivamente, na coluna PD estas velocidades são, na mesma ordem, de 44,1 e 45,8 cm/s. Neste caso, tanto a área reduzida de prato, quanto a maior altura de líquido no prato PD, contribuem para restringir o limite superior desta coluna.

Outro fator que explica a diferença encontrada no limite superior das colunas, é que apesar do espaçamento entre pratos adjacentes ser o mesmo (15 cm), a distância entre pratos consecutivos na coluna PD é apenas metade da distância entre os pratos da D. Assim, como mostrado na Figura 3.8 do Capítulo de Materiais e Métodos, o comprimento do duto do vertedor de uma coluna PD possui pelo menos metade do comprimento daquele utilizado em uma coluna D, ou seja, 7,5 cm. Conforme descrito anteriormente, a altura do líquido dentro do duto deve ser suficiente para vencer a perda de carga total do prato mais a perda de carga pela entrada de líquido no vertedor. Assim, quanto maior for a altura do líquido, mais facilmente ocorre o escoamento do vertedor de entrada para o prato, e deste para o vertedor de saída. Quando a altura de líquido no vertedor já não consegue vencer esta perda de carga, o líquido não consegue mais escoar para o prato, e ocorre a inundação do vertedor, e em seguida, a inundação do prato. Neste caso, justifica-se novamente a inundação prematura da coluna alternativa com relação à convencional.

Analisando-se a Tabela 4.1, é encontrado que os limites operacionais também foram influenciados pela composição inicial de etanol. Observa-se para a coluna D, que o aumento da fração molar inicial de 2 para 3 % de etanol, diminui a velocidade superficial de vapor necessária para a retenção de líquido sobre o prato, bem como a velocidade de inundação da coluna. Este fato pode ser explicado através do efeito favorável à formação de espuma promovida pelo etanol, que eleva a altura das dispersões formadas sobre os pratos.

Para a coluna PD, entretanto, o mesmo resultado não foi encontrado. Neste caso, o aumento da composição inicial elevou ambas as velocidades de retenção de líquido e inundação. Este deslocamento da faixa operacional também foi observado por Belincanta (2004) e Moraes (2006) para a coluna PD. Neste caso, o aumento da composição de etanol ao longo da coluna com a composição da solução inicial não resultou em uma alteração significativa à formação de

diferentes tipos de dispersões que resultem na mudança da faixa de operação. O estudo dos regimes de fluxo encontrados durante os experimentos será realizado adiante.

Por fim, é importante avaliar os dados de velocidade superficial da fase vapor e vazão total no topo das colunas ao longo de toda a faixa operacional das colunas D e PD.

4.2.1.3 Capacidade das colunas

Os resultados de vazão volumétrica total no topo das colunas em função da potência de aquecimento fornecida no refeedor são mostrados na Figura 4.1. As curvas expostas representam todos os dados experimentais encontrados para as frações iniciais de etanol de 2 e 3 mol%, utilizando as colunas D e PD.

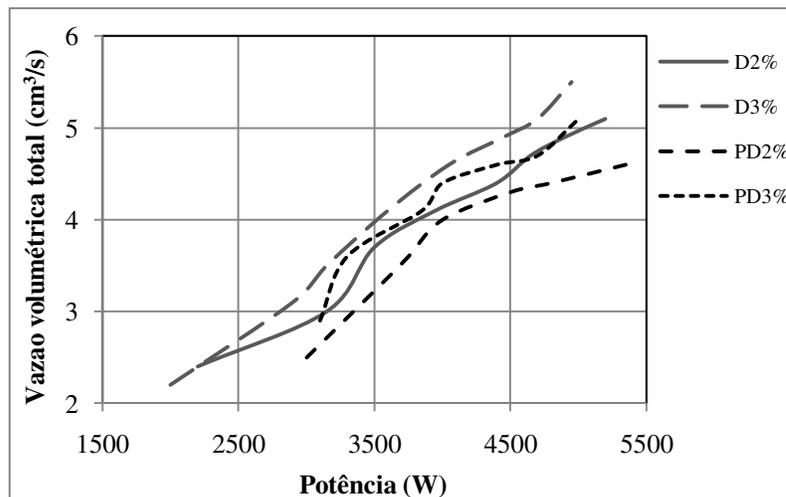


FIGURA 4.1 – Vazão volumétrica total no topo das colunas D e PD em função da potência de aquecimento para as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol.

Primeiramente, observou-se que para uma mesma potência de aquecimento fornecida em ambas às colunas, maiores velocidades da fase vapor, e também vazões de topo, são encontradas na coluna D. Este resultado foi verificado para toda a faixa operacional das colunas D e PD, e em todos os ensaios utilizando as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol, conforme se pode observar na Figura 4.1.

De acordo com Moraes (2006), essa diferença entre as colunas é acentuada com o aumento da potência de aquecimento e também com a utilização de uma maior composição inicial de etanol (neste caso, 3 mol%). Neste trabalho foi encontrado o mesmo comportamento

descrito pelo autor; entretanto, essa diferença entre as velocidades para a fase vapor das colunas é menos significativa.

Com isso, pode-se verificar através da Tabela 4.1 e da Figura 4.1, que a coluna PD necessita de uma maior potência para alcançar o limite superior de operação. Enquanto que na coluna D2% e D3% as potências máximas são, respectivamente de 5200 e 4950 W, na PD estas potências são, na mesma ordem, de 5350 e 5000 W.

O aumento da fração molar inicial de 2 para 3 % de etanol promoveu maiores vazões de topo, em ambas as colunas D e PD. Neste caso, pode ser verificado através dos valores de potência expostos, que em ambas as colunas, o aumento da composição inicial de etanol diminuiu significativamente a potência utilizada no limite superior de operação.

O estudo dos limites operacionais foi de extrema importância para o entendimento das relações existentes entre as capacidades das colunas, e como os parâmetros geométricos e as características de operação das mesmas influenciam os resultados apresentados. A seguir é realizada a análise dos tempos de estabilização encontrados ao longo dos experimentos.

4.2.2 Tempo de estabilização

Os dados experimentais foram coletados com as colunas operando em estado estacionário. Com isso, foi determinado o tempo necessário para que cada experimento estivesse estabilizado e os resultados encontrados são mostrados na Figura 4.2.

Primeiramente, observou-se que o tempo de estabilização é fortemente influenciado pela velocidade superficial de vapor utilizada. Assim, nas velocidades mais baixas (próximas ao limite inferior de operação) foi necessário um maior tempo para as colunas estabilizarem, enquanto que para as velocidades mais altas (próximas ao limite superior) o tempo encontrado era menor. Desta forma, os tempos foram contabilizados para as operações realizadas na faixa de velocidade de vapor entre 28 e 46 cm/s. Os valores expostos representam uma média entre os tempos encontrados nas colunas D e PD, e são divididos de acordo com a composição inicial de etanol na mistura (2 ou 3 mol%) e razão de refluxo (total (RT) ou parcial (RP)).

De acordo com a Figura 4.2, as colunas D e PD possuem tempos de estabilização relativamente próximos. Para os experimentos realizados com a composição inicial de 2 mol% de etanol, este resultado é verificado tanto em refluxo total, quanto em refluxo parcial.

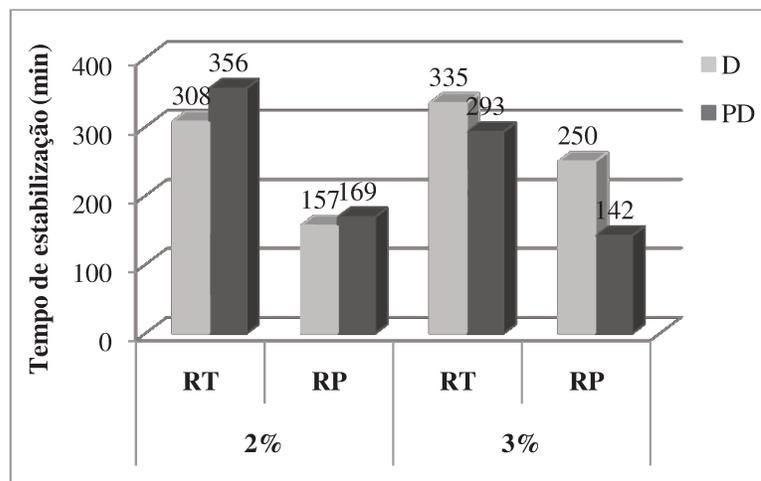


FIGURA 4.2 – Tempos de estabilização das colunas D e PD.

Para a coluna D3%, contudo, observa-se um maior tempo de estabilização para os dados de refluxo parcial. Neste caso, foi observado que nos experimentos para a composição inicial de etanol de 3 mol%, ocorria uma maior concentração do mesmo a partir do primeiro prato das colunas, principalmente na D (a qual possuía um menor número de pratos). Isto dificultava a verificação do ponto de estabilização, uma vez que o índice de refração utilizado para monitorar o estabelecimento do estado estacionário tem pequena variação a altas concentrações de etanol. Portanto, apesar da coluna D apresentar um tempo de 250 min para as operações em refluxo parcial, este valor pode ser menor, possivelmente próximo ao da coluna PD.

Este resultado é extremamente importante para a nova configuração em estudo, uma vez que colunas de destilação industriais podem levar desde horas até dias para atingir o estado estacionário. Neste caso, minimizando o tempo de partida da coluna, são reduzidos os custos com estratégias de implementação de partida, controle e operação do processo de destilação.

Comparando os resultados em termos da razão de refluxo, é verificado na Figura 4.2, que as operações em refluxo parcial necessitaram menos tempo para alcançar a estabilização que em refluxo total. Neste caso, cabe ressaltar, que nos experimentos de refluxo parcial, as concentrações nos diversos pratos de ambas as colunas caíam rapidamente logo no início de cada ensaio. Na coluna PD, esta queda era mais acentuada, e as concentrações nos diversos pratos da coluna tornavam-se aparentemente constantes em um tempo relativamente curto. Na coluna D, os valores de concentração permaneciam oscilando por um longo período de tempo, tornando difícil o estabelecimento do ponto final de cada experimento. Com isso, expõe-se a dificuldade em se

obter resultados precisos de tempo de estabilização sob condições de refluxo parcial. O comportamento descrito não é reportado na literatura, impossibilitando maiores explicações.

Observou-se que os experimentos realizados na razão de refluxo entre 15 e 17 possuíram um tempo de estabilização muito próximo aos experimentos sob refluxo total. Ainda, foi verificado que o tempo de estabilização diminuiu com a redução da razão de refluxo. Por fim, não foi observada uma forte influência da composição inicial de etanol nos valores de tempo de estabilização, independente da razão de refluxo.

4.3 REGIMES DE FLUXO

Em uma coluna de destilação, o comportamento hidrodinâmico do prato depende, entre outros fatores, do regime de fluxo presente. O tipo e a altura da dispersão formada sobre o prato, por sua vez, sofrem influência da geometria do mesmo, das propriedades físico-químicas das fases e das velocidades das fases líquida e gasosa ao longo da coluna.

Os regimes de fluxo influenciam diretamente na queda de pressão, nos limites de operação e principalmente na eficiência da separação. Isso ocorre, pois a taxa de transferência de massa depende diretamente da superfície de contato existente entre as fases, que por sua vez, é dependente da natureza e do grau da dispersão entre os fluidos. Neste sentido, é extremamente importante realizar o estudo dos regimes existentes nas colunas de D e PD, visando encontrar dispersões com características associadas à possível melhoria de desempenho no processo alternativo. Nesta seção é apresentado um estudo sobre os tipos de dispersão encontrados durante os experimentos, e sua ocorrência para cada uma das colunas utilizadas neste trabalho.

4.3.1 Tipos de dispersão

Neste trabalho, os regimes de fluxo encontrados em ambas as colunas D e PD foram borbulhamento (Bo), *froth* (FR), espuma meta-estável (regime celular (Ce)) e espuma instável (*froth* homogêneo (FH)). Além disso, foram observados diversos regimes de fluxo mistos, com características de transição entre dois tipos de regimes. Conforme descrito por Ho et al. (1969), as

transições entre os regimes não são acentuadas; certos regimes podem não ser observados sob determinadas condições e dois ou mais regimes podem coexistir.

As Figuras 4.3 e 4.4 mostram os tipos de dispersão encontrados, respectivamente, nas colunas D e PD, em função das velocidades das fases líquida e gasosa. Nestes gráficos são expostos os resultados para todo o conjunto de dados experimentais das operações em refluxo total, utilizando as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol.

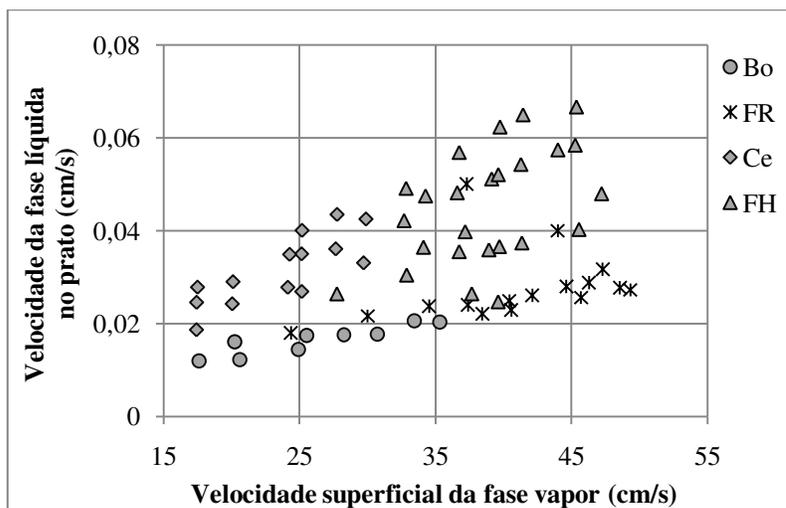


FIGURA 4.3 – Tipos de dispersão em função das velocidades das fases vapor e líquida para o todo o conjunto de experimentos em refluxo total da coluna D.

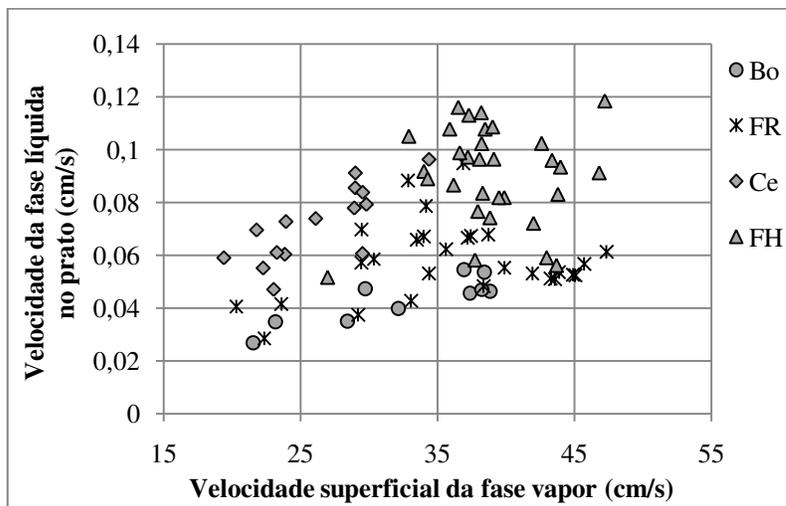


FIGURA 4.4 – Tipos de dispersão em função das velocidades das fases vapor e líquida para o todo o conjunto de experimentos em refluxo total da coluna PD.

Primeiramente, observou-se uma forte dependência do tipo de dispersão com a composição de etanol no líquido e com as velocidades das fases vapor e líquida ao longo das

colunas. Assim, conforme descrito anteriormente, os diversos regimes de fluxo podem ocorrer em um mesmo prato, sob faixas específicas de velocidades para ambas as fases.

De acordo com as Figuras 4.3 e 4.4, a velocidade da fase líquida na coluna PD é praticamente o dobro da mesma velocidade na coluna D. Assim, enquanto que na coluna PD, a faixa de velocidade para a fase líquida varia entre 0,027 cm/s e 0,118 cm/s, na coluna D esta mesma faixa se encontra entre 0,012 cm/s e 0,067 cm/s. É importante lembrar que o prato alternativo possui apenas metade da área do prato convencional. Apesar da diferença entre as velocidades de líquido, as dispersões encontradas seguiram uma mesma tendência em ambas as colunas, se distribuindo de forma muito semelhante através de toda a faixa de velocidades.

Ainda, devido às características geométricas das colunas, como espaçamento entre pratos e diâmetro de orifícios, foram observadas apenas dispersões onde o líquido é a fase contínua. Belincanta (2004), em sua coluna PD contendo 12 pratos, observou a presença do regime *spray* apenas utilizando pratos com área livre igual a 7,9 % (onde maiores velocidades para a fase vapor eram alcançadas).

Conforme observado no Capítulo 2 de Revisão Bibliográfica, sistemas positivos possuem maior tendência de formar espuma. Assim, utilizando a mistura de etanol-água, foram observadas dispersões com alturas elevadas, e um grande número de dispersões dos tipos *froth* homogêneo e espuma celular, em ambas as colunas D e PD.

De acordo com as Figuras 4.2 e 4.3, os regimes de borbulhamento e espuma celular ocorreram apenas nas velocidades mais baixas da fase vapor, até 35 cm/s.

Segundo Ho et al. (1969), com o aumento da velocidade do gás a partir do zero, a fração de *hold-up* do gás aumenta regularmente e a dispersão consiste em uma grande quantidade de bolhas em uma faixa de tamanho limitada. Neste ponto, é alcançado o regime de fluxo de borbulhamento. Neste trabalho, o regime de borbulhamento foi encontrado apenas no primeiro prato de ambas as colunas e em baixas velocidades da fase líquida. Neste regime, a dispersão formada sobre o prato possuía uma boa altura de líquido claro, seguida de uma camada superficial relativamente turbulenta, constituída por espuma. Assim, na maioria dos experimentos, principalmente nas velocidades mais altas da fase vapor (onde este regime ocorria) e utilizando a composição inicial de 3 mol% de etanol, este regime era acompanhado por um misto com *froth*. Além disso, a camada constituída por espuma era relativamente maior na coluna PD, devido à maior velocidade encontrada para a fase líquida. A dispersão formada pelo regime

de borbulhamento era a que alcançava as menores alturas entre todos os tipos, aproximadamente de 4 cm.

Para maiores taxas de fluxo, as bolhas uniformes começam a se deformar em poliedros, e o regime de espuma celular é alcançado. Assim, de acordo com as Figuras 4.3 e 4.4, o regime celular foi encontrado em velocidades maiores da fase líquida, em comparação ao regime de borbulhamento. Neste trabalho, a dispersão formada por espuma celular foi observada nos pratos superiores das colunas de D e PD, alcançando alturas de aproximadamente 6 cm. Neste regime, a dispersão formada sobre o prato possuía baixa turbulência, e, portanto, uma superfície bem definida.

Nas velocidades intermediárias de ambas as fases para o regime celular, verificou-se a transição para o regime *froth*. A dispersão mista Ce/FR possuía alturas menores do que a dispersão formada apenas por espuma celular. Ainda, nas maiores velocidades, o regime de transição para *froth* homogêneo foi amplamente observado. Neste caso, as dispersões apresentavam alturas elevadas, característica dos regimes de espuma. Observou-se ainda, que o regime misto Ce/FH é o que possui as maiores concentrações de etanol no prato entre todos os outros tipos de regimes.

Assim, observa-se que a estabilidade das grandes bolhas formadas no regime celular é dificultada nas velocidades mais altas das fases líquida e gasosa. Nestas velocidades, normalmente ocorre a dissociação das bolhas da espuma e o regime *froth* é alcançado.

O regime *froth* é caracterizado por sua alta turbulência. Observou-se que este regime ocorre praticamente em toda a faixa operacional das colunas D e PD, predominando nas mais altas velocidades da fase vapor, acima de 35 cm/s. Contudo, este regime ocorre nas velocidades mais baixas da fase líquida, próximas da região de formação do regime de borbulhamento. O regime *froth* variou deste pouco turbulento até com elevada turbulência, e uma leve presença de gotículas na superfície da dispersão. Além disso, a dispersão formada por *froth* foi observada apenas nos primeiros pratos de ambas as colunas, alcançando alturas intermediárias entre os regimes de borbulhamento e espuma celular.

Para as velocidades mais altas de ambas as fases verificou-se a predominância da dispersão do tipo *froth* homogêneo. A dispersão formada por este regime foi observada nos pratos superiores das colunas D e PD, alcançando as maiores alturas de dispersão, em comparação a todos os outros tipos. O regime de *froth* homogêneo variou deste pouco turbulento até com

elevada turbulência e forte pulsação da dispersão na vertical. Assim, próximo ao limite superior de operação este regime era acompanhado por um misto com *froth*, muitas vezes assemelhando-se ao regime *froth* oscilante. O regime oscilante depende fortemente do diâmetro da coluna e da altura de dispersão, e normalmente ocorre nas relações de 1/1 ou 1/2. Assim, a transição FH/FR oscilante foi observada apenas na coluna de D (lembrando que o prato convencional possui o dobro da área do prato alternativo).

Por fim, observou-se que os regimes de transição foram mais amplamente encontrados na coluna PD. Isso ocorreu devido às maiores velocidades alcançadas pela fase líquida nesta coluna e as maiores alturas de dispersão. Estes dois fatores mencionados promovem a desestabilização das dispersões formadas, originando os regimes de fluxo mistos. Neste caso, pode-se ainda visualizar nas Figuras 4.3 e 4.4, que as dispersões formadas na coluna de D ocorrem em faixas bem delimitadas de velocidades das fases líquida e gasosa. Inversamente, na coluna PD, as transições entre os regimes não são bem diferenciadas, e dois ou mais tipos podem ocorrer em uma mesma faixa de operação.

4.3.2 Ocorrência

A porcentagem de ocorrência para cada tipo de dispersão, nas colunas D e PD, é mostrada na Figura 4.5. Os resultados expostos incluem todos os dados das operações em refluxo total, utilizando as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol. Primeiramente, verifica-se que os quatro tipos de dispersão encontrados nos experimentos foram amplamente observados em ambas as colunas D e PD. Além disso, a distribuição de cada tipo de regime é muito semelhante para as duas colunas.

Na Figura 4.5 é verificada uma maior incidência do regime *froth* para a coluna PD. Isso ocorreu, pois enquanto que na coluna D, o regime *froth* foi encontrado apenas no primeiro prato, na coluna PD, este regime foi observado em grande quantidade nos dois primeiros pratos da coluna, surgindo por muitas vezes até no terceiro prato da mesma. Neste caso, a coluna alternativa possuía um maior número de pratos contendo concentrações relativamente baixas de etanol, o que dificultava o aparecimento dos regimes de espuma nos mesmos.

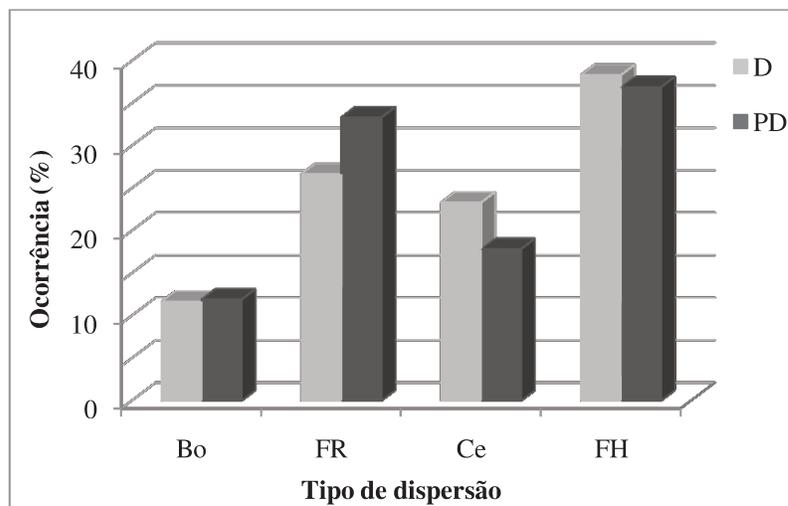


FIGURA 4.5 – Ocorrência de cada tipo de dispersão para todo o conjunto de experimentos em refluxo total das colunas D e PD.

Assim, como pode ser observado nas Figuras 4.3 e 4.4, na coluna PD, o regime *froth* foi encontrado em velocidades da fase líquida bem maiores do que na região de formação deste regime na coluna D. Este fato ocorreu devido ao aparecimento do regime *froth* nos pratos superiores desta coluna, em comparação a coluna convencional, e neste caso, havia maiores concentrações da fase líquida, e maiores velocidades desta fase.

De acordo com a Figura 4.5, o regime celular foi encontrado com maior frequência na coluna D. Este fato ocorreu devido ao maior número de regimes de transição encontrados na coluna alternativa, onde as dispersões Ce/FR e Ce/FH foram amplamente observadas.

O regime *froth* homogêneo, por sua vez, ocorreu com maior frequência, em comparação a todos os outros tipos de regimes, em ambas as colunas D e PD. Conforme exposto anteriormente, o sistema destilante etanol-água, possui uma forte tendência em formar espuma. Além disso, foram realizados experimentos em toda a faixa operacional das colunas, e em sua grande maioria, havia uma boa quantidade de líquido presente sobre o prato, promovendo o aparecimento deste tipo de dispersão.

Comparando os resultados em termos da composição da solução inicial, verifica-se que o aumento da composição inicial para 3 mol% de etanol promoveu a redução do número de dispersões do tipo *froth*, nas duas colunas utilizadas. Neste caso, a maior distribuição de etanol ao longo das colunas, elevou a altura das dispersões, aumentando o número de dispersões do tipo espuma celular e *froth* homogêneo. Na coluna D, este efeito foi acentuado, e, neste caso, foi encontrada uma diferença relevante entre as porcentagens de ocorrência para estes regimes nos

experimentos realizados para cada uma das duas composições iniciais. Com isso, conforme observado na seção 4.2 (Tabela 4.1), os limites operacionais (velocidades mínima e máxima de vapor) para a coluna D são reduzidos, justamente devido à maior formação dos regimes de espuma para a maior composição no refeedor.

Assim sendo, conforme apontado por Moraes (2006), a coluna PD2% apresentou um maior número de dispersões dos tipos *froth* homogêneo e espuma celular em comparação a coluna D2%. Entretanto, este resultado não foi observado para a composição inicial de 3 mol%, onde a coluna convencional apresentou um maior número de dispersões deste tipo.

Por fim, observou-se que os diversos tipos de dispersão ocorreram para diferentes faixas de composição da fase líquida. O regime de borbulhamento foi encontrado em pratos com composições inferiores a 10 mol% de etanol. O regime *froth* foi encontrado em pratos com composições até 20 e 40 mol% de etanol, respectivamente, nas colunas D e PD. Assim, na coluna PD o regime *froth* era encontrado até no terceiro prato, o qual possuía uma composição superior ao primeiro prato da coluna D. Acima destas concentrações predominaram os regimes de espuma celular e *froth* homogêneo. Outras considerações sobre a influência da composição de etanol no tipo e altura da dispersão formada sobre o prato serão dadas a seguir.

4.4 PERFIS DE COMPOSIÇÃO E ALTURA DE DISPERSÃO

Esta seção é dedicada ao estudo do comportamento hidrodinâmico das colunas D e PD, através da análise dos perfis de composição para a fase líquida ao longo das colunas, altura e tipos de dispersões encontrados durante os experimentos. Para tanto, é avaliada a influência de parâmetros como a velocidade superficial da fase vapor, velocidade da fase líquida, composição inicial de etanol da mistura destilante e razão de refluxo. Os resultados são analisados separadamente para refluxo total e refluxo parcial.

Conforme descrito, a velocidade da fase vapor não sofre significativa variação ao longo das colunas, e assim, adotou-se uma velocidade média, por experimento, para representar a sua influência nos perfis de composição e altura de dispersão. Ainda, nos experimentos sob altas

velocidades de líquido e gás, as dispersões apresentavam oscilações. Nestas condições, a altura da dispersão foi considerada como sendo a média entre a maior e a menor altura encontrada.

4.4.1 Refluxo total

Os perfis de fração molar de etanol na fase líquida e altura de dispersão ao longo das colunas D e PD, nas diversas velocidades superficiais de vapor encontradas em cada experimento (desde o limite interior até o limite superior) são mostrados nas Figuras 4.6 a 4.9. Primeiramente são expostos os resultados das operações com a composição inicial de etanol de 2 mol% e em seguida para 3 mol%. O estágio representado pelo número “0” corresponde ao refeedor de cada coluna, e os estágios representados pelos números “5” e “7” correspondem, respectivamente, aos condensadores das colunas D e PD.

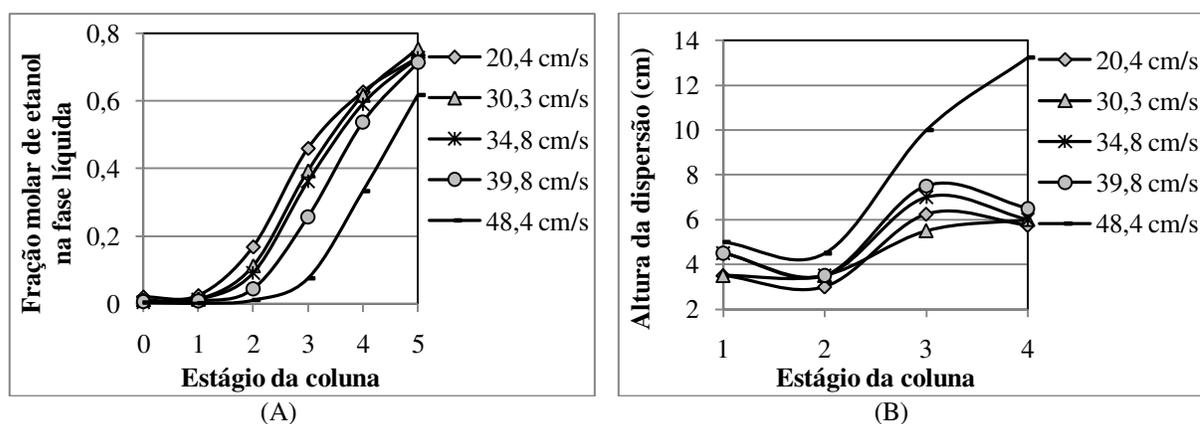


FIGURA 4.6 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da velocidade superficial da fase vapor para a coluna D2%.

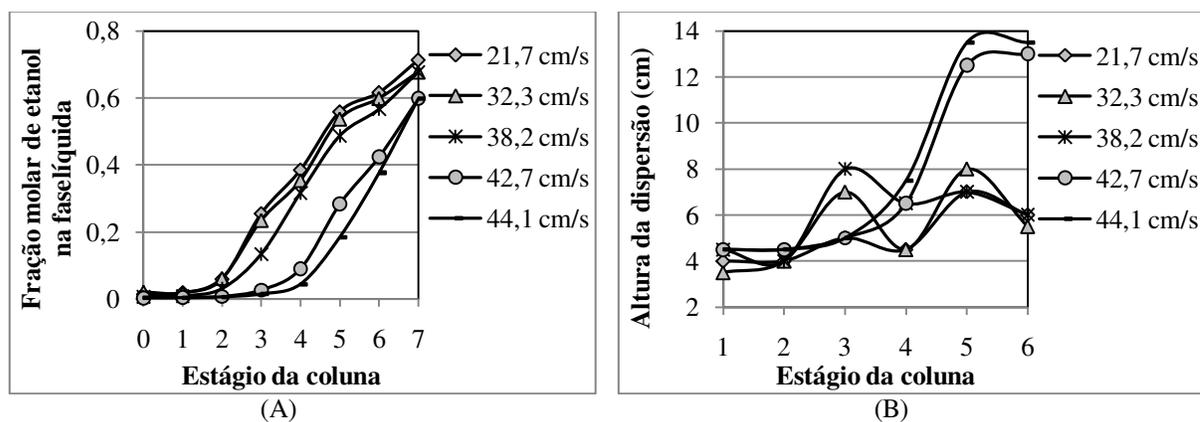


FIGURA 4.7 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da velocidade superficial da fase vapor para a coluna PD2%.

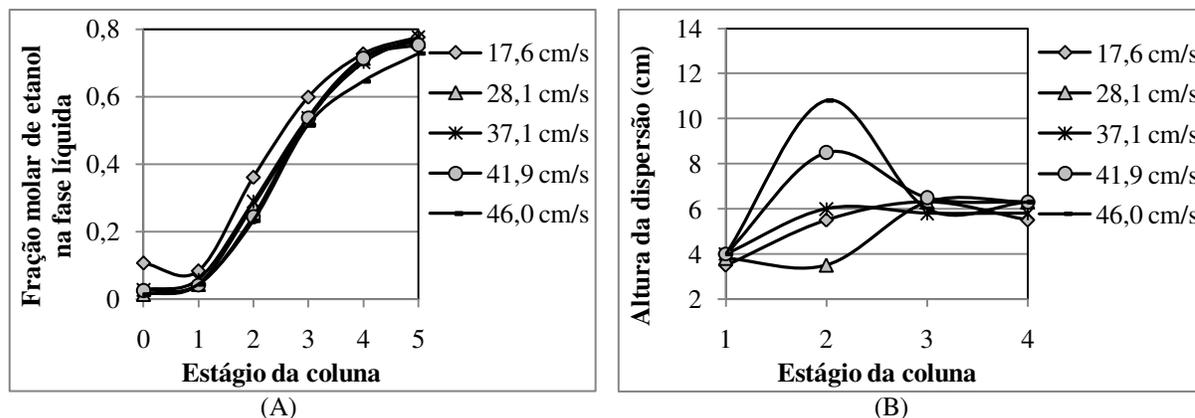


FIGURA 4.8 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da velocidade superficial da fase vapor para a coluna D3%.

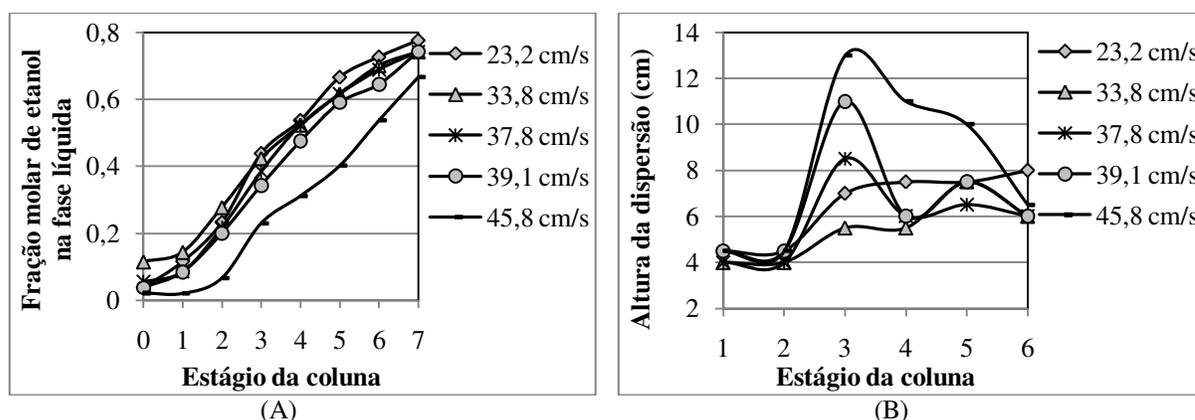


FIGURA 4.9 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da velocidade superficial da fase vapor para a coluna PD3%.

As figuras mostradas apresentam apenas os perfis típicos. Foram realizados ensaios sob diversas potências de aquecimento (fornecendo diferentes velocidades superficiais de vapor), sendo encontradas pelo menos sete curvas (das quais cinco estão representadas nas figuras) para cada um dos quatro conjuntos de experimentos em refluxo total.

O conhecimento dos perfis de concentração é importante, pois permite uma análise da distribuição dos componentes da mistura a ser separada, ao longo de uma coluna de destilação. Nas Figuras 4.6 a 4.9 (A), verifica-se que, conforme esperado, ocorre um aumento da composição etanol no líquido na direção do topo das colunas e uma diminuição deste componente no fundo dos equipamentos. Ainda, verifica-se que a distribuição de etanol ao longo de ambas as colunas D e PD é muito semelhante, tanto para a composição inicial de 2 mol% quanto para 3 mol% de etanol.

No projeto das colunas de destilação em geral, o conhecimento da altura da dispersão que se forma sobre o prato é importante, pois tanto a eficiência de separação do prato como os limites de operação e queda de pressão dependem deste conhecimento.

Vale lembrar que a altura da dispersão presente no prato está diretamente relacionada ao regime de fluxo em que se encontra. Conforme descrito anteriormente, neste trabalho foram observados quatro tipos de regimes, os quais forneceram diferentes alturas de dispersão, como pode ser observado nas Figuras 4.6 a 4.9 (B). Além disso, de acordo com os perfis mostrados, verificam-se elevadas alturas de dispersão, principalmente na coluna PD.

De acordo com as Figuras 4.6 a 4.9 (B), a altura da dispersão nos pratos próximos ao refeedor é sempre menor quando comparados aos outros pratos da coluna. Isso é decorrente aos pratos inferiores possuírem pouco etanol, resultando em dispersões dos tipos borbulhamento ou *froth*, as quais não atingem alturas elevadas. Inversamente, os pratos superiores apresentam elevadas frações de etanol, proporcionando a formação dos regimes de espuma ou transições destes para outros tipos de regimes, os quais atingem alturas relativamente elevadas (possuem maior *hold-up* de vapor), conforme descrito anteriormente.

Segundo Van Winkle (1967) a altura de dispersão aumenta com a velocidade superficial de vapor, o aumento no fluxo de líquido, o aumento na densidade da fase vapor, o decréscimo na tensão superficial do líquido e o decréscimo no diâmetro de orifício (fração de área livre). Para os parâmetros avaliados neste trabalho, foi encontrado este mesmo resultado.

4.4.1.1 Influência da velocidade superficial da fase vapor

Avaliando os resultados mostrados nas Figuras 4.6 a 4.9 (A), observa-se que, para as maiores velocidades de vapor, próximas ao limite superior de operação, ocorre uma acentuada diminuição das composições de etanol nas colunas. Assim, uma diminuição na velocidade superficial de vapor resulta em uma maior distribuição de etanol ao longo de ambas as colunas, ou seja, o etanol está presente não só no topo, mas distribuído em todos os pratos.

De acordo com isso, observa-se na Figura 4.6 (A) que na coluna D2%, para velocidades de vapor maiores que 34,8 cm/s, ocorre uma elevada composição de etanol apenas no 4º prato; e conforme essa velocidade vai diminuindo, é encontrada uma fração significativa de etanol a partir do 2º prato. Ainda, na Figura 4.7 (A), para velocidades de vapor acima de 38,2 cm/s na coluna

PD2%, tem-se uma elevada concentração a partir do 5^o prato, enquanto que nas velocidades menores ocorre uma fração significativa de etanol a partir do 3^o prato.

Nas Figuras 4.6 a 4.9 (B), observa-se que o aumento na velocidade superficial de vapor também ocasiona um aumento nas alturas das dispersões, ao longo de ambas as colunas D e PD. Para a composição inicial de 2 mol% de etanol este aumento ocorre principalmente nos pratos superiores das duas colunas, onde são encontradas as maiores concentrações do componente. Entretanto, para a composição inicial de 3 mol% de etanol, este fenômeno é acentuado nos pratos intermediários das colunas. Este resultado é decorrente ao efeito da concentração sobre a altura da dispersão conforme será discutido mais adiante.

A comparação entre as colunas D e PD em termos da velocidade superficial da fase vapor pode ser melhor visualizada através das Figuras 4.10 a 4.12. Nestas figuras, são mostrados os perfis de fração molar de etanol e altura de dispersão em ambas as colunas, para as velocidades de vapor de 29 cm/s, 38 cm/s e no limite superior de operação. Como o número de pratos utilizados nas colunas D e PD são diferentes, para facilitar a visualização, os perfis encontrados na coluna D foram convertidos de modo a fornecerem dados comparáveis aos da coluna PD (ou seja, o número do estágio da coluna D foi multiplicado pelo fator 6/4).

Primeiramente, observa-se que para a menor velocidade de vapor (Figura 4.10 (A), para 29 cm/s) a coluna PD possui uma maior distribuição de etanol ao longo da coluna enquanto que a coluna D apresenta maiores composições próximo ao topo. Com relação à composição do destilado, observam-se valores muito próximos para D e PD, para ambas as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol.

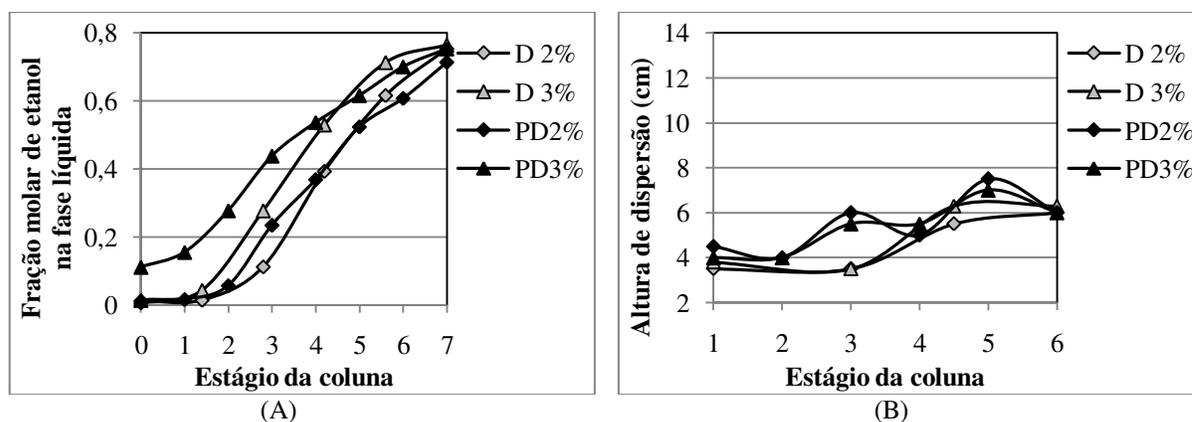


FIGURA 4.10 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão para as colunas D e PD, composição inicial de 2 e 3 mol% de etanol e velocidade superficial da fase vapor de 29 cm/s.

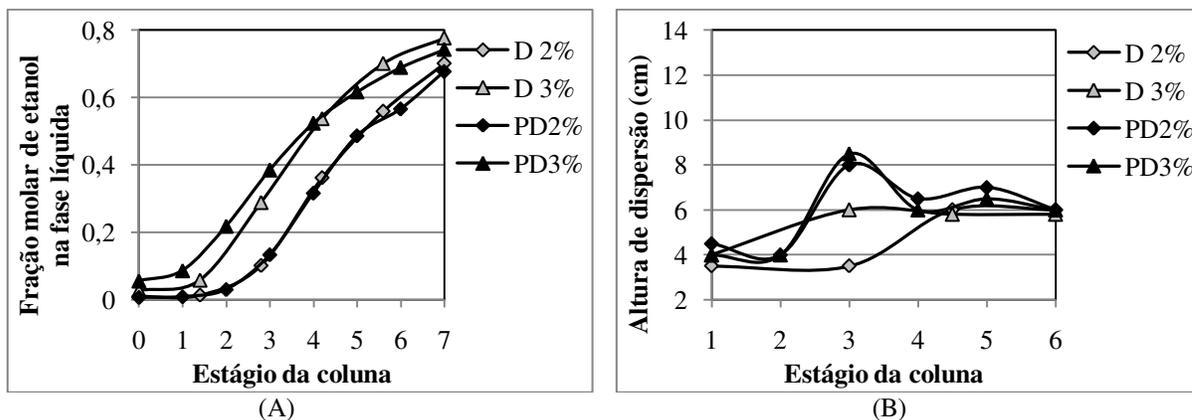


FIGURA 4.11 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão para as colunas D e PD, composição inicial de 2 e 3 mol% de etanol e velocidade superficial da fase vapor de 38 cm/s.

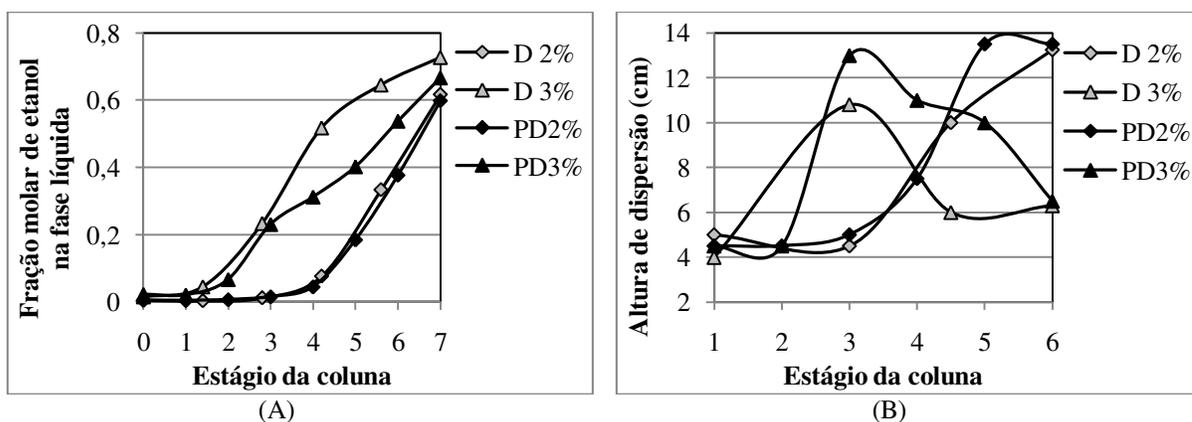


FIGURA 4.12 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão para as colunas D e PD, composição inicial de 2 e 3 mol% de etanol e velocidade superficial da fase vapor encontrada no limite superior de operação.

Conforme a velocidade de vapor é aumentada (Figura 4.11 (A), para 38 cm/s, faixa intermediária de operação), as duas colunas passam a ter perfis de composição muito semelhantes. Contudo, a coluna alternativa permanece apresentando maiores composições nos pratos da base e menores no topo em comparação a coluna convencional. Ainda, observa-se que o aumento da velocidade de vapor, diminui as composições de topo das duas colunas, principalmente nos experimentos realizados para a composição inicial de 2 mol% de etanol. Neste caso, verifica-se uma redução mais acentuada na composição do destilado da coluna de PD.

De acordo com o exposto, observa-se a ocorrência de um cruzamento entre os perfis de composição no meio das colunas D e PD. Assim, pode-se considerar que em praticamente toda a faixa operacional de ambas as colunas, a PD apresenta composições de etanol maiores ou iguais nos pratos da base e menores próximos ao topo. Outras considerações sobre a comparação entre

as composições do destilado e eficiência das colunas D e PD serão apresentadas na seção 4.5 deste capítulo.

Vale salientar que os experimentos realizados para a mesma composição inicial de etanol no refeedor, e mesma velocidade superficial de vapor, foram encontrados perfis de tipos de dispersão muito semelhantes para as duas colunas de D e PD utilizadas.

Para o limite superior de operação (Figura 4.12 (A)), é encontrado um perfil de fração molar muito semelhante entre as colunas apenas nos experimentos com a composição inicial de etanol de 2 mol%. Contudo, para a composição de 3 mol%, verifica-se uma maior fração molar de etanol em praticamente todos os pratos da coluna D; e ainda, uma maior composição no topo em comparação a coluna PD.

Assim, verifica-se que os experimentos realizados com a menor composição inicial, em ambas as colunas D e PD, são mais fortemente influenciados pelo aumento da velocidade superficial da fase vapor. Além disso, o aumento da composição inicial fornece uma diminuição na distribuição de etanol apenas próximo ao limite superior da coluna PD, ao passo que a coluna D mantém um mais perfil semelhante em toda a faixa de operação. Os resultados descritos podem ser igualmente visualizados nas Figuras 4.6 a 4.9 (A), expostas anteriormente.

Com isso, pode ser visualizado nas Figuras 4.10 a 4.12 (A) que para a coluna D, as curvas obtidas para as duas composições iniciais de etanol tendem a se distanciar; ao contrário na coluna PD, onde estes perfis tendem a se aproximar com o aumento da velocidade superficial de vapor.

Avaliando-se os perfis de altura de dispersão, verifica-se que, conforme já descrito, a coluna PD apresenta dispersões mais elevadas do que a coluna D. Além disso, observa-se nas Figuras 4.10 a 4.12 (B), que este fenômeno independe da velocidade superficial de vapor, e parece ser acentuado com o aumento desta velocidade. Assim, no limite superior de operação das colunas são encontradas alturas de dispersões bem mais elevadas na coluna PD, conforme se pode observar na Figura 4.8.

Por fim, pode-se concluir, tanto para a análise do perfil de composição, quanto para o perfil de altura de dispersão ao longo das colunas, que a coluna PD é mais largamente afetada pela variação da velocidade superficial da fase vapor.

A Figura 4.13 expõe a relação encontrada entre o aumento da altura de dispersão com o aumento da velocidade superficial da fase vapor nas colunas D e PD, para uma faixa de fração

molar de etanol constante. De acordo com a Figura 4.13 (A), para composições intermediárias de etanol (frações molares entre 0,25 e 0,35), ocorre uma linha ascendente da altura de dispersão com relação à velocidade de vapor. Neste caso, as máximas alturas de dispersão são encontradas nas mais altas velocidades, acima de 40 cm/s. Verificou-se ainda, que este comportamento ocorre em ambas as colunas D e PD, se estendendo para frações molares de etanol de até 0,45. Nesta faixa de composição, foram observadas as dispersões formadas próximo ao limite superior de operação das colunas, ou seja, o regime de espuma *froth* homogêneo e as transições FH/FR (na PD) e FH/FR oscilante (na D).

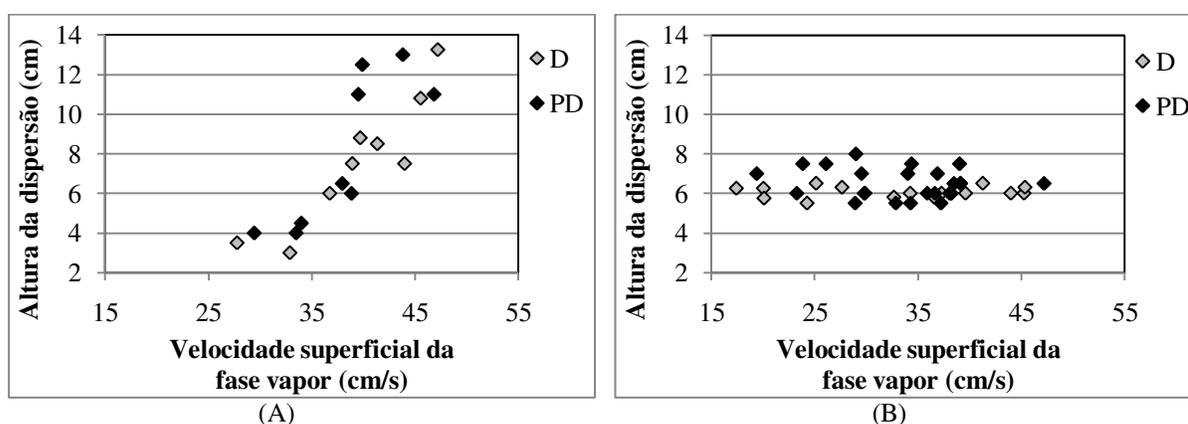


FIGURA 4.13 – Altura de dispersão nos pratos D e PD em função da velocidade superficial da fase vapor, para as faixas de fração molar de etanol de (A) 0,25 a 0,35 e (B) 0,45 a 0,65.

Para composições mais elevadas de etanol (Figura 4.13 (B), frações molares entre 0,45 e 0,65), foram observadas dispersões medianas em toda a faixa de operação das duas colunas. Neste caso, as alturas de dispersão foram praticamente constantes, oscilando em torno das alturas de 6 cm, na coluna D, e de 6 a 8 cm, na PD. Para esta faixa de composição, foram observadas, em sua grande maioria, dispersões do tipo espuma (celular ou transições C/FH e FH/FR). Vale observar este mesmo comportamento foi verificado para frações molares acima de 0,65 de etanol, ocorrendo neste caso, somente as dispersões mais baixas, de até 6 cm de altura.

Por fim, observou-se que nas menores composições de etanol (frações molares até 0,1) são encontradas, na maioria dos casos, dispersões dos tipos *froth* e misto B/FR, com alturas de aproximadamente 4 cm, em toda a faixa de velocidades da fase vapor avaliada.

Como consequência de se ter uma pequena força motriz nas concentrações extremas (baixas ou elevadas) do componente mais volátil, verifica-se que nesta faixa de composição ocorre uma diminuição na altura da dispersão, ou seja, tem-se uma menor formação de espuma.

Este fenômeno explica o comportamento encontrado nas frações molares de etanol inferiores a 0,1 e superiores a 0,65.

Belincanta (2004), utilizando uma coluna PD com 12 pratos perfurados de área livre igual a 4,5 %, avaliou a influência da velocidade superficial da fase vapor na altura de dispersão no intervalo de fração molar de etanol entre 0,4 e 0,5. Nesta faixa, foi encontrado um resultado semelhante ao verificado neste trabalho para a faixa de fração considerada na Figura 4.13 (A). Segundo a autora, a máxima altura de dispersão também foi encontrada próximo ao limite superior da coluna utilizada, neste caso, 50 cm/s.

4.4.1.2 Influência da velocidade da fase líquida

Conforme observado, a velocidade da fase líquida aumenta de prato em prato na direção do topo das colunas. Isso ocorre, pois existe o aumento da composição de etanol no líquido, o que favorece a formação de dispersões que alcançam alturas mais elevadas. Neste trabalho foi encontrado que, para o sistema etanol-água, a velocidade do líquido no topo das colunas pode ser cinco vezes maior do que a velocidade dos pratos da base. Ainda, conforme apontado, na coluna PD a velocidade do líquido é aproximadamente duas vezes maior do que na coluna convencional. Este fato justifica o aumento encontrado nas alturas das dispersões da coluna PD, em relação à D.

Através das Figuras 4.7 e 4.9, verifica-se que nos pratos 3 e 5 da coluna PD ocorrem picos tanto de fração molar de etanol quanto de altura de dispersão. Observou-se que estes pratos possuem elevados valores de velocidade da fase líquida. Além disso, foi verificada uma variação significativa na velocidade do líquido entre os dois lados desta coluna. Assim, o lado esquerdo da mesma, contendo os pratos de números 1, 3 e 5 (acima do refeedor) foram encontrados valores elevados de velocidade do líquido em comparação ao lado direito, contendo os pratos 2, 4 e 6.

Com isso, o lado esquerdo da coluna possuía maiores alturas dispersão, e elevados valores de composição da fase líquida, em relação ao outro lado. Vale lembrar que o prato 6 da coluna PD (lado direito da coluna) era o que recebia o refluxo de líquido proveniente do condensador. Ainda, conforme observado anteriormente, na coluna PD, o quinto prato inundava com grande frequência, sendo este localizado no lado da coluna onde as velocidades do líquido e as alturas de dispersão eram elevadas, em relação ao outro lado.

Tal comportamento não é descrito na literatura para a coluna PD. No entanto, dois fatores relacionados às características geométricas desta nova configuração podem ter

influenciado. Primeiro, a divisão inexata da corrente de vapor no fundo da coluna, a qual poderia promover um aumento da velocidade desta fase em apenas um dos lados da mesma. Além disso, há defasagem com relação à transferência de massa ocorrida entre as fases no prato 6 da coluna (o qual recebe o condensado do topo), localizado no lado direito da mesma.

4.4.1.3 Influência da composição inicial de etanol

Avaliando-se os perfis de fração molar de etanol (Figuras 4.6 a 4.9 (A)), é verificado que o aumento da composição na solução inicial de 2 para 3 mol% de etanol fornece uma maior distribuição do componente ao longo de ambas as colunas. Conforme exposto anteriormente, para maiores composições, tem-se uma maior incidência das dispersões dos tipos *froth* homogêneo e espuma celular. Entretanto, a formação destas dispersões é acentuada apenas na coluna D, ao passo que na PD é observado um pequeno aumento.

Além disso, observa-se que nos experimentos realizados com a maior composição inicial, os perfis de fração molar de etanol nas colunas são fracamente influenciados pela variação da velocidade superficial da fase vapor. Assim, de acordo com as Figuras 4.8 e 4.9 (A), um aumento da velocidade promove uma leve diminuição na distribuição de etanol e na composição de topo das colunas D e PD. Contudo, uma acentuada redução na composição é visualizada próximo ao limite superior de operação da coluna PD. Assim, analisando-se os perfis fração molar de etanol na Figura 4.12 (A), verifica-se um aumento na composição dos pratos superiores da coluna D em comparação a PD. Este fato justifica o surgimento do maior número de dispersões dos tipos espuma celular e *froth* homogêneo na coluna D3%.

Moraes (2006) indicou que, apesar da redução na velocidade média de vapor encontrada para a coluna PD, esta apresentou um aumento nas alturas de dispersão em relação à coluna D, principalmente nos pratos superiores. Além disso, foi observada uma maior distribuição de etanol ao longo da coluna PD, e um maior número das dispersões do tipo *froth* homogêneo, principalmente para a composição inicial de 2 mol% de etanol. Entretanto, para 3 mol%, foi verificado um melhor desempenho para a coluna D. Assim sendo, verificam-se resultados muito semelhantes aos encontrados neste trabalho.

Com relação à altura das dispersões, observa-se que os pratos 3 e 5 da coluna PD3% permanecem fornecendo alturas elevadas, embora neste caso, o prato 3 seja aquele que possua as maiores alturas, em função da velocidade superficial de vapor. Já para a coluna D3%, ocorre um

deslocamento das maiores alturas, anteriormente verificadas nos pratos 3 e 4 (para D2%) para o prato 2 da coluna.

A Figura 4.14 expõe a relação encontrada entre a variação da altura de dispersão com a fração molar de etanol ao longo da coluna PD, para uma faixa constante de velocidade superficial de vapor. Nas Figuras 4.14 (A) e (B) são mostrados, respectivamente, os resultados encontrados neste trabalho, para a faixa de velocidades entre 42 e 47 cm/s, e os resultados encontrados por Belincanta (2004), para a faixa de velocidades entre 56 e 61 cm/s. Vale observar que foram utilizados os dados relativos às maiores velocidades da fase vapor, próximas ao limite superior de operação das duas colunas. Ainda, os resultados encontrados para a coluna PD foram muito semelhantes aos fornecidos na Figura 4.14 (A), e, portanto, as discussões realizadas nesta seção se estendem, sobremaneira, a coluna D.

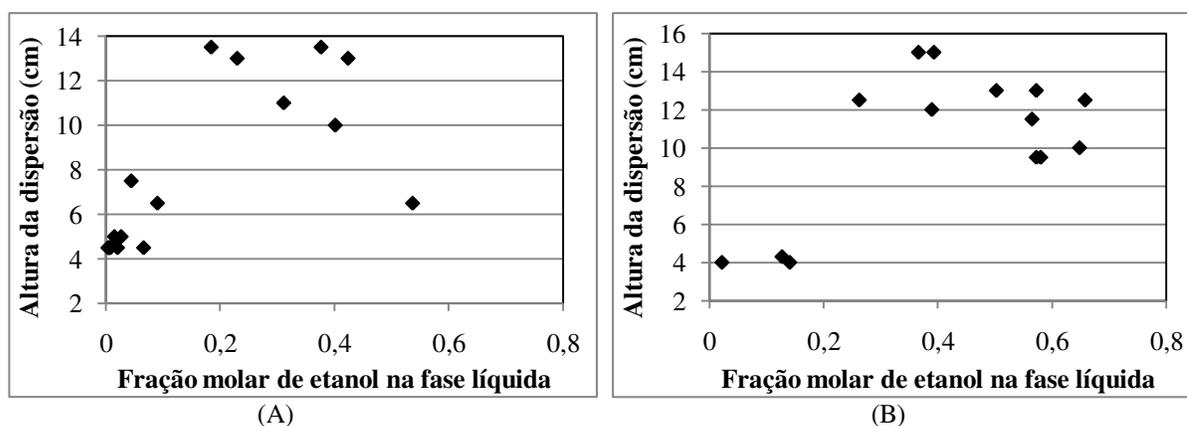


FIGURA 4.14 – Altura de dispersão em função da fração molar de etanol na fase líquida para a coluna PD, nas faixas de velocidade superficial da fase vapor de (A) 42 a 47 cm/s e (B) 56 a 61 cm/s (BELINCANTA, 2004).

Conforme apresentado no Capítulo 2 de Revisão Bibliográfica, para o sistema etanol-água (positivo), um gradiente de tensão superficial apreciável promove a estabilização da espuma, o que garante a formação de uma boa altura de dispersão sobre o prato. Em composições próximas a dos líquidos puros ocorre uma redução deste gradiente, diminuindo o tamanho e a estabilidade das bolhas da espuma. Assim, a altura da dispersão é reduzida para uma fração molar do componente mais volátil próxima a zero ou 1.

Segundo Hart e Haselden (1969), para sistemas positivos, o máximo da altura de dispersão ocorre nas composições intermediárias da mistura destilante utilizada. Zuiderweg e Harmens (1958) completam que este máximo deve ocorrer para a composição na qual a força motriz de transferência de massa é máxima, independente do tipo de sistema destilante. Assim,

segundo os autores, a altura máxima de dispersão pode ser deslocada na direção do componente menos denso.

De acordo com a Figura 4.14 (A), a máxima altura de dispersão encontrada neste trabalho ocorre nas frações molares de etanol compreendidas entre 0,2 e 0,45. Este resultado foi anteriormente apontado na Figura 4.13 (A), onde as máximas alturas ocorreram justamente nas velocidades próximas ao limite superior de operação das colunas.

Belincanta (2004), utilizando a coluna PD com pratos de área livre igual a 4,5 %, observou que a altura da dispersão tende a atingir um máximo para as frações molares de etanol entre 0,4 e 0,65. Entretanto, conforme mostrado na Figura 4.14 (B), para velocidades de vapor próximas ao limite superior de operação, a máxima altura de dispersão encontra-se levemente direcionada para menores frações molares de etanol, aproximadamente 0,4.

Assim, neste trabalho é verificado um deslocamento da máxima altura de dispersão, para frações molares de etanol menores às encontradas por Belincanta (2004). Entretanto, de acordo com as Figuras 4.14 (A) e (B), próximo ao limite superior de operação, existe uma mesma tendência para este deslocamento.

Observa-se nas Figuras 4.6 e 4.7, que nos pratos intermediários das colunas D2% e PD2% ocorrem as máximas alturas de dispersão, justamente devido à faixa de fração molar de etanol encontrada nestes pratos (0,2 a 0,45). Ainda, na maior parte dos experimentos, verifica-se que nos pratos superiores, ocorre uma diminuição da altura da dispersão, confirmando que a altura tende a atingir um máximo em frações intermediárias de etanol. Contudo, analisando as Figuras 4.8 e 4.9, para a maior composição inicial de etanol, verifica-se que as alturas máximas de dispersão ocorrem em pratos localizados na parte inferior das colunas. Neste caso, existe uma maior distribuição de etanol ao longo das mesmas, elevando a composição nos pratos inferiores, e como resultado, estes apresentam uma composição dentro da faixa onde as alturas máximas foram encontradas.

Por fim, salienta-se que os perfis de concentração e altura de dispersão ao longo de uma coluna em escala de laboratório são de importância fundamental para o fornecimento das características do comportamento do sistema e da coluna analisada em relação às variações das condições operacionais do processo. Além disso, os dados da operação em refluxo total fornecem qual é a melhor separação possível de ser realizada na coluna avaliada.

4.4.2 Refluxo parcial

Sob condições de refluxo total, define-se o número mínimo de estágios necessários para realizar uma dada separação. Em destilação, uma razão de refluxo mais elevada acarreta um menor número de estágios, mas, em contrapartida, aumenta as cargas térmicas do refeedor e do condensador. Assim, a melhor razão de refluxo será determinada por um balanço econômico entre os custos operacionais e os custos iniciais do equipamento. Como os custos operacionais são bem mais elevados, o refluxo ótimo é um valor freqüentemente próximo ao mínimo. Desta forma, a razão de refluxo é um parâmetro importante, pois interfere no dimensionamento da coluna e na determinação do consumo de energia necessário para efetuar a separação.

Neste trabalho foram realizados experimentos em condições de refluxo parcial, com o objetivo de verificar a influência da razão de refluxo nas características hidrodinâmicas e na eficiência de separação das colunas D e PD. Conforme exposto no Capítulo 3 de Materiais e Métodos, foram utilizadas as razões de refluxo nas faixas de 5 a 7, 10 a 12 e 15 a 17. Ao final de cada experimento, foram medidas a vazão de destilado e vazão total de topo das colunas, calculando-se em seguida os valores da vazão e da razão de refluxo.

Além disso, foi selecionada pelo menos uma potência em cada série de experimentos de refluxo total, para ser empregada nas operações em refluxo parcial. Neste caso, optou-se pelos experimentos que forneceram uma mesma vazão volumétrica total de topo, igual a $4,6 \text{ cm}^3/\text{s}$; encontrada como sendo máxima para a coluna PD2%. Ainda, para este conjunto de experimentos, foram realizados ensaios em refluxo parcial para a vazão volumétrica total de $3,6 \text{ cm}^3/\text{s}$, com o objetivo de avaliar a coluna PD para uma mesma composição inicial, e, em outra faixa de operação além daquela encontrada próxima ao limite superior de operação.

Os perfis de fração molar de etanol na fase líquida e altura de dispersão em função das razões de refluxo (RR) total e parcial, nas colunas D e PD, são mostrados nas Figuras 4.15 a 4.18. Estes dados incluem as operações para uma mesma vazão volumétrica total (L_{re}) em ambas as colunas, de $4,6 \text{ mL/s}$, utilizando as composições iniciais ($x_{inicial}$) de 2 e 3 mol% de etanol. Na legenda de cada figura são apresentados os valores de potência de aquecimento utilizados (Pot) e velocidade superficial da fase vapor (vv) encontrada para a operação em refluxo total. Vale observar que na Figura 4.17 (A) não são expostos os resultados encontrados para a razão de refluxo entre 15-17, devido a problemas de operação encontrados durante este experimento.

Primeiramente, observou-se que os experimentos realizados nas maiores razões de refluxo (15-17 e 10-12), apresentaram um comportamento mais semelhante ao obtido sob condições de refluxo total. De acordo com as Figuras 4.15 e 4.18 (A), uma redução na razão de refluxo promove uma diminuição na composição do produto de topo, e também na distribuição de etanol ao longo de ambas as colunas D e PD. A redução da composição do destilado era um fato esperado, uma vez que a redução da razão de refluxo exige um maior número de estágios para obter uma mesma eficiência de separação.

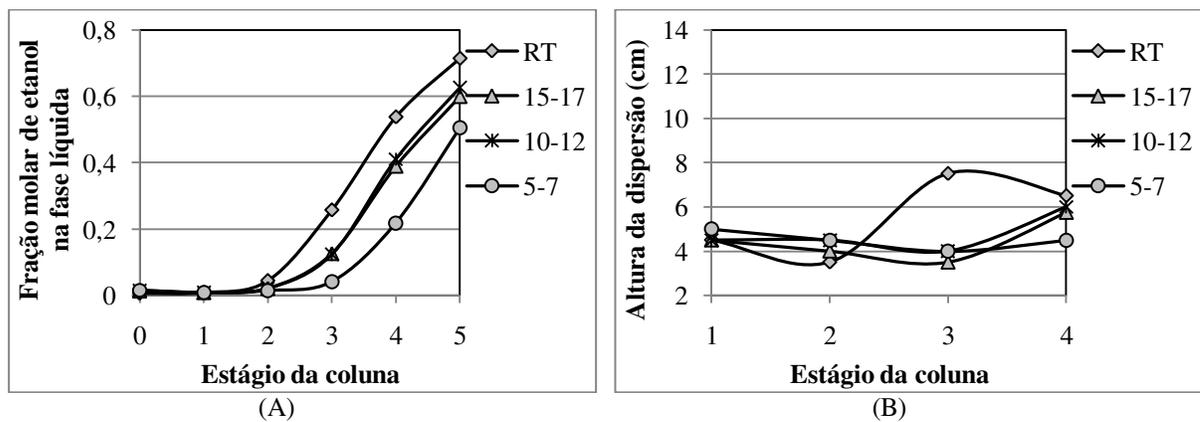


FIGURA 4.15 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da razão de refluxo, para a vazão volumétrica de topo da coluna D2% igual a $4,6 \text{ cm}^3/\text{s}$:

Pot (W)	vv (cm/s)
4650	39,9

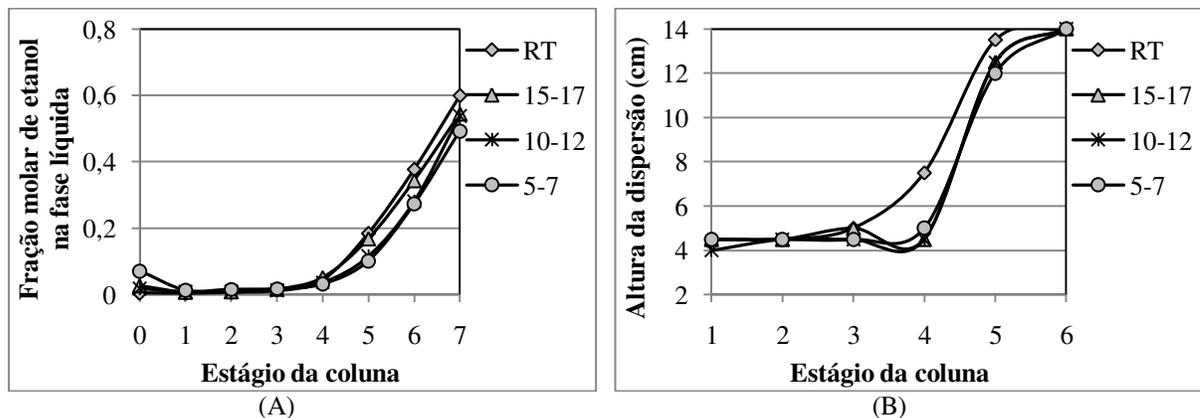


FIGURA 4.16 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da razão de refluxo, para a vazão volumétrica de topo da coluna PD2% igual a $4,6 \text{ cm}^3/\text{s}$:

Pot (W)	vv (cm/s)
5350	44,1 cm/s

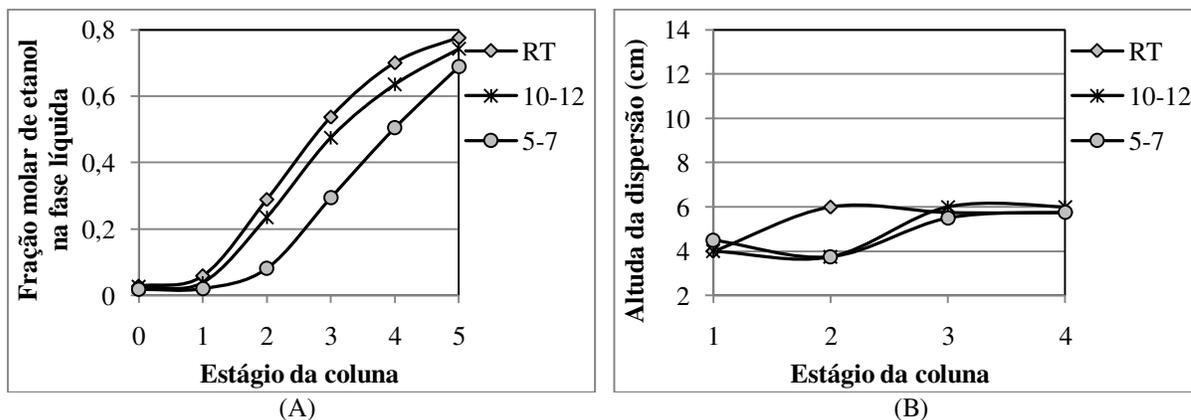


FIGURA 4.17 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da razão de refluxo, para a vazão volumétrica de topo da coluna D3% igual a $4,6 \text{ cm}^3/\text{s}$:

Pot (W)	vv (cm/s)
4030	37,1 cm/s

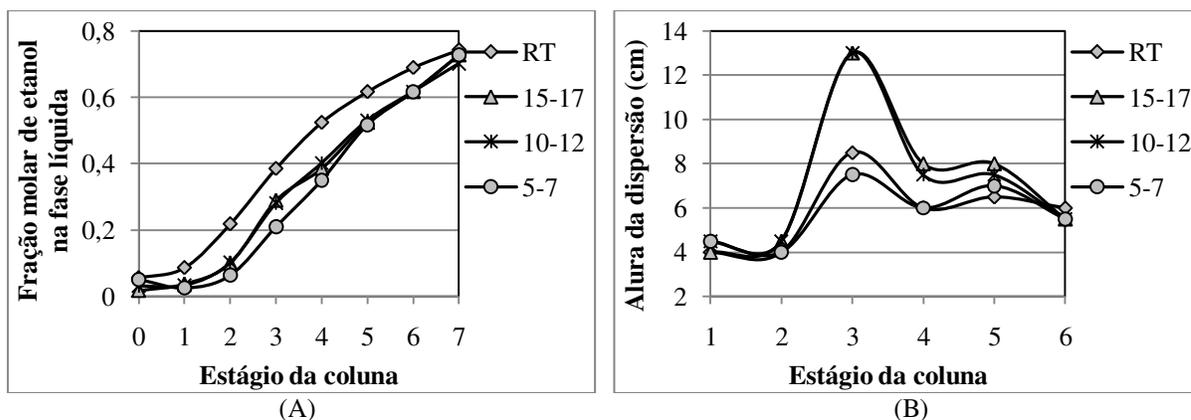


FIGURA 4.18 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da razão de refluxo, para a vazão volumétrica de topo da coluna PD3% igual a $4,6 \text{ cm}^3/\text{s}$:

Pot (W)	vv (cm/s)
4380	37,8

Nas Figuras 4.15 e 4.16, é encontrado que a coluna PD2% necessita de uma maior potência para alcançar a mesma vazão volumétrica de topo do que a coluna D2% (ou seja, 5350 W, contra 4650 W). Contudo, a coluna PD fornece uma maior velocidade superficial da fase vapor (44,1 cm/s, contra 39,9 cm/s na coluna D). Neste caso, para uma mesma vazão de topo, as duas colunas operam em faixas de velocidade de vapor muito diferentes.

Analisando os perfis de fração molar nas Figuras 4.15 e 4.16 (A), observa-se uma maior distribuição de etanol na coluna D em praticamente todos os experimentos realizados. Contudo, para a razão de refluxo de 5-7, ocorre uma acentuada diminuição na composição ao longo da coluna, e os resultados se tornam muito semelhantes aos obtidos para a coluna PD. Na PD, o experimento em refluxo total já apresenta baixas composições de etanol; uma vez que foi

realizado na máxima velocidade de vapor alcançada para a menor composição inicial. É importante lembrar que nas maiores velocidades de vapor ocorre uma menor distribuição de etanol ao longo das colunas; sendo a PD2% mais fortemente influenciada.

De acordo com as Figuras 4.15 e 4.16 (B), as operações em refluxo parcial apresentam uma diminuição na altura das dispersões; resultado da menor distribuição de etanol ao longo das duas colunas. Ainda, a altura de dispersão não varia em condições de refluxo parcial, permanecendo praticamente constante em todas as faixas analisadas. A coluna PD possui maiores alturas de dispersão devido às maiores velocidades de vapor utilizadas nos experimentos.

Nas Figuras 4.17 e 4.18, verifica-se que nas colunas D3% e PD3%, os experimentos de refluxo total forneceram uma mesma velocidade superficial de vapor, de aproximadamente 38 cm/s. Contudo, para uma mesma velocidade e mesma vazão volumétrica total (4,6 cm³/s) a PD necessita de uma maior potência de aquecimento (ou seja, 4380 W, contra 4030 W na D).

Com o aumento da composição inicial ocorre uma maior distribuição de etanol e também uma maior composição de topo em ambas as colunas. Nas Figuras 4.17 e 4.18 (A) verifica-se que este comportamento ocorre tanto em refluxo total como em refluxo parcial. Conforme exposto na seção 4.4, para a operação em refluxo total e velocidade de vapor igual a 38 cm/s, a coluna PD possui uma maior composição nos pratos próximos a base e a coluna de D nos superiores e no topo. Contudo, para a razão de refluxo de 10-12, a coluna D apresenta maiores composições em praticamente todos os pratos. Já para a menor razão de refluxo (5-7) a coluna PD possui uma maior distribuição de etanol e também uma maior composição no topo em relação a D, conforme será discutido adiante.

Sob refluxo parcial, os perfis de fração molar apresentam um comportamento muito semelhante para as duas composições iniciais utilizadas. Na coluna D, ocorre uma acentuada diminuição no perfil de composição para a razão de refluxo de 5-7. Já na coluna PD são encontrados perfis muito próximos, independente da razão de refluxo. Nestas condições, verifica-se que a PD é fracamente influenciada por uma variação na razão de refluxo.

Neste caso, observa-se ainda que a coluna PD apresenta um valor de composição no topo praticamente constante, tanto em refluxo total como em refluxo parcial, principalmente para a composição inicial de 3 mol% de etanol. Vale lembrar que a relação entre as vazões de líquido e vapor no interior da coluna D é L/V e na PD é $2L/V$, e, portanto, menos sensível à variação do refluxo externo. Assim, neste trabalho, observou-se que a coluna PD apresenta uma tendência de

melhor desempenho para baixas razões de refluxo, mesmo apresentando um desempenho inferior para razões de refluxo maiores. Outras informações sobre o desempenho das colunas de D e PD serão fornecidas na seção 4.5.

Ainda, avaliando as Figuras 4.17 e 4.18 (B) é encontrado que a coluna D3% mantém um perfil de altura de dispersão muito semelhante ao obtido para D2%. Na coluna PD3%, por outro lado, para as maiores razões de refluxo (15-17 e 10-12) é encontrado um aumento na altura das dispersões, principalmente no prato 3. Neste caso, observou-se que a composição de etanol neste prato foi reduzida para valores de fração molar entre 0,25 e 0,35 de etanol, e, conforme exposto anteriormente, nesta faixa foram observadas as maiores alturas de dispersão ao longo dos experimentos.

Por sua vez, observou-se em todos os experimentos em refluxo parcial, principalmente nas menores razões de refluxo, que ocorre uma maior incidência das dispersões mistas com o regime *froth*; resultado das menores composições de etanol encontradas ao longo de ambas as colunas.

Por fim, são avaliados os resultados da coluna PD2% para uma vazão de topo inferior à encontrada no limite superior de operação. Os perfis de fração molar de etanol na fase líquida e altura de dispersão na coluna PD2%, em função das razões de refluxo total e parcial, para a vazão volumétrica total de $3,6 \text{ cm}^3/\text{s}$ e velocidade superficial da fase vapor de $32,3 \text{ cm/s}$ são mostrados na Figura 4.19.

Analisando as Figuras 4.15 a 4.19 observa-se que sob o regime de refluxo parcial, tanto a diminuição da composição do destilado, quanto da distribuição de etanol ao longo de ambas as colunas, é mais acentuada nos experimentos para a composição inicial 2 mol% de etanol. Ainda, a coluna PD2% apresenta uma queda significativa nos perfis de fração molar de etanol ao longo da coluna. Contudo, é encontrado que este perfil permanece praticamente constante, independente da razão de refluxo utilizada. Assim, conforme descrito anteriormente, em condições de refluxo parcial, a coluna PD é fracamente influenciada por uma variação na razão de refluxo. Este comportamento é encontrado tanto para 2 mol% quanto para 3 mol% de etanol, e em diferentes velocidades de vapor para esta coluna.

Com relação ao produto de topo, verifica-se na Figura 4.19 (A) uma redução acentuada da composição; igualmente observada na Figura 4.15 (A) para a coluna D2%. Contudo, para a

vazão de $3,6 \text{ cm}^3/\text{s}$, a coluna PD mantém a composição do destilado praticamente constante nas razões de refluxo de 10-12 e 5-7.

Com relação aos perfis de altura de dispersão, mostrados na Figura 4.19 (B), observa-se um comportamento muito semelhante ao encontrado na coluna PD3% (Figura 4.18 (B)). Porém, neste caso, o pico de altura de dispersão é observado próximo aos pratos do topo. Assim, análogo ao comportamento em refluxo total, em condições de refluxo parcial, verifica-se a influência da composição de etanol na altura da dispersão em ambas as colunas D e PD.

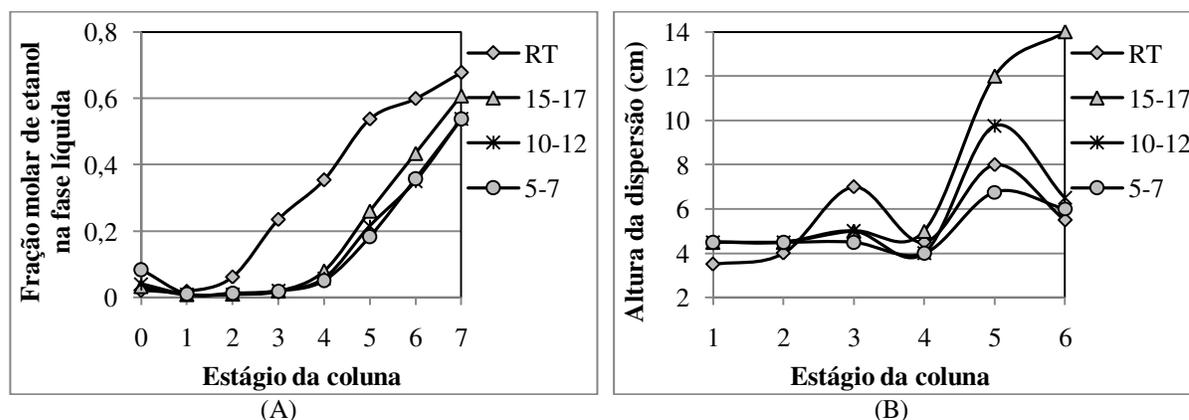


FIGURA 4.19 – Perfis de (A) fração molar de etanol e (B) altura de dispersão em função da razão de refluxo, para a vazão volumétrica de topo da coluna PD2% igual a $3,6 \text{ cm}^3/\text{s}$:

Pot (W)	vv (cm/s)
3800	32,3

4.5 EFICIÊNCIA DE SEPARAÇÃO

O desempenho de uma coluna de destilação é definido pela eficiência de separação do processo. A eficiência depende do contato estabelecido entre as fases líquida e gasosa ao longo da coluna, que por sua vez, é determinado pelas características do projeto do equipamento, das condições operacionais do processo de destilação e das propriedades físicas da mistura líquida a ser separada. De acordo com Syeda et al. (2004), é difícil estudar separadamente o efeito isolado de cada um destes fatores nos valores de eficiência.

Um aumento nas velocidades das fases ao longo da coluna, por exemplo, eleva a altura da dispersão formada sobre o prato, promovendo um maior tempo de contato, e

conseqüentemente uma maior eficiência. Contudo, cuidados devem ser tomados, pois problemas com arraste ou queda de pressão excessiva podem ocorrer. Ainda, a altura da dispersão e a eficiência dependem tanto da composição da fase líquida quanto do regime de fluxo presente sobre o prato. Por sua vez, o comportamento das fases ao longo da coluna, depende diretamente das propriedades físicas do sistema destilante em estudo. Devido à complexidade da interação entre os efeitos das diversas variáveis que afetam os valores de eficiência, dados precisos são difíceis de serem obtidos.

No presente estudo, as colunas de destilação convencional e paradestilação foram construídas de modo a fornecerem informações sobre o comportamento e operabilidade dos processos. Contudo, os valores de eficiência foram determinados através de cálculos computacionais, onde as velocidades das fases e as composições do vapor ao longo das colunas foram preditas.

De acordo com o exposto, salienta-se que a comparação entre as colunas D e PD é realizada através do estudo qualitativo dos resultados de eficiência de Murphree encontrados.

Esta seção é dedicada ao estudo comparativo entre a eficiência de separação nas colunas D e PD, através da análise dos diversos fatores que influenciam os valores de eficiência. Primeiramente, é realizado o estudo do desempenho das colunas D e PD, através da comparação entre os resultados de composição de etanol no topo encontrados para toda a faixa operacional. Na seqüência são apresentados e discutidos os valores de eficiência de Murphree para a fase vapor encontrados nos diversos experimentos realizados.

4.5.1 Desempenho das colunas

Na seção 4.4 foi realizada a análise dos perfis de composição ao longo das colunas D e PD, através da influência das condições iniciais de operação: composição de etanol na mistura líquida, velocidade superficial da fase vapor e razão de refluxo. Nesta seção é realizado o estudo do efeito destas mesmas variáveis na composição de etanol no topo de ambas as colunas, com o objetivo de avaliar o desempenho das mesmas. Os dados são novamente considerados separadamente para as operações em refluxo total e refluxo parcial.

4.5.1.1 Refluxo total

A influência da velocidade superficial de vapor média na composição de etanol no topo das colunas D e PD pode ser visualizada na Figura 4.20. Estes resultados incluem todos os dados para todo o conjunto de experimentos em refluxo total, para as duas composições iniciais utilizadas, de 2 e 3 mol% de etanol.

Primeiramente, verifica-se que em ambas as colunas D e PD, um aumento na velocidade de vapor promove uma redução na fração molar de etanol no topo, principalmente próximo ao limite superior de operação. Ainda, este fenômeno é mais acentuado para a composição inicial de 2 mol% de etanol. Para as operações realizadas com 3 mol%, é encontrada uma significativa diminuição da composição no topo apenas para as mais altas velocidades de vapor utilizadas, mantendo-se aproximadamente constante em toda a faixa operacional.

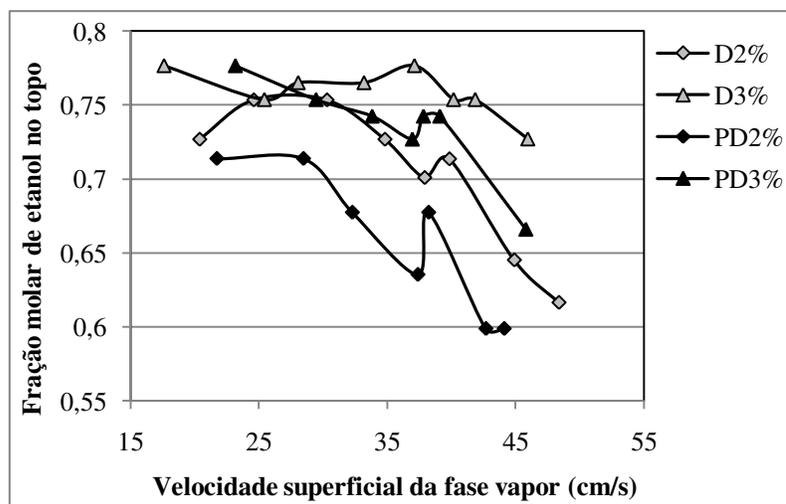


FIGURA 4.20 – Fração molar de etanol no topo das colunas D e PD em função da velocidade superficial de vapor média, para as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol.

Comparando os resultados encontrados para as duas colunas, verifica-se que a D alcança maiores composições de topo em praticamente toda a faixa de velocidades da fase vapor, independente da composição inicial utilizada. Contudo, as colunas D3% e PD3% apresentam valores de fração molar de etanol muito semelhantes (em torno de 0,75), nas velocidades mais baixas, de aproximadamente 25 cm/s.

Assim sendo, conforme descrito anteriormente, para menores velocidades de vapor as colunas D e PD possuem valores de composição mais próximos, e conforme aumenta a velocidade ocorre uma redução mais acentuada nos experimentos com a coluna PD.

Utilizando o prato com 4,5 % de área livre, Moraes (2006) encontrou que as composições de topo nas colunas D e PD foram bem próximas tanto para mesma potência como para mesma velocidade superficial média de vapor. No entanto, o autor realizou experimentos apenas próximo ao limite inferior de operação da coluna PD.

Observa-se na Figura 4.20 que para a coluna D, ocorre um aumento da fração molar de etanol na amostra do topo para velocidades intermediárias da fase vapor. Este resultado está totalmente de acordo ao encontrado na literatura para a coluna convencional, onde a composição do destilado aumenta com a elevação da velocidade de vapor até atingir um ponto no qual começa a decrescer. Contudo, para a coluna PD, ocorre uma significativa redução da composição com o aumento da velocidade. Belincanta (2004) observou este mesmo comportamento para a coluna PD, onde os maiores valores de composição de etanol no condensador foram obtidos para as menores velocidades de vapor.

Por fim, vale destacar que os maiores valores de fração molar no topo das colunas D e PD (aproximadamente 0,78) foram encontrados para a composição inicial de 3 mol%, no limite inferior de operação de ambas as colunas.

4.5.1.2 Refluxo parcial

A análise da influência da razão de refluxo nos valores de composição do destilado é realizada para uma mesma velocidade superficial de vapor média, em ambas as colunas D e PD. Assim, os resultados de fração molar no produto de topo (x_{de}) em função da razão de refluxo, para a composição inicial de 3 mol% de etanol e velocidade superficial de vapor de 38 cm/s são apresentados na Tabela 4.3. Nesta tabela estão destacados os maiores valores de composição encontrados na comparação entre as duas colunas.

Primeiramente, observa-se que as colunas D e PD mantêm um melhor desempenho, respectivamente, nas maiores e nas mais baixas razões de refluxo utilizadas; confirmando os resultados anteriormente mostrados nas Figuras 4.17 e 4.18 (A) da seção 4.4 deste capítulo.

TABELA 4.3 – Fração molar de etanol no produto de topo das colunas D e PD em função da razão de refluxo para a velocidade superficial de vapor de 38 cm/s e composição inicial de 3 mol% de etanol.

	D				PD			
RR	RT	-	10,6	6,0	RT	15,0	10,6	6,1
x_{de}	0,776	-	0,742	0,689	0,742	0,727	0,701	0,727

Além disso, a coluna D possui um maior número das composições elevadas no topo. Contudo, calculando-se uma média entre os valores apresentados, é encontrado que as duas colunas apresentam, no geral, frações molares de etanol muito próximas, ou seja, 0,736 na D e 0,724 na PD. Neste caso, pode-se considerar que estes valores são praticamente iguais, uma vez que o desvio obtido na determinação da composição pelo método refratométrico pode chegar até 4 %. De acordo com o exposto, verifica-se ainda que a composição obtida para a razão de refluxo de 10-12 na coluna PD poderia ser igual aos valores apresentados na maioria dos experimentos sob refluxo parcial (fração molar de etanol igual a 0,727).

Por fim, observou-se que a composição de topo para a menor razão de refluxo na coluna PD é 97,9 % do valor obtido em refluxo total; ao passo que para a coluna D este valor é reduzido para é 88,7%. Assim, para menores razões de refluxo, a coluna PD apresenta menor sensibilidade à variação na razão de refluxo. Este resultado está de acordo com o obtido por Moraes (2006), utilizando as colunas D e PD, com pratos de área livre de 1,9 % e 4,5 %. Segundo o autor, para uma mesma potência de aquecimento, em baixas razões de refluxo, a coluna PD mantém um melhor desempenho, em ambas as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol.

4.5.2 Eficiência de Murphree

Os valores de eficiência de Murphree para a fase vapor foram calculados para todos os pratos das colunas D e PD, nas diversas condições de operação em refluxo total e parcial, utilizando as composições iniciais de 2 e 3 mol% de etanol. Os resultados são discutidos e analisados separadamente para a influência da composição de etanol na fase líquida, velocidade superficial da fase vapor e por fim da razão de refluxo.

Primeiramente, observou-se que os dados de eficiência na coluna PD encontram-se mais espalhados do que na coluna D. Este comportamento foi verificado ao longo de toda a faixa operacional de ambas as colunas, e nas diferentes razões de refluxo utilizadas; e como resultado, certa dificuldade foi encontrada para realizar a comparação entre os dois processos. Este fato pode ser explicado pela diferença de vazão de vapor que existe entre os dois lados da coluna PD. Os perfis de eficiência de Murphree e vazão molar de etanol na fase vapor para os limites inferior (LI) e superior (LS) das colunas D2% e PD2%, são mostrados na Figura 4.21. Os perfis obtidos pela coluna D foram novamente multiplicados pelo fator 6/4 para facilitar a comparação dos

resultados. Além disso, foram utilizados dois eixos na Figura 4.20 (B) para que os dados das colunas D (eixo primário) e PD (eixo secundário) pudessem ser expostos em conjunto (lembrando que a razão L/V é duas vezes maior na coluna PD).

Primeiramente, verifica-se que a coluna PD apresenta uma maior oscilação entre os valores eficiência, onde também é verificada uma diferença mais significativa de vazão. Ainda, observa-se na Figura 4.21 (A) que os picos máximos de eficiência encontrados ao longo da coluna PD são bem maiores do que os valores encontrados na D. Vale notar que os experimentos realizados com a composição inicial de 3 mol% de etanol apresentaram um comportamento muito semelhante ao mostrado na Figura 4.21.

Analisando a Figura 4.21 (A), observa-se que em ambas as colunas, os maiores valores de eficiência foram encontrados nas menores velocidades de vapor. Este fato é decorrente da maior distribuição de etanol ao longo das colunas D e PD, conforme será discutido adiante. Um aumento na velocidade, contudo, promove uma diminuição na eficiência de prato em ambas as colunas; e, neste caso, verifica-se ainda uma diminuição no comportamento oscilatório encontrado para a coluna PD. Por fim, para a máxima velocidade de vapor alcançada (limite superior de operação), verifica-se uma significativa redução dos valores de eficiência, que também é acompanhada pela diminuição do perfil de composição ao longo das colunas. A perda na eficiência próximo ao limite de inundação é ocasionada pela presença de arraste de líquido.

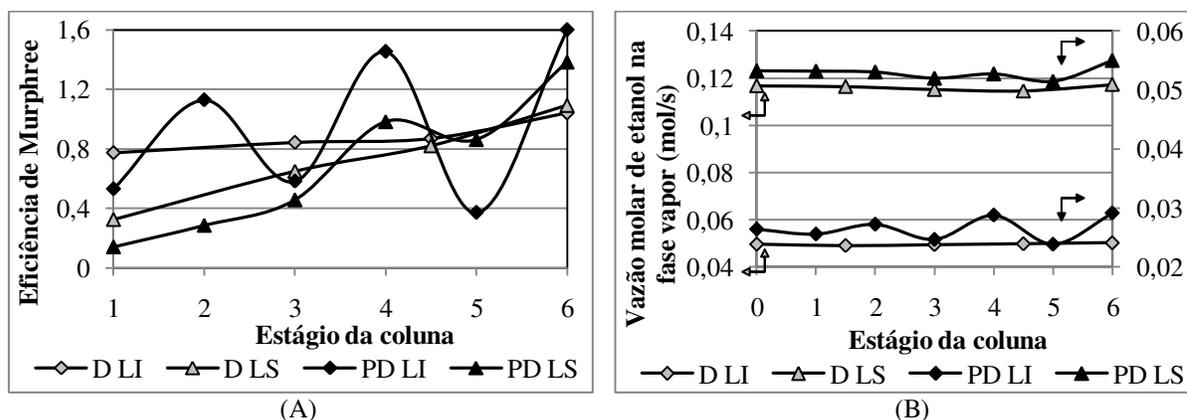


FIGURA 4.21 – Perfis de (A) eficiência de Murphree e (B) vazão molar de etanol na fase vapor para os limites inferior e superior das colunas D2% e PD2%.

4.5.2.1 Influência da composição de etanol na fase líquida

Em colunas em escala piloto, a medida da eficiência dos componentes individuais em um prato particular pode ser realizada determinando as composições das correntes líquidas de

entrada e de saída. Como as eficiências de Murphree envolvem a razão das diferenças das composições, uma exatidão considerável é necessária. Problemas surgem na tentativa de evitar a vaporização parcial das amostras líquidas e garantir que as amostras gasosas estejam secas.

O desvio na determinação da composição de um prato provoca a propagação de desvio na determinação da eficiência de pratos adjacentes. Como resultado, tem-se que dados precisos de eficiência de separação são difíceis de serem obtidos.

Para sistemas não-ideais, a eficiência varia significativamente com a composição da fase líquida. Para baixas e altas composições do componente mais volátil (próxima as dos componentes puros), esta variação é acentuada. O sistema etanol-água possui alta volatilidade (entre 9 e 10) para composições de etanol menores do que 0,05, porém uma baixa volatilidade (menor do que 2) em composições maiores que 0,5. Nestas condições, uma pequena variação da composição resulta em uma grande variação na eficiência de Murphree.

Desta forma, para que a análise fosse realizada, foi determinada a faixa de composição onde são encontrados os menores desvios nos valores de eficiência. Os valores de eficiência de Murphree foram determinados variando-se a fração molar de etanol em $\pm 2\%$ (para valores menores de 0,3) e $\pm 4\%$ (para composições maiores) segundo o desvio obtido na determinação da composição (método refratométrico). O maior e o menor valor de eficiência obtida segundo a metodologia descrita estão expostos na Figura 4.22.

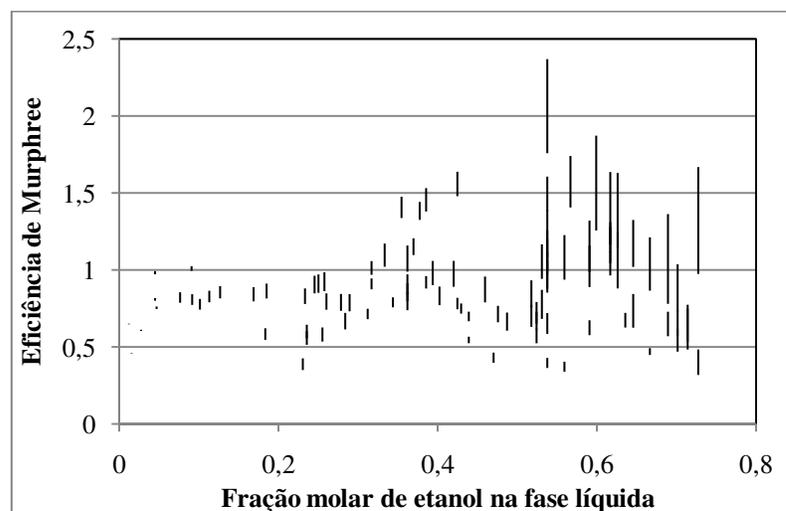


FIGURA 4.22 – Desvio da Eficiência de Murphree em função da fração molar de etanol na fase líquida.

Através dos dados expostos verifica-se que os menores desvios ocorreram em composições inferiores a 50 mol% de etanol. Um resultado muito semelhante foi obtido por Moraes (2006) em seus estudos experimentais com as colunas D e PD. Além disso, optou-se neste trabalho, por utilizar os resultados de eficiência encontrados para as composições maiores de 10%, devido à alta volatilidade relativa encontrada nas menores composições de etanol. Assim sendo, a análise dos valores de eficiência de Murphree é restrita a faixa de composição entre 10 e 50 mol% de etanol.

A composição da fase líquida tem um importante efeito sobre a eficiência para sistemas classificados como positivos, que é o caso do etanol-água. Sistemas de tensão superficial positiva possuem uma maior eficiência pontual no meio da faixa da curva de eficiência versus composição. Uma redução significativa da eficiência é observada nas regiões de alta e baixa concentração do componente mais volátil. Isso ocorre, pois nos extremos da faixa de concentração ocorre uma redução na formação de espuma sobre o prato, o que reduz significativamente a área interfacial de contato entre as fases líquida e gasosa.

Os valores de eficiência de Murphree em função da fração molar de etanol na fase líquida são mostrados na Figura 4.23. Estes resultados incluem os dados encontrados nos experimentos em refluxo total, em ambas as composições iniciais utilizadas, para toda a faixa de operação das colunas D e PD.

Primeiramente, verifica-se o maior espalhamento dos pontos para a coluna PD, conforme anteriormente descrito. Além disso, são encontrados mais pontos com valores de eficiências de Murphree superiores a 1 para a coluna PD. Vale observar que nos cálculos computacionais realizados, a divisão entre as vazões de líquido e vapor na coluna PD foi considerada exatamente $2L/V$. Porém, conforme verificado ao longo dos experimentos, através das oscilações tanto das alturas de dispersão como das composições da fase líquida, pode ter ocorrido uma divisão inexata da corrente de vapor no fundo desta coluna.

De acordo com os dados expostos, a eficiência de Murphree parece ser mais fortemente influenciada pela composição da fase líquida na coluna PD do que na D. Além disso, não é observada uma queda acentuada dos valores de eficiência para baixas e altas composições de etanol, conforme descrito na literatura. Entretanto, vale observar que não foram avaliados os resultados encontrados para as faixas extremas de composição.

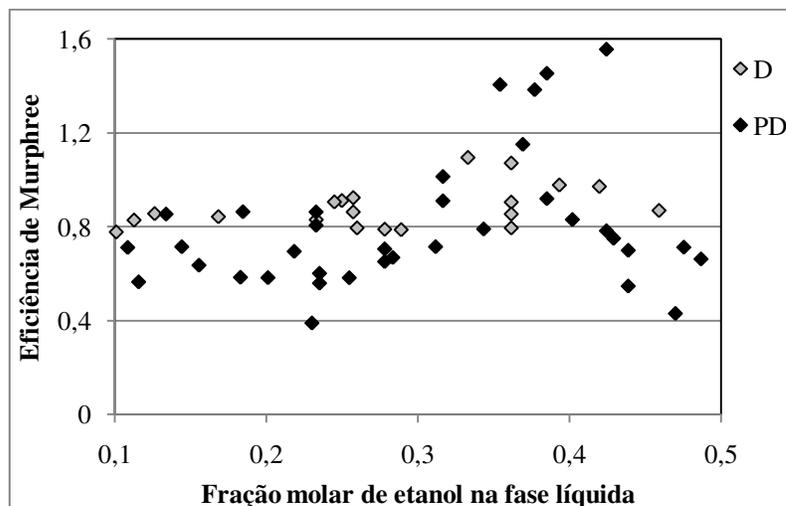


FIGURA 4.23 – Eficiência de Murphree em função da fração molar de etanol na fase líquida para todo o conjunto de experimentos em refluxo total das colunas D e PD.

Na Figura 4.23, observa-se que para as frações molares de etanol inferiores a 0,3 e superiores 0,45 ocorre uma diminuição mais significativa das eficiências, principalmente na coluna PD; e, esta coluna passa a ter valores de eficiência bem menores aos encontrados na coluna D. Neste caso, verificou-se que estes menores valores de eficiência são originados do maior número de dispersões do tipo *froth* encontrados na coluna alternativa, conforme exposto na seção 4.3, para a análise dos regimes de fluxo.

A eficiência de Murphree aparenta ser fracamente influenciada pela altura de dispersão. Conforme descrito na seção 4.4, as maiores dispersões foram encontradas nas frações molares de etanol entre 0,2 e 0,45. No entanto, pode ser observado na Figura 4.23, que os maiores valores de eficiência ocorrem nas frações próximas a 0,4, principalmente na coluna PD.

Além disso, verificou-se que os maiores valores de eficiência são provenientes das operações realizadas próximas ao limite inferior de operação de ambas as colunas D e PD, onde também é encontrada uma maior distribuição de etanol ao longo das mesmas. As maiores eficiências ocorreram mais freqüentemente nos pratos superiores das colunas, para regimes de espuma ou transições destes para outros tipos de regimes.

Por fim, observou-se que os pontos máximos e mínimos de eficiência, mostrados na Figura 4.23 são decorrentes dos regimes de espuma. Os resultados de eficiência de Murphree para os regimes *froth* e *froth* homogêneo, para todo o conjunto de experimentos em refluxo total da coluna PD, são mostrados na Figura 4.24. Vale lembrar que para a coluna alternativa, foi encontrado um grande número de regimes de transição; o que, neste caso, limitou a comparação

dos dados de eficiência para diferentes faixas de velocidade da fase vapor e um mesmo tipo de dispersão. De acordo com estes dados, ocorre um maior espalhamento dos pontos para a dispersão do tipo *froth* homogêneo. Este fato pode ser explicado pela dificuldade da coleta da amostra líquida, uma vez que este tipo de regime apresenta uma grande quantidade de bolhas de vapor. Contudo, observa-se que este tipo de regime apresenta maiores valores de eficiência de Murphree quando comparado ao regime *froth*. Belincanta et al. (2005) indicam que os regimes de espuma celular e *froth* homogêneo em colunas de PD apresentam maiores eficiências de Murphree que os do tipo *froth*, os quais apresentam menores alturas de dispersão.

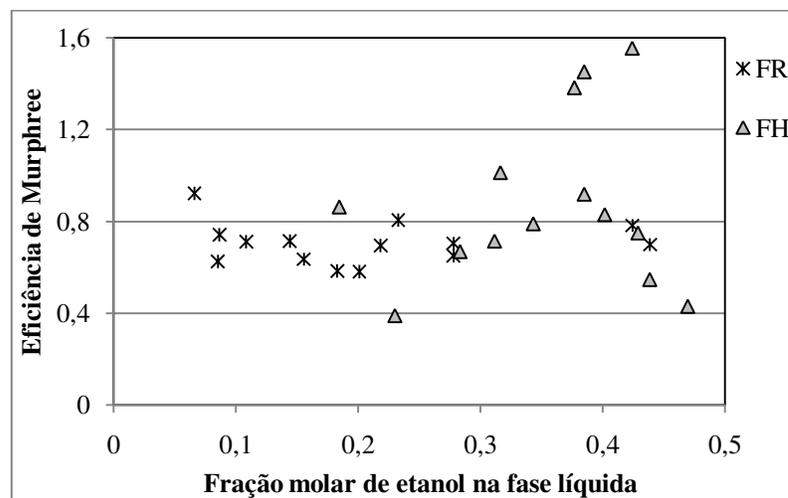


FIGURA 4.24 – Eficiência de Murphree em função da fração molar de etanol na fase líquida para todo o conjunto de experimentos em refluxo total da coluna PD e regimes *froth* e *froth* homogêneo.

4.5.2.2 Influência da velocidade superficial da fase vapor

À medida que se aumenta a velocidade do vapor, no início da operação de um prato de destilação, alcança-se um ponto para o qual o líquido começa a ser retido sobre o mesmo. Com o gradual aumento da velocidade, a eficiência cresce rapidamente até atingir um valor máximo, após o qual começa a decrescer. Para maiores velocidades, atinge-se o limite superior de operação do prato, onde a eficiência decresce rapidamente. Com isto, observa-se uma curva parabólica para a eficiência com respeito à velocidade da fase gasosa.

Os valores de eficiência de Murphree em função da velocidade superficial para a fase vapor, nas colunas D e PD são mostrados na Figura 4.25. Devido à forte influência da composição e do regime de fluxo sobre a eficiência, os dados expostos estão compreendidos entre os valores de composição da fase líquida entre 10 e 30 mol% de etanol e dispersão *froth*.

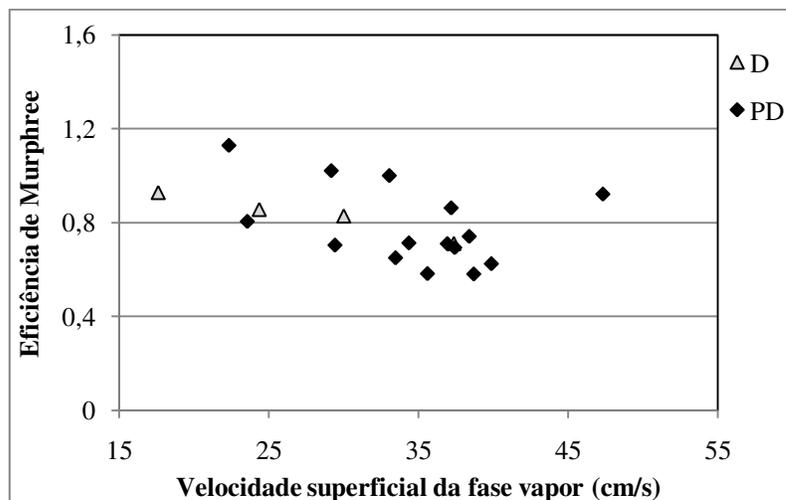


FIGURA 4.25 – Eficiência de Murphree em função da velocidade superficial da fase vapor para as colunas D e PD e composições entre 10 e 30 mol% de etanol.

Primeiramente, observa-se que a eficiência de Murphree diminui com o aumento da velocidade superficial de vapor. Este fato é decorrente da redução na distribuição de etanol ao longo das colunas, conforme anteriormente observado. Além disso, observa-se que a eficiência de Murphree na coluna PD é maior para velocidades até aproximadamente 35 cm/s; diminuindo acima desta velocidade para valores menores aos encontrados na coluna D. Este fato está de acordo ao verificado na análise dos perfis de composição de etanol nas colunas, onde a coluna PD é mais fortemente influenciada por uma variação na velocidade de vapor.

Como não é possível operar em todas as velocidades, as curvas não apresentam o comportamento parabólico esperado. Uma queda mais acentuada nos valores de eficiência é apenas observada próxima ao limite superior de operação das colunas D e PD, devido à presença de arraste, conforme observado. Vale notar que os menores valores de eficiência nas menores velocidades de vapor ocorrem devido a presença de choro. Neste trabalho, o choro foi evitado.

4.5.2.3 Influência da razão de refluxo

Nas operações de refluxo parcial verificou-se um comportamento muito semelhante ao encontrado em refluxo total, onde ocorre um maior espalhamento dos dados de eficiência para a coluna PD. Este resultado pode ser observado na Figura 4.26, onde são expostos os dados de eficiência de Murphree em função da fração molar de etanol na fase líquida, para as colunas D e PD, nos experimentos em refluxo parcial. Devido à influência da velocidade superficial de vapor nos valores de eficiência, foram considerados os resultados entre 34 e 40 cm/s.

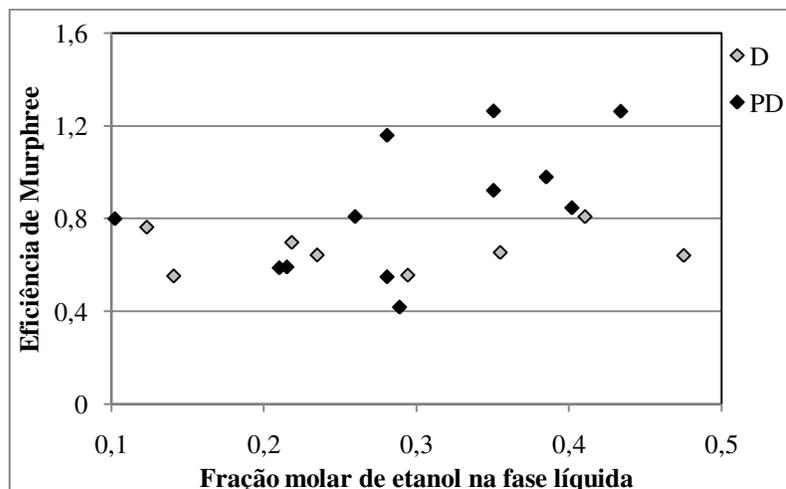


FIGURA 4.26 – Eficiência de Murphree em função da fração molar de etanol na fase líquida para os experimentos em refluxo parcial das colunas D e PD e velocidade superficial da fase vapor entre 34 e 40 cm/s.

De acordo com a Figura 4.26, a coluna PD apresenta valores de eficiência sempre maiores ou iguais aos encontrados na coluna D. Este resultado também foi encontrado no trabalho de Moraes (2006), em diferentes faixas de velocidades. Novamente é verificada a forte influência da composição da fase líquida nos resultados de eficiência para a coluna PD; e, neste caso, os maiores valores de eficiência ocorrem para as frações molares entre 0,25 e 0,45.

Em geral, os valores de eficiência de prato diminuem com a redução da razão entre o líquido e o vapor (L/V). Neste trabalho foi observado este mesmo comportamento, onde os maiores valores de eficiência de Murphree foram encontrados nas operações em refluxo total ou altas razões de refluxo. Assim, o aumento da eficiência acompanhou o aumento da distribuição de etanol ao longo das colunas.

Os resultados de eficiência de Murphree nos pratos das colunas D e PD, nas diferentes razões de refluxo utilizadas, para a velocidade superficial de vapor de 38 cm/s e faixa de fração molar de etanol entre 0,1 e 0,3 são apresentados na Tabela 4.4. Os maiores valores de eficiência na comparação entre as duas colunas são novamente destacados.

De acordo com estes dados, verifica-se um leve aumento dos valores de eficiência sob condições de refluxo parcial na coluna PD. Contudo, conforme descrito anteriormente, erros de análise das amostras líquidas ocasionam erros nos valores de eficiência encontrados, o que faz com que estes valores sejam aproximadamente iguais. Além disso, vale observar que foi encontrada apenas uma pequena quantidade de pontos compreendidos em uma mesma faixa de razão de refluxo, velocidade superficial da fase vapor e composição de etanol.

TABELA 4.4 – Eficiência de Murphree em função da razão de refluxo para as colunas D e PD para a velocidade superficial de vapor de 38 cm/s e faixa de fração molar de etanol entre 0,1 e 0,3.

	D				PD			
RR	RT	-	10,6	6,0	RT	15,0	10,6	6,1
E_{mv}	0,787	-	0,643	0,555	0,694	0,628	0,673	0,587

4.6 CONCLUSÃO

Primeiramente, verificou-se que as colunas D e PD apresentam um comportamento hidrodinâmico muito semelhante, resultando em uma mesma faixa de operação e em tempos de estabilização muito próximos para os dois tipos de colunas.

Com relação aos regimes de fluxo, observa-se em ambas as colunas D e PD, um grande número de dispersões dos tipos espuma celular e *froth* homogêneo, as quais apresentam elevadas alturas de dispersão e maiores valores de eficiência quando comparados a todos os outros tipos de regimes. Além disso, os regimes de transição foram mais amplamente encontrados na coluna PD, devido às maiores velocidades da fase líquida e as maiores alturas de dispersão encontradas nesta coluna.

Analisando os perfis de composição da fase líquida e altura de dispersão, observa-se que a coluna PD é mais amplamente influenciada por uma variação na velocidade superficial da fase vapor. Assim, um aumento da velocidade de vapor promove uma diminuição na distribuição de etanol e um aumento na altura da dispersão, principalmente na coluna alternativa.

Com relação à eficiência de Murphree para as duas colunas, verificou-se um maior espalhamento nos valores de eficiência encontrados para a coluna PD. Contudo, pôde-se constatar que a eficiência é fortemente dependente das propriedades do sistema destilante, da composição do líquido presente em cada prato, da velocidade superficial da fase vapor e da razão de refluxo. Além disso, os maiores valores de composição de etanol no topo das colunas e as maiores eficiências de Murphree foram encontradas próximo ao limite inferior de operação e em composições de aproximadamente 40 mol% de etanol.

CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

O objetivo deste trabalho consistiu na comparação em âmbito experimental de duas colunas de destilação, sendo uma convencional e outra de paradedistilação, através da realização de ensaios sob diversas condições operacionais, utilizando uma mistura etanol-água. De acordo com a proposta inicial, as colunas foram dimensionadas de forma a atenderem dois requisitos: ampliação da faixa operacional da coluna alternativa, através do aumento do diâmetro do vertedor utilizado nesta coluna; e, utilização do número equivalente de pratos necessários para se obter uma mesma eficiência de separação.

A comparação entre as colunas foi realizada através do estudo do comportamento hidrodinâmico e da eficiência de pratos de Murphree, avaliando-se aspectos como os limites operacionais, tempos de estabilização, regimes de fluxo, perfis de composição, tipo e altura das dispersões formadas sobre os pratos e desempenho das colunas. As conclusões a respeito de cada um destes aspectos citados são descritas a seguir.

5.1 OPERAÇÃO DAS COLUNAS DE DESTILAÇÃO E PARADESTILAÇÃO

De acordo com os resultados expostos no Capítulo 5, verifica-se que as colunas de destilação convencional e paradedistilação apresentam um comportamento hidrodinâmico muito semelhante, para as mesmas condições iniciais de operação.

Primeiramente, verificou-se que as duas colunas operam em uma faixa muito próxima de velocidades da fase vapor, de aproximadamente 20 a 50 cm/s. Contudo, foi encontrado que a coluna convencional possui uma faixa operacional levemente mais ampla que da paradedistilação; fato este justificado pela menor área de prato, maior altura da dispersão formada sobre o mesmo e menor comprimento do vertedor utilizado para este tipo de configuração alternativa.

De acordo com o exposto, conclui-se que a fração de área ocupada pelo vertedor no prato alternativo deve ser maior que no prato convencional, devido à divisão da corrente de vapor nesta coluna. A variedade de resultados encontrados facilitou a comparação entre as colunas, uma vez que esta pôde ser efetuada para todo o limite de operação estável das mesmas.

Os limites de operação inferior e superior foram encontrados, respectivamente, nos pratos inferiores e superiores das duas colunas. Além disso, foi encontrado que os limites são influenciados pela composição inicial de etanol, onde um aumento desta composição eleva as velocidades de retenção de líquido e inundação da coluna de destilação. Na coluna de paradestilação, entretanto, ambos os limites de operação foram levemente aumentados, devido à coluna alternativa não apresentar uma variação significativa na formação de diferentes tipos de dispersões com o aumento desta composição.

Por fim, observou-se que as colunas de destilação e paradestilação possuem tempos de estabilização relativamente próximos. Os experimentos realizados para a maior razão de refluxo possuíram um tempo de estabilização mais semelhante aos experimentos sob refluxo total. Ainda, foi verificado que o tempo de estabilização diminuiu com a redução da razão de refluxo.

5.2 REGIMES DE FLUXO

O estudo dos regimes de fluxo é importante, pois eles influenciam diretamente os valores de eficiência. Os regimes de fluxo encontrados durante os experimentos com as colunas de destilação e paradestilação foram borbulhamento, *froth*, espuma celular e *froth* homogêneo. Ainda, foram observados diversos regimes de fluxo mistos, principalmente na coluna alternativa. Este fato foi atribuído às maiores velocidades alcançadas pela fase líquida e as maiores alturas de dispersão encontradas nesta coluna.

Observou-se uma forte dependência do tipo de dispersão com a composição de etanol no líquido e com as velocidades das fases líquida e gasosa ao longo das colunas.

Os regimes de borbulhamento e espuma celular ocorreram apenas nas velocidades mais baixas da fase vapor, até 35 cm/s. A dispersão formada pelo regime de borbulhamento foi encontrada em pratos com composições inferiores a 10 mol% de etanol e em baixas velocidades

da fase líquida. O regime *froth*, por sua vez, foi encontrado em pratos com composições de etanol até 40 mol%, baixas velocidades da fase líquida e em praticamente toda a faixa de velocidades da fase vapor. Para as maiores composições foram encontrados, em sua grande maioria, os regimes de espuma. Ainda, para as maiores velocidades de ambas as fases, verificou-se a predominância da dispersão do tipo *froth* homogêneo.

A porcentagem de ocorrência para cada tipo de regime foi encontrada como sendo muito semelhante para as colunas de destilação e paradestilação. Contudo, observou-se uma maior incidência do regime *froth* para a coluna alternativa, devido ao maior número de pratos contendo composições relativamente baixas de etanol. O regime *froth* homogêneo, por sua vez, ocorreu com maior frequência, em comparação a todos os outros tipos de regimes, em ambas as colunas, devido à forte tendência de formação de espuma pelo sistema etanol-água.

5.3 PERFIS DE COMPOSIÇÃO E ALTURA DE DISPERSÃO

Os pratos inferiores das colunas apresentaram baixas composições de etanol, resultando na formação de dispersões como borbulhamento e *froth*, as quais não atingem alturas elevadas. Os pratos superiores, por sua vez, apresentaram elevadas composições, proporcionando a formação dos regimes de espuma ou transições destes para outros tipos de regimes, e alcançando alturas relativamente elevadas.

Em praticamente toda a faixa operacional, a coluna de paradestilação apresentou uma maior distribuição de etanol, com composições maiores ou iguais nos pratos da base e menores nos pratos próximos ao topo em comparação a coluna de destilação convencional.

O aumento da velocidade superficial da fase vapor promoveu uma diminuição na distribuição de etanol ao longo de ambas as colunas, uma diminuição na composição do destilado e um aumento nas alturas das dispersões, principalmente próximo ao limite superior de operação. Além disso, observou-se que este fenômeno é mais acentuado para os experimentos com a menor composição inicial (2 mol% de etanol).

Nos experimentos realizados com a composição inicial de 3 mol% de etanol, a coluna de paradestilação foi mais fortemente influenciada por um aumento na velocidade da fase vapor,

apresentando uma queda acentuada no perfil de composição próximo ao limite superior de operação. Este fato justifica a ausência de uma formação de diferentes tipos de dispersão para esta coluna utilizando a maior composição inicial de etanol.

A coluna de paradestilação apresentou maiores alturas de dispersão do que a coluna convencional. Além disso, observou-se que este fenômeno independe da velocidade de vapor utilizada, e parece ser acentuado com o aumento desta velocidade.

Por fim, concluiu-se tanto para análise do perfil de fração molar de etanol, quanto para o perfil de altura de dispersão ao longo das colunas, que a coluna de paradestilação é mais amplamente influenciada pela variação da velocidade superficial da fase vapor.

As maiores alturas de dispersão, em ambas as colunas, foram encontradas em composições de etanol entre 20 e 45 mol% e em velocidades de vapor acima de 40 cm/s. Para estes valores, foram observados os regimes *froth* homogêneo e as transições FH/FR. Para as maiores e menores composições de etanol foram encontradas dispersões mais baixas, devido à diminuição do efeito de formação de espuma em composições extremas do componente mais volátil.

O aumento da composição na solução inicial de 2 para 3 mol% de etanol forneceu uma maior distribuição do componente e também uma maior composição de topo em ambas as colunas. Para maiores composições, foi encontrada uma maior incidência das dispersões dos tipos *froth* homogêneo e espuma celular, principalmente na coluna de destilação.

Na coluna de paradestilação, a velocidade da fase líquida é aproximadamente duas vezes maior do que na coluna convencional. Este fato justifica o aumento encontrado nas alturas das dispersões da coluna alternativa. Além disso, verificou-se uma variação significativa nas velocidades do líquido entre os dois lados desta coluna; resultando em picos tanto de fração molar de etanol quanto de altura de dispersão em apenas um dos lados da mesma.

Por fim, observou-se que os experimentos realizados nas maiores razões de refluxo, apresentaram um comportamento mais semelhante ao obtido sob condições de refluxo total. Uma redução na razão de refluxo promoveu uma diminuição na composição do produto de topo, e também na distribuição de etanol ao longo de ambas as colunas de destilação e paradestilação. Este fenômeno foi mais acentuado nos experimentos com a menor composição inicial. Como resultado, verificou-se uma diminuição na altura das dispersões e uma maior incidência de

regimes de transição para *froth*, principalmente nas menores razões de refluxo. Contudo, observou-se que a altura de dispersão praticamente não varia sob condições de refluxo parcial.

Nos experimentos em refluxo parcial, a paradestilação apresentou uma queda mais significativa nos perfis de fração molar de etanol ao longo da coluna. Entretanto, foi encontrado que estes perfis permanecem praticamente constantes independente da razão de refluxo utilizada. A coluna convencional, por sua vez, apresentou uma acentuada diminuição nestes perfis apenas para a menor razão de refluxo estudada. Assim, em condições de refluxo parcial, a coluna alternativa é fracamente influenciada por uma variação na razão de refluxo. Este comportamento é encontrado tanto para 2 mol% quanto para 3mol % de etanol, e em diferentes velocidades de vapor para esta coluna.

5.4 EFICIÊNCIA DE SEPARAÇÃO

A coluna de destilação apresentou maiores composições de topo que a coluna de paradestilação, em praticamente toda a faixa de velocidades da fase vapor avaliada. Contudo, para menores velocidades, as colunas apresentaram valores de composição muito parecidos, principalmente nos experimentos utilizando a maior composição inicial (3 mol% de etanol). Os maiores valores de composição de topo foram nas menores velocidades de vapor. Um aumento na velocidade de vapor promoveu uma diminuição mais acentuada nos valores de composição de topo para a coluna alternativa.

Analisando os resultados de refluxo parcial, observou-se que as colunas de destilação e paradestilação mantêm um melhor desempenho, respectivamente, nas maiores e nas mais baixas razões de refluxo. Assim, sob condições de refluxo parcial, a coluna de paradestilação apresenta menor sensibilidade à variação na razão de refluxo.

Observou-se que os dados de eficiência de Murphree na coluna de paradestilação encontram-se mais espalhados do que na coluna de destilação convencional. Este comportamento foi verificado ao longo de toda a faixa operacional das duas colunas, e nas diferentes razões de refluxo utilizadas. Este fato foi relacionado à diferença de vazão molar da fase vapor encontrada entre os dois lados da coluna alternativa.

Para o sistema etanol-água, foi encontrado que a eficiência varia significativamente com a composição da fase líquida. Esta variação é pequena para a faixa de composição intermediária, sendo considerável para composições baixas e altas de etanol. Com isto, optou-se por analisar os dados de eficiência encontrados para os pratos que apresentaram fração molar de etanol entre 0,10 e 0,50.

Pôde-se constatar que a eficiência é fortemente dependente das propriedades do sistema destilante, da composição do líquido em cada prato, da velocidade superficial da fase vapor e da razão de refluxo. Contudo, a eficiência de Murphree aparenta ser fracamente influenciada pela altura de dispersão. Ainda, a eficiência parece ser mais fortemente afetada pela composição da fase líquida na coluna de paradestilação do que na coluna convencional.

Os maiores valores de eficiência foram encontrados nas menores velocidades de vapor. Assim, um aumento na velocidade também reduziu os valores de eficiência, principalmente próximo ao limite superior de operação das colunas. As maiores eficiências ocorreram em composições de etanol próximas a 40 mol%, nos pratos superiores das colunas e para regimes de espuma ou transições destes para outros tipos de regimes.

Em regime de refluxo parcial, a coluna de paradestilação apresenta valores de eficiência sempre maiores ou iguais aos encontrados na coluna convencional. Os maiores valores de eficiência de Murphree foram encontrados nas operações em refluxo total ou altas razões de refluxo.

Por fim, vale salientar que o aumento apontado no trabalho de Gouvea (2000), onde são necessários 50 % a mais de estágios para uma mesma separação, não pôde ser confirmado neste trabalho devido ao grande espalhamento de pontos observado para os resultados de eficiência encontrados para a coluna alternativa.

5.5 SUGESTÕES

Visando expandir o estudo sobre a comparação entre colunas de destilação convencional e de paradestilação, são apresentadas algumas sugestões:

- Realizar um maior número de experimentos sob condições de refluxo parcial, de forma a confirmar a vantagem apresentada pela coluna de pardestilação em baixas razões de refluxo;
 - Utilizar colunas com diâmetros maiores, com o objetivo de analisar melhor o comportamento hidrodinâmico das mesmas;
 - Medir experimentalmente os valores de composição da fase vapor, a fim de avaliar de forma mais precisa a eficiência de Murphree (realizar uma modificação no projeto das colunas, introduzindo coletores para as amostras gasosas);
 - Emprego de outros sistemas destilantes com o propósito de estudar o comportamento hidrodinâmico e avaliar a eficiência de separação da coluna alternativa frente à coluna de destilação convencional.
-

CAPÍTULO 6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BELINCANTA, J. **Coluna de Para-destilação: análise das características hidrodinâmicas e de eficiência de Murphree**. 124 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 2004.
- BELINCANTA, J.; RAVAGNANI, T.M.K.; PEREIRA, J.A.F.R. The parastillation efficiency and hydrodynamic behavior. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 83, p. 582-585, 2005.
- BELINCANTA, J.; RAVAGNANI, T.M.K.; PEREIRA, J.A.F.R. Hydrodynamic and tray efficiency behavior in parastillation column. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 23, n. 1, p. 135-146, 2006.
- BILLINGHAM, J.F.; BANIK, S.; LOCKETT, M.J. The effect of inlet weeping on distillation tray efficiency. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 73, n. A4, p. 385-391, 1995.
- CALDAS, J.N.; LACERDA, A.I.; VELOSO, E.; PASCHOAL, L.C.M. **Internos de Torres**. Rio de Janeiro: UERJ, 2003. 484p.
- CANFIELD, F.B. Computer simulation of the parastillation process. **Chemical Engineering Progress**, v. 80, n. 2, p. 58-62, 1984.
- COULSON, J.M.; RICHARDSON, J.F. **Tecnologia Química**. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1989. 6 v.
- ELLIS, S.R.M.; HARDWICK, M.J. Effect of Reflux Ratio on Plate Efficiency. **Proceedings of the International Symposium on Distillation**, Brighton, n. 32, p. 26-33, 1969.
- FAIR, J.R. How to predict sieve tray entrainment and flooding. **Petroleum and Chemical Engineering**, v. 33, n. 10, p. 45-52, 1961.
-

- FANE, A.G.; SAWISTOWSKI, H. Plate efficiencies in the foam and spray regimes of sieve-plate distillation. **Proceedings of the International Symposium on Distillation**, Brighton, n. 32, p. 5-15, 1969.
- FOUST, A.S.; WENZEL, L.A.; CLUMP, C.W.; MAUS L.; ANDERSEN, L.B. **Princípios das Operações Unitárias**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1982. 670 p.
- GMEHLING, J.; ONKEN, U.; ARLT, W. **Vapor-Liquid Equilibrium Data Collection: organic hydroxy compounds**. Alemanha: Chemistry Data Series, 1982. 1 v.
- GOUVEA, P.E.M. **Simulação e Análise de Configurações Alternativas de Colunas de Destilação: meta e para-destilação**. 137 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1999.
- GOUVEA, P.E.M.; RAVAGNANI, T.M.K.; PEREIRA, J.A.F.R. Parastillation columns: an alternative to conventional and vacuum distillation. **Latin American Applied Research**, v. 30, p. 365-371, 2000a.
- GOUVEA, P.E.M.; RAVAGNANI, T.M.K.; PEREIRA, J.A.F.R. Reduccion del consumo energetico en columnas de para-destilacion. **Información Tecnológica**, v. 11, n. 3, p. 73-80, 2000b.
- HART, D.J.; HASELDEN, G.G. The influence of mixture composition on distillation-plate efficiency. **Proceedings of the International Symposium on Distillation**, Brighton, n. 32, p. 16-25, 1969.
- HEUCKE, C. Vorteile von parallelen strömen bei rektifikation, absorption und extraktion, **Chemie Ingenieur Technik**, v. 59, n. 2, p. 107-111, 1986.
- HO, G.E.; MULLER, R.L.; PRINCE, R.G.H. Characterisation of two-phase flow patterns in plate columns. **Proceedings of the International Symposium on Distillation**, Brighton, n. 32, p. 5-15, 1969.
- HOFHUIS, P.A.M.; ZUIDERWEG, F.J. Sieve plates: dispersion density and flow regimes. **IChemE Symposium Series**, n. 56, p. 2.2/1-2.2/26, 1979.
- JENKINS, A.E.O. The design of distillation column 'for the times'. **IChemE Symposium Series**, n. 61, p. 73, 1981.
-

- KING, C. J. **Separation Processes**. 2. ed. Nova York: McGraw-Hill, 1980, 450 p.
- KISTER, H.Z. **Distillation Design**. Nova York: McGraw-Hill, 1992, 710 p.
- KISTER, H.Z. **Distillation Operation**. Nova York: McGraw-Hill, 1990, 729 p.
- LEWIS, W.K. Rectification of Binary Mixtures: Plate Efficiency of Bubble Cap Columns. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 28, n. 4, p. 399-402, 1936.
- LOCKETT, M.J. **Distillation Tray Fundamentals**. Cambridge: Cambridge University Press, 1986, 226 p.
- LOCKETT, M.J.; RAHMAN, M.A.; DHULESIA, H.A. Prediction of the effect of weeping on distillation tray efficiency. **AIChE Journal**, v. 30, n. 3, p. 423-431, 1984.
- LOCKETT, M.J.; RAHMAN, M.A.; DHULESIA, H.A. The effect of entrainment on distillation tray efficiency. **Chemical Engineering Science**, v. 38, n. 5, p. 661-672, 1983.
- MCCABE, W.L.; SMITH, J.C. **Operaciones de Ingeniería Química**. Espanha: Reverta S.A., 1987. 2 v.
- MESZAROS, I.; FONYO, Z. Computer evaluation of parastillation process. **Chemical Engineering Communications**, v. 97, p. 75-88, 1990.
- MIZSEY P.; MESZAROS, I.; FONYO, Z. Computer evaluation of distillation processes with parallel streams. **Hungarian Journal of Industrial Chemistry**, v. 21, p. 51-58, 1993.
- MODELL M.; REID R.C. **Thermodynamics and Its Applications**. 2. ed. Englewood Cliffs: Prentice-Hall, 1983. 450 p.
- MORAES, M. J. **Estudo Comparativo da Eficiência de Separação entre Colunas de Destilação Convencional e de Paradestilação**. 89 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.
- MURPHREE, E. V. Rectifying column calculations with particular reference to N component mixtures. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 17, n. 7, p. 747-750, 1925.
-

PERRY, R.H.; GREEN, D.W; MALONEY, J.O. **Perry's Chemical Engineer's Handbook**. 7. ed. Nova York: McGraw-Hill, 1997.

REINEHR, E. L. **Desenvolvimento e Estudo de uma Coluna de Pratos Perfurados sem Vertedores**. 184 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1987.

ROSE, L. M. **Distillation Design in Practice**. 1. ed. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1985, 322 p.

SMITH, V. C.; DELNICK, W. V. Optimum sieve tray design. **Chemical Engineering Progress**, v. 71, no. 8, p. 68-73, 1975.

SOAVE, G.; FELIU, J. A. Saving energy in distillation towers by feed splitting. **Applied Thermal Engineering**, v. 22, n. 8, p. 889-896, 2002.

SYEDA S. R.; AFACAN A.; CHUANG K. T. A fundamental model for prediction of sieve tray efficiency. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 85, n. 2, p. 269-277, 2007.

SYEDA, S.R.; AFACAN, A.; CHUANG, K.T. Effect of surface tension gradient on froth stabilization and tray efficiency. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 82, n. 6, p. 762-769, 2004.

TREYBAL, R. E. **Mass-Transfer Operations**. 3. ed. Singapore: McGraw-Hill, 1981, 784 p.

UMHOLTZ, C. L.; VAN WINKLE, M. Effect of plate thickness and system properties. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 49, n. 2, p. 232, 1957.

VARGAFTIK, N. B. **Tables on the Thermophysical Properties of Liquids and Gases: in normal and dissociated states**. 2. ed. Nova York: John Wiley and Sons, 1975. 758 p.

VAN WINKLE, M. **Distillation**. New York: McGraw-Hill, 1967, 684 p.

WIJN, E.F. On the lower operating range of sieve and valve trays. **Chemical Engineering Journal**, v. 70, p. 143-155, 1998.

APÊNDICES

APÊNDICE A – DIMENSIONAMENTO DAS COLUNAS DE DESTILAÇÃO E PARADESTILAÇÃO

TABELA A.1 – Dimensionamento das colunas de destilação e paradedestilação.

Coluna	Destilação	Paradedestilação
Número de pratos	4	6
Diâmetro da coluna (m)	$9,9 \cdot 10^{-2}$	
Prato		
Diâmetro do prato (m)	0,14	
Espessura do prato (m)	$2,1 \cdot 10^{-3}$	
Número de orifícios	47	22
Diâmetro dos orifícios (m)	$3,0 \cdot 10^{-3}$	
Fração de área livre de escoamento (%)	4,5	
Vertedor		
Diâmetro externo (m)	$1,9 \cdot 10^{-2}$	
Diâmetro interno (m)	$1,6 \cdot 10^{-2}$	
Fração de área de vertedor (%)	3,5	7,5
Refervedor		
Volume (m ³)	$2,13 \cdot 10^{-2}$	
Condensador		
Volume (m ³)	$1,1 \cdot 10^{-2}$	
Área de troca térmica (m ²)	1,2	

APÊNDICE B – FOTOS DOS ESQUIPAMENTOS DE DESTILAÇÃO E PARA DESTILAÇÃO

B.1 COLUNA DE DESTILAÇÃO



FIGURA B.1 – Coluna de destilação convencional.



FIGURA B.2 – Prato de destilação convencional.

B.2 COLUNA DE PARADESTILAÇÃO



FIGURA B.3 – Coluna de paradesilação.



FIGURA B.4 – Prato de paradestilação.

APÊNDICE C – CÁLCULO DAS COLUNAS DE DESTILAÇÃO E PARA DESTILAÇÃO

C.1 CÁLCULO DO EQUILÍBRIO LÍQUIDO-VAPOR PARA O SISTEMA ETANOL- ÁGUA

Um programa em linguagem Fortran foi utilizado para obter a relação de equilíbrio para o sistema etanol-água a pressão de operação de 94,5 kPa. O sistema etanol-água é um sistema não-ideal, e, portanto o cálculo dos dados de equilíbrio líquido-vapor necessita da determinação dos coeficientes de fugacidade ($\phi_{(i)}$) e dos coeficientes de atividade ($\gamma_{(i)}$). Para cada componente (i) no sistema tem-se:

$$y_{(i)}\phi_{(i)}P = x_{(i)}\gamma_{(i)}P_{(i)}^{sat} \quad (\text{C.1})$$

Como o sistema em questão é operado sob baixas pressões, pode-se considerar que o coeficiente de fugacidade é igual a um. Assim, apenas o coeficiente de atividade deve ser calculado. Os dados de coeficiente de atividade foram preditos utilizando o modelo de Wilson. Segundo Modell e Reid (1983), as equações de Wilson são utilizadas no cálculo do equilíbrio líquido-vapor de muitos sistemas não ideais, tornando desnecessário qualquer outro tipo de aproximação. O modelo de Wilson é exposto nas equações C.2 a C.5.

$$\ln\gamma_1 = -\ln(x_1 + x_2\Lambda_{12}) + x_2 \left(\frac{\Lambda_{12}}{x_1 + x_2\Lambda_{12}} - \frac{\Lambda_{21}}{x_2 + x_1\Lambda_{21}} \right) \quad (\text{C.2})$$

$$\ln\gamma_2 = -\ln(x_2 + x_1\Lambda_{21}) - x_1 \left(\frac{\Lambda_{12}}{x_1 + x_2\Lambda_{12}} - \frac{\Lambda_{21}}{x_2 + x_1\Lambda_{21}} \right) \quad (\text{C.3})$$

$$\Lambda_{12} = \frac{\bar{V}_2}{\bar{V}_1} \exp\left(\frac{-a_{12}}{RT}\right) \quad (\text{C.4})$$

$$\Lambda_{21} = \frac{\bar{V}_1}{\bar{V}_2} \exp\left(\frac{-a_{21}}{RT}\right) \quad (\text{C.5})$$

Para um sistema binário, somente dois parâmetros são utilizados, denotados por Λ_{12} e Λ_{21} . Os índices (1) e (2) se referem respectivamente aos componentes etanol e água; \bar{V}_1 e \bar{V}_2 são os volumes molares de cada componente líquido puro; a_{12} e a_{21} são as constantes de Wilson; e R é a constante universal dos gases, onde $R = 8314 \text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{kmol}\cdot\text{K}$ (PERRY et al., 1997). Os dados utilizados no cálculo do coeficiente de atividade são apresentados nas Tabelas C.1 e C.2.

TABELA C.1 – Volumes molares do etanol e da água.

Componente	Volume molar (cm ³ /mol)
Etanol	59,44
Água	18,05

Fonte: Gmehling et al. (1982).

TABELA C.2 – Constantes de Wilson.

a_{12}	a_{21}
307,4162	960,9534

Fonte: Gmehling et al. (1982).

As pressões de vapor dos componentes puros ($P_{(i)}^{\text{sat}}$) foram preditas pela equação de Antoine (C.6). As constantes de Antoine para o etanol e a água estão expostas na Tabela C.3. Para estes valores, tem-se a temperatura expressa em °C e a pressão de vapor em mmHg. Vale salientar, que as constantes citadas são válidas na faixa de temperatura utilizada.

$$\log P_{(i)}^{\text{sat}} = A - \frac{B}{T+C} \quad (\text{C.6})$$

TABELA C.3 – Constantes de Antoine.

Componente	A	B	C
Etanol	8,11220	1592,864	226,184
Água	8,07131	1730,630	233,426

Fonte: Gmehling et al. (1982).

Com o cálculo do coeficiente de atividade e da pressão de vapor dos componentes puros, foi possível utilizar a equação C.1 para encontrar os dados de equilíbrio líquido-vapor. Assim, com os resultados dados pelo programa, foram obtidas as curvas de equilíbrio para o sistema etanol-água, mostradas nas Figuras C.1 e C.2.

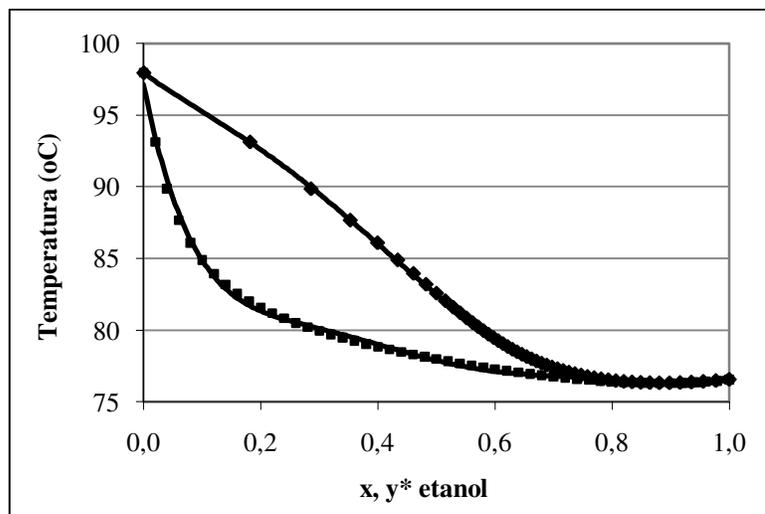


FIGURA C.1 – Temperatura em função da fração molar de etanol nas fases líquida e vapor.

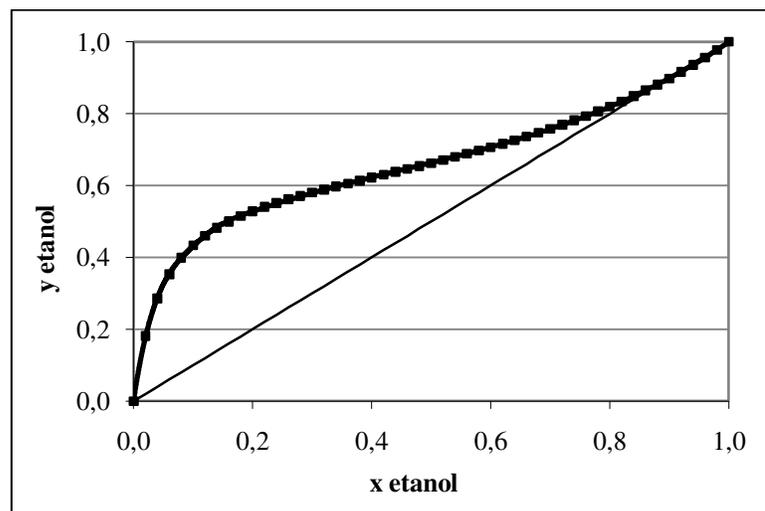


FIGURA C.2 – Fração molar de etanol na fase vapor em função da fração molar de etanol na fase líquida.

Foram ajustadas as melhores curvas que pudessem representar os dados dos gráficos expostos na Figura C.1 de T em função de x e y^* , e na Figura C.2 de y^* em função de x . As equações encontradas são apresentadas na seqüência.

$$\begin{aligned}
 T = T(x) \quad T(x)_{(n)} &= 9,6132 \times 10^2 x_{(n)}^6 - 3,2811 \times 10^3 x_{(n)}^5 + 4,4243 \times 10^3 x_{(n)}^4 \\
 &\quad - 2,9914 \times 10^3 x_{(n)}^3 + 1,0705 \times 10^3 x_{(n)}^2 - 2,0388 \\
 &\quad \times 10^2 x_{(n)} + 97,133
 \end{aligned} \quad (C.7)$$

$$\therefore R^2 = 0,9974$$

$$\begin{aligned} \mathbf{T} = \mathbf{T}(\mathbf{y}) \quad T(y)_{(n)} &= -1,6266 \times 10^2 y_{(n)}^5 + 3,8398 \times 10^2 y_{(n)}^4 - 2,7226 \times 10^2 y_{(n)}^3 \\ &+ 60,149 y_{(n)}^2 - 30,765 y_{(n)} + 97,956 \end{aligned} \quad (\text{C.8})$$

$$\therefore R^2 = 0,9998$$

$$\begin{aligned} \mathbf{y} = \mathbf{y}(\mathbf{x}) \quad \rightarrow \text{Para } 0 \leq x_{(n)} \leq 0,16 \\ y_{(i)}^* &= -1,6020 \times 10^3 x_{(n)}^4 + 7,1167 \times 10^2 x_{(n)}^3 - 1,2224 \times 10^2 x_{(n)}^2 \\ &+ 11,012 x_{(n)} + 1,2000 \times 10^{-4} \end{aligned} \quad (\text{C.9})$$

$$\begin{aligned} \therefore R^2 &= 0,9998 \\ \rightarrow \text{Para } 0,16 \leq x_{(n)} \leq 1,00 \\ y_{(i)}^* &= 0,8106 x_{(n)}^3 - 1,1040 x_{(n)}^2 + 0,9089 x_{(n)} + 0,3837 \end{aligned} \quad (\text{C.10})$$

$$\therefore R^2 = 0,9999$$

Nas equações (C.7) a (C.10), o índice (n) representa os pratos de 1 a 4 na coluna de destilação convencional e 1 a 6 na de paradedstilação, o condensador e o refeedor. Assim, estas equações permitiram o cálculo dos perfis de temperatura e da composição da fase vapor ao longo das colunas.

C.2 CÁLCULO DAS ENTALPIAS DAS FASES LÍQUIDA E VAPOR

Para o cálculo do balanço de energia das colunas, foram utilizadas as entalpias das fases líquida e vapor, calculadas através das equações C.11 a C.16. A entalpia da fase líquida é determinada a partir da capacidade calorífica média do líquido puro a pressão constante (C_p^L):

$$h_{(n)et} = C_{pet}^L (T_{(n)} - T_o) \quad (\text{C.11})$$

$$h_{(n)ag} = C_{pag}^L (T_{(n)} - T_o) \quad (\text{C.12})$$

$$h_{(n)} = x_{(n)et} h_{(n)et} (1 - x_{(n)et}) h_{(n)ag} \quad (\text{C.13})$$

A entalpia da fase vapor, por sua vez, é determinada a partir da entalpia de vaporização do componente puro (ΔH_{vap}) e da capacidade calorífica média do vapor puro a pressão constante (C_p^v):

$$H_{(n)et} = \Delta H_{\text{vap}et} + C_{pet}^v (T_{(n)} - T_o) \quad (\text{C.14})$$

$$H_{(n)ag} = \Delta H_{\text{vap}ag} + C_{pag}^v (T_{(n)} - T_o) \quad (\text{C.15})$$

$$H_{(n)} = y_{(n)et} H_{(n)et} (1 - y_{(n)et}) H_{(n)ag} \quad (\text{C.16})$$

O índice (n), novamente representa os pratos de ambas as colunas, o condensador e o refeedor. Os valores de $T_{(n)}$ e $y_{(n)et}$ são obtidos através da resolução dos balanços de massa e de energia das colunas. A composição da fase líquida ($x_{(n)et}$) é um resultado experimental. A temperatura de referência utilizada foi de $T_o = 348,15$ K. Os valores de C_p^L , C_p^V e ΔH_{vap} para o etanol e água, na temperatura de referência estão expostos na Tabela C.4.

TABELA C.4 – Entalpia de vaporização e capacidades caloríficas para as fases líquida e vapor.

Componente	C_p^L (cal/mol.K)	C_p^V (cal/mol.K)	ΔH_{vap} (cal/mol)
Etanol	35,38	18,04	9410,26
Água	18,92	8,44	9729

Fonte: Perry et al. (1997).

C.3 SISTEMA DE EQUAÇÕES DAS COLUNAS

A modelagem das colunas foi realizada utilizando o conceito de estágio de equilíbrio, onde as fases que deixam cada estágio estão em equilíbrio termodinâmico. As Tabelas C.5 e C.6 apresentam as equações de balanço de massa e energia para cada estágio das colunas de destilação e paradestilação. As variáveis envolvidas nas equações são as frações molares de etanol (x e y), as vazões molares da mistura (L e V) e as entalpias das fases líquida e vapor (h e H). Na paradestilação, as equações de balanço de massa forneceram 13 equações e as de balanço de energia 6, totalizando 19 equações. Na destilação, as equações de balanço de massa forneceram 9 equações e as de balanço de energia 4, totalizando 13 equações. A solução do

sistema foi obtida por meio da aplicação do método de Newton-Raphson generalizado, transformando o conjunto de equações não-lineares em equações lineares.

TABELA C.5 – Equações de balanço de massa e energia para a coluna de destilação.

	Balanço de Massa	Balanço de Energia
Refrervedor	$L_1 + L_{De} = V_{ref}$	-----
Prato 1	$V_{ref} + L_2 = V_1 + L_1$ $y_{ref}V_{ref} + x_2L_2 = y_1V_1 + x_1L_1$	$H_{ref}V_{ref} + h_2L_2 = H_1V_1 + h_1L_1$
Prato 2 e 3	$V_{(n-1)} + L_{(n+1)} = V_{(n)} + L_{(n)}$ $y_{(n-1)}V_{(n-1)} + x_{(n+1)}L_{(n+1)}$ $= y_{(n)}V_{(n)} + x_{(n)}L_{(n)}$	$H_{(n-1)}V_{(n-1)} + h_{(n+1)}L_{(n+1)}$ $= H_{(n)}V_{(n)} + h_{(n)}L_{(n)}$
Prato 4	$V_3 + L_{re} = V_4 + L_4$ $y_3V_3 + x_D L_{re} = y_4V_4 + x_4L_4$	$H_3V_3 + h_{re}L_{re} = H_4V_4 + h_4L_4$

TABELA C.6 – Equações de balanço de massa e energia para a coluna de paradestilação.

	Balanço de Massa	Balanço de Energia
Refrervedor	$L_1 + L_{De} = 2V_{ref}$	-----
Prato 1	$V_{ref} + L_2 = V_1 + L_1$ $y_{ref}V_{ref} + x_2L_2 = y_1V_1 + x_1L_1$	$H_{ref}V_{ref} + h_2L_2 = H_1V_1 + h_1L_1$
Prato 2	$V_{ref} + L_3 = V_2 + L_2$ $y_{ref}V_{ref} + x_3L_3 = y_2V_2 + x_2L_2$	$H_{ref}V_{ref} + h_3L_3 = H_2V_2 + h_2L_2$
Prato 3 a 5	$V_{(n-2)} + L_{(n+1)} = V_{(n)} + L_{(n)}$ $y_{(n-2)}V_{(n-2)} + x_{(n+1)}L_{(n+1)}$ $= y_{(n)}V_{(n)} + x_{(n)}L_{(n)}$	$H_{(n-2)}V_{(n-2)} + h_{(n+1)}L_{(n+1)}$ $= H_{(n)}V_{(n)} + h_{(n)}L_{(n)}$
Prato 6	$V_4 + L_{re} = V_6 + L_6$ $y_4V_4 + x_{De}L_{re} = y_6V_6 + x_6L_6$	$H_4V_4 + h_{re}L_{re} = H_6V_6 + h_6L_6$

Nas Tabelas C.5 e C.6, os índices “n”, “De”, “re” e “ref” se referem respectivamente aos pratos das colunas, aos fluxos de destilado e refluxo obtidos no condensador, e ao fluxo de vapor do refrervedor. Nas operações em refluxo total, os termos que se referem ao destilado são zerados.

Os termos $x_{(n)}$, x_{De} , y_{ref} , L_{De} e L_{re} foram valores obtidos experimentalmente. Os valores de L_{De} e L_{re} são medidos em unidades de volume por tempo. Nos programas, os valores destas duas variáveis foram convertidos para a unidade de fluxo molar por tempo, devido à utilização dos volumes molares do etanol e da água expostos na Tabela C.1. Os valores de $h_{(n)}$ e $H_{(n)}$ foram obtidos, respectivamente, das equações C.13 e C.16.

Na resolução dos balanços das colunas foi necessário fazer uma estimativa inicial dos valores de fração molar de etanol na fase vapor ($y_{(n)}$) e da temperatura ($T_{(n)}$) em cada prato. Os valores considerados corresponderam aos dados obtidos através da condição do equilíbrio de fases para o sistema. Ainda, para as condições de vazão molar das fases líquida e vapor, assumiu-se a hipótese inicial de que a vazão de líquido em cada prato era igual à vazão de líquido proveniente do condensador ($L_{(n)} = L_{re}$). Por fim, sabendo que a coluna de paradestilação propõe a divisão do fluxo de vapor em duas correntes no fundo da coluna, foi assumida a hipótese inicial de que a vazão de vapor era igual à metade da vazão de líquido ($V_{(n)} = 0,5L_{(n)}$) em cada prato da coluna. Para a destilação convencional, a vazão de vapor foi assumida inicialmente como sendo igual à vazão de líquido. Ainda, a vazão de vapor no refeedor, em ambas as colunas, foi assumida como sendo inicialmente igual à vazão de líquido.

Desta maneira, ressalta-se que foi utilizado um programa em linguagem Fortran para resolver o sistema de equações dos balanços de massa e energia das colunas. Os resultados fornecidos pelo programa foram as vazões da fase líquida ($L_{(n)}$) e da fase vapor ($V_{(n)}$), e os perfis de temperatura ($T_{(n)}$) e composição da fase vapor ($y_{(n)}$) ao longo das colunas.

Os resultados de $L_{(n)}$ e $V_{(n)}$ foram fornecidos em unidades de fluxo molar por tempo, sendo convertidos em unidades de velocidade (comprimento/tempo). As velocidades das fases líquida e gasosa foram encontradas através das equações C.17 e C.18.

$$vv_{(i)} = \frac{V_{(i)}RT_{(i)}}{P} \frac{1}{At} \quad (C.17)$$

$$vl_{(i)} = \left(\frac{L_{(i)}x_{(i)}MM_{et}}{\rho_{et(i)}} + \frac{L_{(i)}(1-x_{(i)})MM_{ag}}{\rho_{ag(i)}} \right) \frac{1}{At} \quad (C.18)$$

Os pratos de destilação e de paradestilação possuíam, respectivamente, áreas de $0,7698 \text{ m}^2$ e $0,3849 \text{ m}^2$. A pressão atmosférica local utilizada no cálculo foi de $94,5 \text{ kPa}$. Os valores de $x_{(n)}$ foram obtidos experimentalmente; $V_{(n)}$, $L_{(n)}$ e $T_{(n)}$ são resultados da resolução das

equações de balanço de massa e energia expostas anteriormente. As massas molares do etanol (MM_{et}) e de água (MM_{ag}) utilizadas foram de 46,07 e 18,02 g/mol, respectivamente (valores apresentados na Tabela 3.1 do Capítulo de Material e Métodos).

Os dados de massa específica para o etanol e a água na fase líquida ($\rho_{et(i)et}$, $\rho_{ag(i)}$) foram obtidos de Vargaftik (1975) e de Perry et al. (1997), respectivamente. As equações das curvas ajustadas através dos valores utilizados estão expostas abaixo.

$$\rho_{et(n)} = -6,195 \times 10^{-7} T_{(i)}^2 - 8,339 \times 10^{-4} T_{(i)} + 0,8246 \quad (C.19)$$

$$\rho_{ag(n)} = -2,667 \times 10^{-6} T_{(i)}^2 - 1,949 \times 10^{-4} T_{(i)} + 1,0045 \quad (C.20)$$

C.4 EFICIÊNCIA DE SEPARAÇÃO

Após a determinação da fração molar de etanol na fase vapor, foi possível calcular a eficiência de Murphree nas colunas. As equações C.21 e C.22 apresentam o cálculo da eficiência de Murphree, respectivamente, para os pratos de destilação convencional e paradedstilação. O índice (n) representa os pratos 2 e 3 da coluna de destilação e os pratos 3 a 5 da coluna de paradedstilação; $y^*_{(n)}$ é obtido a partir das equações C.9 e C.10.

$$E_{MV(n)} = \frac{y_{(n)} - y_{(n-1)}}{y^*_{(n)} - y_{(n-1)}} \quad (C.21)$$

$$E_{MV(n)} = \frac{y_{(n)} - y_{(n-2)}}{y^*_{(n)} - y_{(n-2)}} \quad (C.22)$$