



**Universidade Federal de Santa Maria
Centro de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de
Processos**

**DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA DE DESTILAÇÃO
APROPRIADA À PRODUÇÃO DE ÁLCOOL COMBUSTÍVEL
EM PEQUENA ESCALA**

Dissertação de Mestrado

Flávio Dias Mayer

Santa Maria, RS, Brasil

2010

**DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA DE DESTILAÇÃO
APROPRIADA À PRODUÇÃO DE ÁLCOOL COMBUSTÍVEL
EM PEQUENA ESCALA**

por

Flávio Dias Mayer

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para obtenção do Título de

Mestre em Engenharia de Processos

Orientador: **Prof. Dr. Ronaldo Hoffmann**

PPGEPro

**Santa Maria, RS, Brasil
2010**

**Universidade Federal de Santa Maria
Centro de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos**

A Comissão Examinadora, abaixo assinada, aprova a Dissertação de
Mestrado

**DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA DE DESTILAÇÃO
APROPRIADA À PRODUÇÃO DE ÁLCOOL COMBUSTÍVEL
EM PEQUENA ESCALA**

elaborada por
Flávio Dias Mayer

como requisito parcial para a obtenção do grau de
Mestre em Engenharia de Processos

COMISSÃO EXAMINADORA:

Dr. Ronaldo Hoffmann
PPGEPro - UFSM
(Presidente/Orientador)

Dr. Sérgio Luiz Jahn
PPGEPro - UFSM

Dr. Nilson Romeu Marcílio
PPGEQ - UFRGS

Santa Maria, 28 de Setembro de 2010.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Frederico Mayer e Sandra de Fátima Dias Mayer, e à minha irmã, Silvia Dias Mayer, por todo o incentivo nessa longa caminhada.

Aos amigos Ronaldo Hoffmann, pela orientação e companheirismo, e Rejane S. Hoffmann, pelo valoroso auxílio e subsídios em diversas atividades realizadas.

Ao Prof^o Dr. Sérgio Luiz Jahn pelo empenho na viabilização da construção do destilador em escala de bancada.

Ao Prof^o Dr. José Neri G. Paniz, do Departamento de Química (UFSM), pela contribuição essencial a esse trabalho.

Ao Prof^o Dr. Geomar Machado Martins e ao acadêmico do Curso de Engenharia Elétrica Leandro Neis pelo aporte na área de aquisição de dados.

Ao Prof^o Márcio Mazutti pela disponibilização de infra-estrutura analítica, indispensável à realização desse trabalho.

Aos colegas e amigos Cindi O. Gehlen e João H. Wancura pelo auxílio nos trabalhos desenvolvidos ao longo desse curso de mestrado.

RESUMO

PRODUÇÃO DE ÁLCOOL COMBUSTÍVEL EM PEQUENA ESCALA: DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA DE DESTILAÇÃO APROPRIADA

Autor: Flávio Dias Mayer

Orientador: Prof. Dr. Ronaldo Hoffmann

Data e Local de Defesa: 28 de Setembro de 2010, Santa Maria, RS

A produção de álcool combustível em pequena escala, até $25\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$, enfrenta sérios problemas relativos à ineficiência inerentes a seus processos. O aumento de rendimento na etapa de destilação apresenta-se como uma maneira promissora de viabilizar técnica e economicamente as microdestilarias. Sendo esse o objetivo geral, propõe-se um destilador diferenciado, um misto composto de pratos e recheios, respectivamente nas seções de esgotamento e retificação, e como objetivo específico, aproveitar as melhores características de cada um desses internos de torre. O protótipo estudado consiste de um destilador de bancada, construído em vidro, em regime de operação contínuo e dividido em três módulos, com altura efetiva total de 190 cm e diâmetro interno de 4cm; dois módulos preenchidos com anéis de Raschig e um módulo do tipo *vigreux*. Foram realizados testes em refluxo total e, posteriormente, em regime contínuo. Em refluxo total determinou-se o número de unidades de transferência e a altura da unidade de transferência, referidas às fases líquida e gasosa. Os valores obtidos foram aproximada e respectivamente: 11,6 e 10,3; e 0,1847 cm e 0,1632 cm. O número de estágios teóricos foi determinado utilizando-se quatro diferentes métodos, que permitiram avaliar a altura equivalente ao prato teórico. Destaca-se o método proposto por Katayama, cujos valores obtidos se aproximaram mais do número e altura das unidades de transferência, 9,18 e 0,1733m, respectivamente. Posteriormente foram executados sete experimentos (A, B, C, D, E, F e G), em regime contínuo, diferenciados entre si pela variação na taxa de evaporação, de maneira a permitir avaliar sua influência no desempenho operacional do destilador (concentração de etanol no destilado (mínimo igual a 83,04% mol) e no produto de fundo (máximo igual a 0,196% mol), capacidade operacional e fator energético). Assim, o experimento C apresentou a menor razão de refluxo (2,293) e o maior fator energético (1,342), além de respeitar os limites de concentração para o destilado (83,14% mol) e para o produto de fundo (0,16% mol). Através da comparação entre os experimentos de maior (A – 84,24% mol) e menor (E – 82,82% mol) concentração do destilado foi possível verificar que, a fim de obter-se um pequeno ganho na concentração do destilado (1,71%), foi necessário um aumento de 226,07% na razão de refluxo de A em relação a E, resultando em um aumento no consumo específico de energia de 51,38%. Assim, o fator energético foi aproximadamente 50% menor para o experimento A. Pode-se afirmar que esses resultados comprovam a viabilidade técnica da proposta desse sistema misto de destilação, com grande aplicabilidade nas microdestilarias.

Palavras chave: etanol combustível; destilador misto; pequena escala; capacidade operacional; fator energético;

ABSTRACT

APPROPRIATE DISTILLATION TECHNOLOGY DEVELOPMENT FOR ETHANOL FUEL PRODUCTION IN SMALL SCALE

Author: Flávio Dias Mayer

Advisor: Dr. Ronaldo Hoffmann

Date and Place: September, 28th, 2010, Santa Maria, RS, Brasil

The small scale fuel ethanol production faces serious problems of inefficiency inherent to the process. The yield increase in distillation step presents a promising way to guarantee technical and economical feasibility to microdistilleries. As the general objective, it is proposed a different still, a hybrid miscellaneous of plates and packing, in stripping and rectifying sections respectively, and as a specific objective, to explore the best technical features of each tower internals. The studied prototype consists of one glass constructed continuous operation bench still, divided in 3 modules of 190cm effective height and a 4cm internal diameter; two modules filled with Raschig rings and one module as *vigreux* type. Tests were performed under total reflux, and later in continuous operation. In total reflux, the number of transfer units and the height of transfer unit were determined, referred to liquid and gas phases. The obtained values were approximately and respectively: 11,6 and 10,3; and 0,1847cm and 0,1632cm. The theoretical stages number was determined using four different methods that allowed evaluate the height equivalent to a theoretical plate. Standing out is the method proposed by Katayama, whose values were closer to the number and height transfer unit, 9,18 and 0,1733m respectively. Subsequently, seven experiments were performed (A, B, C, D, E, F and G) in continuous operation, differ only on their variable rate of vaporization, in order to assess their influence in the still operating performance (minimal distilled ethanol concentration - 83,04% mol, and maximum bottom ethanol concentration - 0,196% mol, operational capacity and energetic factor). Therefore experiment C showed the lowest reflux ratio (2,293) and the highest energy factor (1,342), besides complying the concentration limits for the distillate (83,14% mol) and bottom product (0,16% mol). By comparing the experiments of higher (A - 84,24% mol) and lower (E - 82,82% mol) distillate concentration was concluded that, in order to obtain a small gain in distillate concentration (1,71%), it was necessary an increase of 226,07% in the A reflux ratio compared to E experiment, resulting in an increase of 51,38% in specific energy consumption. Thereby the A energetic factor experiment was approximately 50% smaller. It can be stated that these results prove the technical feasibility of proposed miscellaneous still, with wide application in microdistilleries.

Keywords: ethanol fuel; hybrid still; small scale; operational capacity; energetic factor.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 - Coluna de destilação do tipo Vigreux	22
Figura 2.2 – Esquema típico das correntes de um prato perfurado	23
Figura 2.3 – Recheios randômicos comumente utilizados.	25
Figura 2.4 – Recheios estruturados, empilhados e colunas de tubo.	26
Figura 2.5 – Diagrama x-y para a mistura etanol-água	34
Figura 2.6 – Diagrama esquemático da destilação diferencial simples	36
Figura 2.7 – Diagrama da destilação diferencial fracionada	37
Figura 2.8 – Sistema de destilação contínuo de equilíbrio ou “Flash”	38
Figura 2.9 – Sistema de destilação contínuo fracionado	39
Figura 2.10 – Esquema de um estágio de contato	41
Figura 2.11 – Características típicas de queda de pressão em torres recheadas	45
Figura 2.12 – Eficiência característica típica recheios randômicos	46
Figura 2.13 – Correlação de Gilliland	52
Figura 2.14 – Razão de refluxo ótima	53
Figura 3.1 - Destilador contínuo para fracionamento de misturas hidroalcoólicas.	58
Figura 3.2 – Esquema do sistema de destilação contínuo	60
Figura 3.3 – Detalhe de um ponto de amostragem (4.b) na intersecção entre os módulos da torre de destilação.	61
Figura 4.1 – Anéis de Raschig utilizados como recheio.	69
Figura 4.2 – Detalhe do posicionamento do termômetro na junção entre os módulos.	71
Figura 4.3 – Relação entre L/V e a concentração do destilado (detalhe da linha que limita a concentração mínima para o destilado)	77
Figura 4.4 - Relação entre L'/V' e a concentração do produto de fundo (detalhe da linha que limita a concentração máxima para o produto de fundo)	78
Figura 4.5 – Influência da vazão de vapor (V) na concentração do destilado e na queda de pressão.	80
Figura 4.6 - Influência da vazão de líquido (L) na concentração do destilado e na queda de pressão.	80
Figura 4.7 – Influência da temperatura de alimentação na queda de pressão da seção de retificação	81
Figura 4.8 – Relação entre a razão de refluxo e o fator energético	84

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Rendimento industrial da produção de álcool em pequena escala	52
Tabela 3.1 – Características construtivas dos módulos do destilador	59
Tabela 3.2 – Constantes de Antoine para o sistema etanol-água.	64
Tabela 4.1 – Média e desvio padrão para as dimensões do recheio	70
Tabela 4.2 – Características do recheio	70
Tabela 4.3 – Valores médios das variáveis amostradas em refluxo total	70
Tabela 4.4 – Valores calculados para o NUT e para AUT.	72
Tabela 4.5 – Valores calculados para $AEPT$ e n .	73
Tabela 4.6 – Valores de vazão calculados e experimentais para as principais correntes no destilador.	75
Tabela 4.7 – Valores experimentais para a concentração de etanol nas correntes de alimentação, de fundo e de destilado (em %mol).	76
Tabela 4.8 – Vazões e relações entre líquido e vapor internas ao destilador.	76
Tabela 4.9 – Valores médios de temperatura ao longo do destilador (°C)	79
Tabela 4.10 – Pressão e queda de pressão medidas ao longo do destilador	79
Tabela 4.11 – Energia disponibilizada ao sistema (em kJ/h)	83
Tabela 4.12 – Energia térmica residual (em kJ/kg)	84
Tabela 4.13 – Balanço energético, perdas e fator energético	85
Tabela 4.14 – Análise comparativa entre os experimentos A e E	86
Tabela 4.15 – Dados operacionais para o ponto ótimo de operação	87

LISTA DE QUADROS

Quadro 2.1 - Condições para escolha do tipo de interno de torre	30
---	----

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	12
1.1 OBJETIVO GERAL	14
1.1.1 <i>Objetivos Específicos</i>	14
1.2 JUSTIFICATIVA	15
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	19
2.1 PROCESSOS DE SEPARAÇÃO DE MISTURAS	19
2.1.1 <i>Dispositivos de contato gás-líquido</i>	20
2.1.1.1 Colunas vazias (não-empacotadas – <i>unpacked columns</i>).....	21
2.1.1.2 Colunas de pratos.....	22
2.1.1.3 Colunas de recheio.....	24
2.2 SEPARAÇÃO DE MISTURAS POR DESTILAÇÃO	31
2.2.1 <i>Destilação em batelada ou diferencial:</i>	35
2.2.2 <i>Destilação contínua:</i>	38
2.3 DESTILAÇÃO FRACIONADA	39
2.3.1 <i>Processo de fracionamento</i>	39
2.3.2 <i>Estágios de equilíbrio</i>	41
2.3.2.1 <i>Altura Equivalente a um Prato Teórico (AEPT)</i>	43
2.3.2.2 <i>Queda de pressão em leitos recheados</i>	44
2.3.2.3 <i>AEPT em função da operação</i>	46
2.3.2.4 <i>Unidades de Transferência</i>	47
2.4 CONSUMO ENERGÉTICO NA DESTILAÇÃO.....	51
2.5 SISTEMA DE DESTILAÇÃO DE ETANOL.....	53
3. METODOLOGIA.....	57
3.1 EQUIPAMENTO DE DESTILAÇÃO	57
3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	61
3.2.1 <i>Operação em refluxo total</i>	62
3.2.1.1 <i>Determinação de N_o e H_o:</i>	63
3.2.1.2 <i>Determinação da AEPT:</i>	64
3.2.2 <i>Operação em regime contínuo</i>	65
4. RESULTADOS.....	69
4.1 CARACTERÍSTICAS DO RECHEIO	69
4.2 OPERAÇÃO EM REFLUXO TOTAL	70
4.2.1 <i>Determinação de N_o e H_o:</i>	71
4.2.2 <i>Determinação da AEPT:</i>	73
4.3 OPERAÇÃO EM REGIME CONTÍNUO	74
4.2.2 <i>Balanço energético</i>	83
5. CONCLUSÃO	89
BIBLIOGRAFIA	92
GLOSSÁRIO.....	100

APÊNDICE A - BALANÇO DE MASSA E DE ENERGIA PARA O SISTEMA DE DESTILAÇÃO	102
APÊNDICE B – CORRELAÇÕES ENTRE DENSIDADE E GRADUAÇÃO ALCOÓLICA DE MISTURAS HIDROALCOÓLICAS	105
APÊNDICE C – COMPOSIÇÃO AZEOTRÓPICA DE MISTURA ETANOL-ÁGUA	106
ANEXO A – ESPECIFICAÇÕES PARA COMERCIALIZAÇÃO DE ÁLCOOL COMBUSTÍVEL	107
ANEXO B - DADOS DE EQUILÍBRIO	109

1. INTRODUÇÃO

As perspectivas de aumento no consumo de álcool combustível, devido a questões econômicas e ambientais, conduzem a busca por novas matérias-primas e/ou áreas para cultivo com objetivo de atender a demanda por esse combustível e agora também pela aplicação comercial da álcoolquímica.

Na mesma direção, a competitividade do álcool frente ao seu principal concorrente, a gasolina, promove o surgimento de áreas alternativas à atual produção, concentrada no sudeste do país, especificamente em São Paulo.

O Rio Grande do Sul, que produz somente 0,36% do volume total de etanol que consome (ANP, 2009), arca com um dispêndio relacionado à evasão de divisas para os estados produtores, recursos esses que, se direcionados ao pequeno produtor sob a forma de incentivo fiscal, melhoraria a competitividade da produção local de etanol, promovendo o desenvolvimento de diversas regiões do Estado.

Além disso, com o anúncio pela Braskem, de investimentos da ordem de R\$500 milhões, em uma planta de produção de plástico “verde”, que consumirá 470 milhões de litros de etanol por ano (BRASKEM, 2010), incentiva o Rio Grande do Sul a produzir esse insumo, visto que a demanda dessa empresa será suprida inicialmente por outros estados. A Braskem já dispõe de uma coluna de desidratação de etanol com capacidade de 400 m³/dia (DEDINI, 2010).

Com a aprovação do zoneamento climático, em abril de 2009, para o plantio da cana-de-açúcar no Rio Grande do Sul (BRASIL, 2009), haverá maiores investimentos no setor, tendo em vista as facilidades na liberação de financiamentos bancários, por exemplo.

Entretanto, tendo em vista que a não viabilidade econômica das microdestilarias origina-se das ineficiências do processo produtivo (RIO GRANDE DO SUL, 1984; HOFFMANN, 1985), deve-se buscar alternativas tecnológicas condizentes com essa escala.

A adequação de tecnologias aos diferentes processos é uma constante quando se trabalha com o setor industrial. Para a produção de etanol em pequena escala não é diferente. Diversas tecnologias foram desenvolvidas para as etapas de obtenção de substrato (moagem ou hidrólise, no caso de amiláceas), fermentação e

destilação, existindo equipamentos cujas capacidades variam de centenas de milhares a poucos litros de produto (álcool combustível) por dia.

A produção de álcool combustível em pequena escala pode ser entendida como uma simplificação do processo utilizado nas grandes destilarias, portanto, com rendimentos menores.

Uma das etapas que carece de melhorias é a da destilação da mistura alcoólica (vinho), uma vez que o projeto dos equipamentos de separação por destilação não correspondem a um simples “downsizing” (redução de escala).

O mecanismo envolvido no aquecimento e vaporização é um ponto decisivo na economia térmica da destilação, muitas vezes inviabilizando economicamente a unidade industrial. Por essa razão, deve-se dedicar maior atenção a essa questão, utilizando-se para isso todos os meios de aproveitamento do calor, a fim de se obter resultados satisfatórios com a menor quantidade de energia e, conseqüentemente, a maior economia possível de combustível (lenha, por exemplo).

Comumente costuma-se distinguir os diversos tipos de destiladores de acordo com o mecanismo de aquecimento; interno da torre de destilação; e regime operacional.

Os mecanismos de aquecimento do destilador, disponíveis atualmente, são: diretamente com vapor; indiretamente com vapor; fluido térmico; e fogo direto. Em qualquer desses mecanismos, visando obter etanol combustível, está acoplada ao fervedor ou evaporador, uma coluna de destilação que deverá permitir a obtenção de etanol hidratado a uma elevada concentração (de 92,6 a 93,8 °INPM).

Os equipamentos de destilação também são classificados de acordo com o interno de torre utilizado: torres de pratos ou de recheio. Existem ainda subdivisões em função das características qualitativas e quantitativas dos pratos e dos recheios utilizados. Cada modelo de interno de coluna apresenta vantagens e desvantagens, dependendo da continuidade ou não do processo destilatório.

A determinação das características da coluna mais adequada para o processo contínuo ainda é um desafio, que exige aprimoramento e/ou desenvolvimento de novos equipamentos.

As colunas de destilação, independentemente do sistema de aquecimento e dos internos de torres, dividem-se ainda em batelada (produção de destilado de forma intermitente) e contínua; esta é a divisão feita levando-se em conta o regime de operação.

A produção de etanol no Rio Grande do Sul, que outrora não apresentava competitividade, poderá ser viabilizada por alguns fatores como:

- melhoria dos cultivares de cana-de-açúcar;
- redução do custo relativo ao transporte desse combustível, a partir de São Paulo, por exemplo;
- a possibilidade de integração da produção de combustível e alimentos em uma mesma cadeia produtiva;
- melhorias técnicas no processo de extração, fermentação e destilação.

1.1 Objetivo Geral

Buscar inovação no processo de destilação empregado na produção de álcool combustível em microdestilarias, através do aumento da eficiência térmica e de separação do processo, proporcionando aperfeiçoamentos no formato da coluna e alterações nas características físicas e operacionais do equipamento de destilação.

1.1.1 Objetivos Específicos

- Construir um destilador em escala de bancada, que permita a coleta de dados necessários para o estudo da destilação em um sistema misto, constituído de pratos e recheios;
- Identificar e efetuar o levantamento dos fatores construtivos e operacionais críticos, dentre os quais a máxima capacidade operacional e o fator energético;
- Calcular o número de unidades de transferência a altura da unidade de transferência;
- Determinar o número de pratos teóricos para determinação da altura equivalente a um prato teórico;
- Levantar dados construtivos e operacionais que permitam analisar a eficácia e viabilidade técnica do sistema de destilação misto;

- Contribuir para a difusão de informações a respeito da destilação em pequena escala;

1.2 Justificativa

A região abrangida pelo zoneamento climático para o plantio de cana-de-açúcar no Estado do Rio Grande do Sul, estabelecida pela portaria nº 54 do Ministério da Agricultura de 16 de Abril de 2009 (BRASIL, 2009), é caracterizada pela pequena propriedade, contrariando o panorama atual da agroindústria canavieira existente no Brasil, cujas destilarias apresentam uma capacidade unitária de produção de álcool combustível que atinge centenas de milhões de litros por safra.

Essa estrutura fundiária, caracterizada pela pequena propriedade e mão-de-obra familiar, sugere que a produção de álcool combustível deva ocorrer também em pequena escala, nas chamadas micro ou minidestilarias, com produção de até 5.000 litros de etanol por dia.

A conjuntura atual do estado do Rio Grande do Sul, sob a qual se avalia a consistente possibilidade de ampliação da produção de álcool combustível através de microdestilarias, envolve diversos fatores de difícil análise, principalmente quando se desconsidera um embasamento econômico, visto tratar-se de um panorama sem precedentes na história do país.

Os fatores contrários à produção de etanol em pequena escala são todos de origem econômica, tendo em vista que os aspectos tecnológicos permitem a obtenção desse combustível, a despeito dos baixos rendimentos alcançados pelos equipamentos disponíveis e que compõem o processo em questão.

As dificuldades econômicas enfrentadas pela produção em pequena escala iniciam-se primeiramente pela competição, em relação ao mercado consumidor, com as grandes unidades produtoras existentes em outras regiões do país. Somado a isso, o baixo rendimento do processo aumenta ainda mais os custos de produção, de maneira que se observam poucas unidades de produção de álcool combustível em pequena escala instaladas no Estado do Rio Grande do Sul, que apenas produzem combustível para uso próprio (autoprodutor).

Além disso, uma vez que a comercialização de álcool combustível só pode ocorrer quando atendidas as especificações estabelecidas pela Agência Nacional do Petróleo (ANP), através da Resolução ANP nº 36, de 06 de dezembro de 2005 (ANP, 2005), verifica-se que em muitos casos, o proprietário de uma microdestilaria incorre em uma infração ao comercializar clandestinamente sua produção no mercado consumidor, visto que os destiladores existentes, via de regra, não possuem capacidade para produzir um destilado que atinja as especificações dessa resolução.

Uma possibilidade concreta, para incrementar a competitividade dessas unidades, é através do melhor aproveitamento da matéria-prima nelas processadas, por meio de um aumento no rendimento de separação de etanol no processo de destilação, aliando-se a isso um incremento no aproveitamento energético do destilador.

Assim, o baixo rendimento da destilação e o elevado consumo energético acarretam os três grandes problemas mais freqüentes apresentados pelos equipamentos em uso:

- 1) Baixo rendimento na separação de etanol contido no vinho alimentado no equipamento, ocasionando grande perda de etanol no vinhoto;
- 2) Baixo rendimento no processo de concentração de etanol, de maneira que, na maioria das vezes, a concentração necessária não é atingida (entre 92,6 a 93,8 °INPM). Em alguns casos essa concentração é obtida fazendo-se uso de alta taxa de refluxo, o que acarreta elevação no consumo energético;
- 3) Consumo energético demasiadamente elevado, suprido por lenha, visto que a utilização de bagaço como fonte energética é de difícil operacionalização e/ou porque o bagaço é direcionado para ração animal, por apresentar elevado teor de açúcar residual;

Assim, a dificuldade em se obter álcool combustível em pequena escala, com qualidade e economicidade, torna necessário o desenvolvimento e a utilização de novas tecnologias que se agreguem ao processo atual de produção desse combustível, beneficiando sobremaneira as microdestilarias.

Quando se verifica o crescente número de microdestilarias instaladas no Rio Grande do Sul, esperar-se-ia que tais equipamentos atendessem de forma eficiente as necessidades para as quais foram instalados. Entretanto, é possível afirmar, com razoável segurança, que não se encontra disponível um equipamento de destilação, de pequena escala, capaz de obter uma boa separação de produto com elevada pureza e, concomitantemente, que disponha de um razoável rendimento energético.

Dessa forma, a etapa de destilação apresenta-se como a mais promissora dos processos, quanto à possibilidade de uma rápida resposta no aumento de rendimento, por tratar-se de um processo que é minimamente afetado pela redução de escala.

A partir dessa premissa, ponderou-se a possibilidade de incrementar tal rendimento através do desenvolvimento de um equipamento que tivesse por característica básica a junção entre as melhores características disponibilizadas por cada tipo de interno de torre.

Tendo em vista o pequeno diâmetro da torre, é aconselhável a escolha do recheio como interno de torre, para obter-se maior rendimento. Porém, como o vinho fermentado, seja de cana-de-açúcar ou mandioca, apresenta elevada concentração de sólidos, vê-se dificultada a utilização de recheio.

Entretanto, os sólidos presentes na alimentação do destilador, não sendo voláteis na temperatura dessa corrente, são carregados pela corrente de líquido para o fundo do destilador, causando incrustação do ponto de alimentação para baixo. Dessa forma, o recheio pode ser alocado acima do ponto de alimentação, ou seja, na seção de retificação.

Na seção de esgotamento, abaixo desse ponto, pode-se utilizar pratos perfurados, por exemplo, cuja manutenção é mais simples.

Dessa forma, a utilização do recheio (no caso anéis de Raschig) deve-se à sua adequação ao diâmetro do destilador, sua simplicidade e baixo custo relativo. Os pratos, por serem menos susceptíveis a incrustação, têm aplicabilidade na seção abaixo do ponto de alimentação, visto que o vinho de cana-de-açúcar apresenta uma concentração de sólidos entre 35 e 45 g.Litro⁻¹ (MAYER, 2008). Se o destilador trabalhar com fermentados de amiláceas, esse problema tende a se agravar. Além disso, sendo a seção abaixo do ponto de alimentação a de maior carga (vazão de líquido e vapor), deve-se optar por pratos devido a sua maior capacidade de carga.

Em pesquisa realizada com base em bancos de patentes (USPTO, INPI e European Patent Office) não foram encontradas tecnologias que empreguem a solução proposta. A maioria das tecnologias encontradas atualmente, que utilizam pratos ou recheio, refere-se a processos que se viabilizam, técnica e economicamente, apenas em grande escala, não sendo aplicáveis à micro escala em questão (produção < 5 000 L/dia).

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Processos de separação de misturas

Um grande número de operações unitárias em engenharia química relaciona-se à mudança de composição de soluções e misturas através de métodos que não envolvem, necessariamente, reações químicas. Usualmente essas operações são direcionadas de maneira a separar uma mistura em seus diferentes constituintes.

No caso de misturas, tal separação pode ser mecânica ou envolver mudanças na composição de soluções, o que se conhece como operações de transferência de massa.

As operações de transferência de massa são caracterizadas pela transferência de um componente da mistura através de outro em escala molecular. Esse fenômeno deve-se à diferença de concentração entre as fases, (gradiente de concentração), de forma que essa transferência de massa será tanto maior quanto maior for a diferença entre o ponto de maior concentração e o de menor concentração, originando a força motriz de separação.

Os processos de transferência de massa são classificados em quatro grupos: 1) contato direto de duas fases imiscíveis; 2) fases separadas por uma membrana; 3) contato direto de fases miscíveis; 4) uso de fenômenos de superfície (TREYBAL, 1968; WELTY, 2007).

A primeira categoria é a mais importante dentre todas que envolvem transferência de massa. Nessa categoria, os três estados de agregação (gás, líquido e sólido) permitem seis possibilidades de contato entre as fases (TREYBAL, 1968).

O contato direto entre duas fases imiscíveis é baseado no fato de que em um sistema bifásico de vários componentes em equilíbrio, com poucas exceções, as composições das fases são diferentes.

Em operações de transferência de massa, as fases em equilíbrio não consistem de somente um componente. Conseqüentemente, quando as duas fases estiverem inicialmente em contato, elas não estarão na composição de equilíbrio. Então, o sistema tende a atingir o equilíbrio através de um lento movimento difusivo dos constituintes, que se transferem, em parte, entre as fases no processo. A

separação, então, nunca é completa. Porém, ela pode ser direcionada para tão próxima quanto o desejado, fazendo-se uso de operações e dispositivos apropriados.

Tais dispositivos devem promover um contato íntimo entre as duas fases, podendo ser de quatro tipos principais: torres de pulverização (*spray towers*); torres de borbulhamento (*bubble towers*); torres de recheio ou empacotadas (*packed towers*) e torres de pratos (*plate towers*) (WELTY, 2007). Esses dispositivos são utilizados preferencialmente em operações de destilação e de absorção, sendo que na destilação utilizam-se as torres de pratos ou de recheio.

2.1.1 Dispositivos de contato gás-líquido

Como citado anteriormente, a separação entre as misturas em um estágio nunca é completa, pois, em equipamentos de contato reais, o estado de equilíbrio dificilmente é atingido. Entretanto, esse contato pode ser melhorado o máximo possível através da utilização de pratos ou recheio, cujo princípio básico consiste em dispersar as fases líquida e vapor de maneira a maximizar a área interfacial e facilitar a transferência de calor e massa.

Do ponto de vista fenomenológico, a operação de equipamento de contato é freqüentemente representada pela teoria de duplo filme. Isto pressupõe a existência de duas fases contínuas separadas por uma interface. Camadas limite são formadas para cada uma das fases contínuas onde a transferência de massa ocorre por difusão e a transferência de calor por condução (WAUQUIER, 2000).

Os valores dos coeficientes de transferência dependem das propriedades físicas das fases, e também da espessura das camadas, que por sua vez é dependente das condições hidrodinâmicas.

Uma vez que a transferência de material e calor ocorre na fronteira entre as fases líquido e vapor, a coluna deve apresentar uma superfície tão grande quanto possível para essa troca, sendo que essa superfície não deve estar associada com uma grande retenção de líquido (*hold-up*). A melhor coluna é aquela que possui pequena altura equivalente a um prato teórico (*AEPT*) e baixa retenção de líquido (KRELL, 1982).

Dispositivos de destilação para uso em escala laboratorial são geralmente executados em vidro, existindo em diversos formatos, de maneira que garantem uma grande versatilidade conformacional.

Segundo Krell (1982) é possível classificar os diversos formatos de torres de destilação em cinco diferentes grupos: 1) colunas vazias; 2) colunas de pratos; 3) colunas empacotadas ou recheadas; 4) colunas com elementos estacionários; 5) colunas com elementos rotativos;

Tendo em vista o ponto de abordagem do presente estudo, serão discutidos somente os três primeiros grupos de formatos de torres de destilação para a escala laboratorial.

2.1.1.1 Colunas vazias (não-empacotadas – *unpacked columns*)

As características favoráveis das colunas vazias são que elas oferecem uma baixa retenção de líquido (*hold-up*) e uma pequena queda de pressão. Nesse tipo de coluna as trocas acontecem entre o vapor e o filme de líquido descendente pelas paredes. Cita-se como exemplo a coluna tipo *Vigreux*, desenvolvida pelo hialotécnico francês Henri Vigreux em 1904 (SELLA, 2008), que consiste na presença, em intervalos regulares, de dois grupos de quatro endentações que apontam para o centro e para baixo (Figura 2.1), o que aumenta em muito a superfície interna de contato, sem aumentar a altura da coluna.

Carney (1949) cita que, do ponto de vista da fácil operação, fácil construção, eficiência relativa e carga (*load* ou *throughput* ou *boil-up rate* – volume de material ascendente à cabeça da coluna por unidade de tempo ou soma das vazões de destilado e refluxo), a coluna do tipo *Vigreux* é a mais prática dentre as colunas vazias avaliadas pelo autor. Segundo essa mesma referência, esse tipo de coluna apresenta algumas características funcionais importantes a serem destacadas, como segue:

- O número de pratos teóricos obtidos pela coluna *vigreux* mantém-se constante para extensas faixas de carga desenvolvidas pelo destilador;
- Um aumento no diâmetro da coluna é acompanhado de uma diminuição da eficiência (aumento da altura equivalente a um prato teórico - *AEPT*), para amplos valores de carga;

- Para uma determinada carga, um aumento na altura da coluna *vigreux* diminui sua eficiência (aumento da *AEPT*). Se a carga for aumentada (10 vezes), mantendo-se o mesmo diâmetro, observa-se o mesmo comportamento, porém com eficiências pronunciadamente menores (*AEPT* maior);



Figura 2.1 - Coluna de destilação do tipo Vigreux

Fonte: Krell (1982).

Além disso, uma coluna desse tipo tem a vantagem de promover uma redistribuição do líquido das paredes para o centro, incrementando a eficiência de separação, medida em *AEPT*, em relação a um tubo vazio.

Com o objetivo de promover o isolamento térmico, esses dispositivos são providos de uma camisa de vácuo, podendo haver um espelhamento com prata ou ouro, de forma a impedir a passagem de radiação térmica.

2.1.1.2 Colunas de pratos

Segundo Wankat (1969), torres de fracionamento que utilizam estágios de equilíbrio para obter contato entre o líquido e o vapor são denominadas de colunas de estágio de equilíbrio e aquelas que utilizam um contato diferencial entre o vapor e o líquido na superfície do recheio são denominadas de colunas diferenciais.

A transferência de massa em um prato realiza-se através das gotas ou bolhas formadas pela passagem do vapor dentro da fase líquida (Figura 2.2). Esse contato (borbulhamento) começa quando o líquido chega ao prato por um “ladrão” (*downcomer*), espécie de chapa ou tubo junto ao costado da torre que conduz o líquido de um prato superior ao inferior. Ao chegar no prato, o líquido distribuído sobre a superfície do mesmo encontra-se com o vapor que está passando através dos furos, válvulas ou borbulhadores existentes na bandeja, formando assim uma espuma. Essa espuma percorre o prato, vertendo ao final desse em um novo *downcomer*. No *downcomer*, a espuma é desfeita e somente líquido desaerado passa ao prato inferior. Acima da bandeja, a espuma coalesce em gotas, e o vapor, praticamente sem líquido, continua para o prato superior.

Os pratos com *downcomer* reservam parte da área transversal da coluna para a descida de líquido ao prato imediatamente inferior, por gravidade. O contato líquido-vapor é promovido na área restante pelo borbulhamento do vapor no líquido que escoar sobre o prato. O nível de líquido é geralmente mantido por dispositivos chamados vertedores.

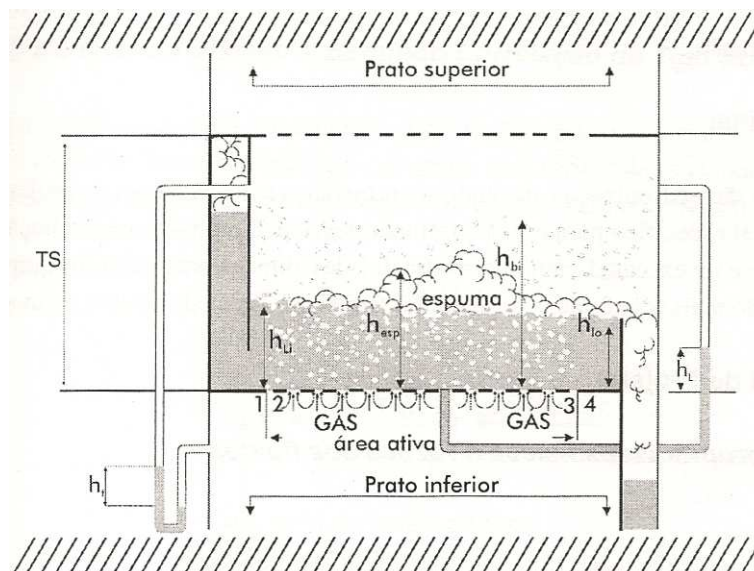


Figura 2.2 – Esquema típico das correntes de um prato perfurado

Fonte: Caldas et al (2003).

Os pratos sem *downcomer* são geralmente planos e contêm furos que permitem a passagem de líquido e do vapor, intermitentemente e em contracorrente. Nesses pratos não há o mesmo grau de contato, entretanto sua construção é simples e de baixo custo. Seu emprego é limitado. Conforme Wankat (1969), esse

tipo de coluna pode ser considerada como coluna recheada, sendo objeto das mesmas considerações para as colunas anteriores.

Um exemplo desse tipo de prato sem downcomer é a bandeja de duplo fluxo (KISTER, 1992), que devido à grande área de abertura possui excelente adequação a operação com líquidos de elevada incrustação ou com bastante sedimento, a despeito de uma baixa eficiência de separação. Esse tipo de prato tem sua eficiência diminuída ainda mais quando a velocidade do vapor é reduzida.

2.1.1.3 Colunas de recheio

Nesse tipo de coluna, o líquido flui através da superfície do recheio e o vapor flui nos espaços vazios internos e entre as peças do recheio. Existem diversos tipos de recheio, geralmente divididos em três classes.

- 1) Recheios randômicos, aleatórios ou amontoados (Figura 2.3): constituem-se de peças discretas de recheio de uma forma geométrica específica que são amontoados ou dispostos aleatoriamente dentro do casco da coluna.
- 2) Recheios estruturados ou sistematicamente dispostos (Figura 2.4): seções manufaturadas de recheio são manualmente dispostas de forma a garantir uma área de contato completamente uniforme entre as fases para qualquer ponto da seção transversal na coluna.
- 3) Grade: São recheios sistematicamente dispostos, mas ao invés de malhas de arame ou placas corrugadas, estes usam uma estrutura aberta entrelaçada.

Além desses três tipos, existem muitos outros em desenvolvimento. Zhang (2007) estudou a utilização de fibras ocas como interno de torre, em que o ponto de inundação desse recheio situa-se de 3 a 5 vezes acima de recheios estruturados. Lévêque (2009) apresenta resultados da utilização de espuma cerâmica, que apresenta elevada área superficial específica, como recheio em colunas empacotadas.

Em escala laboratorial utilizam-se, prioritariamente, colunas com recheio randômico que consiste em um tubo preenchido com as peças de forma aleatória. O

recheio é suportado por algum tipo de grade ou por um anteparo perfurado colocado dentro da coluna.



Figura 2.3 – Recheios randômicos comumente utilizados.

Fonte: Mackowiak (2010)

Segundo Kister (1992) existem três gerações de recheios randômicos. A primeira geração (1907 até 1950) produziu duas formas básicas simples: o anel de Raschig e a sela de Berl, ancestrais dos modernos recheios randômicos. Estes

recheios tem sido substituídos por outros mais modernos e raramente são utilizados em modernas práticas de destilação industrial.

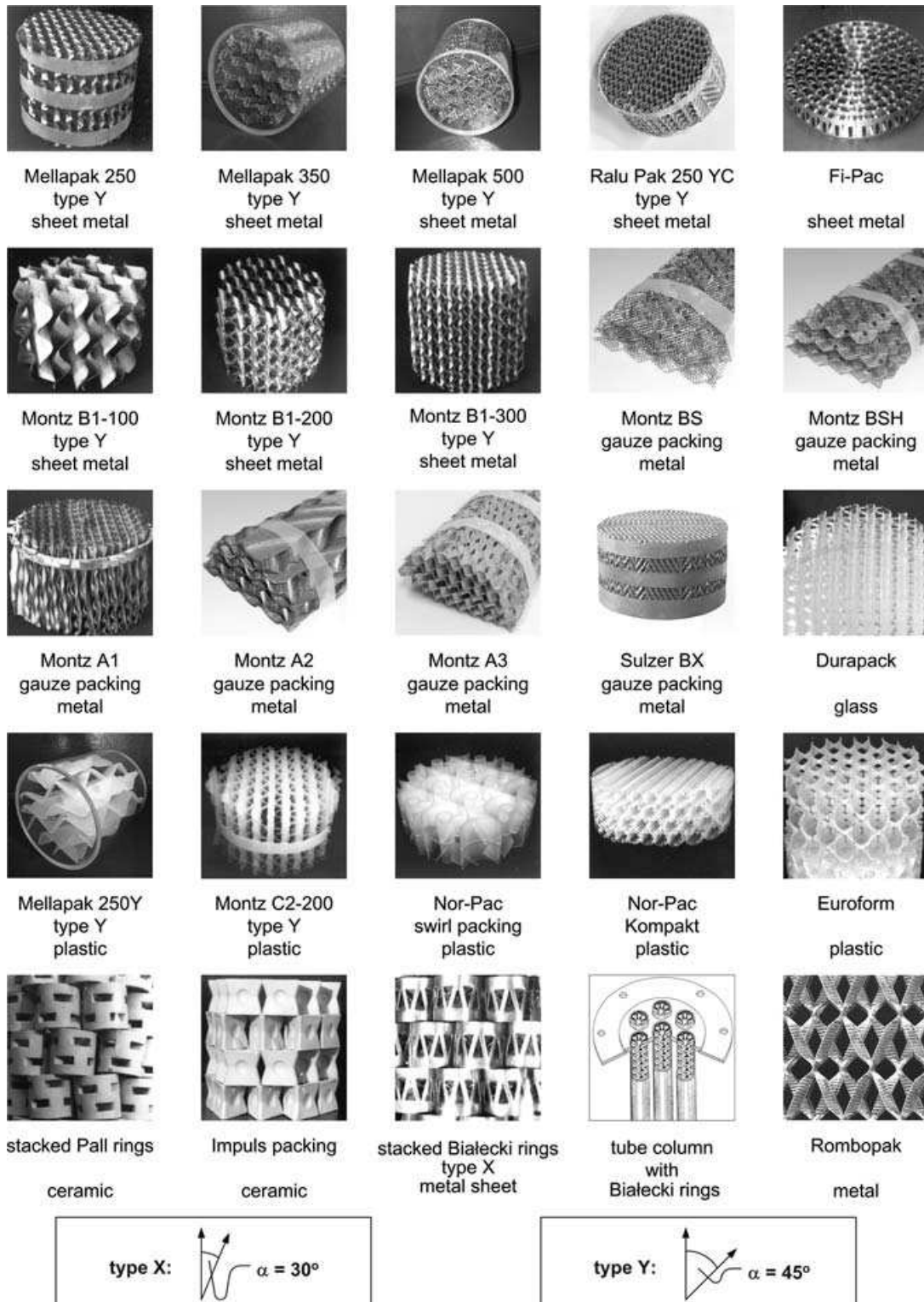


Figura 2.4 – Recheios estruturados, empilhados e colunas de tubo.

Fonte: Mackowiak (2010)

A segunda geração (final dos anos 1950 e início dos anos 1970) produziu duas geometrias, o anel Pall[®] (evolução do anel de Raschig) e a sela Intalox[®] (evolução da sela de Berl). Essa geração ainda é popular e extensivamente utilizada na destilação.

A terceira geração (meados de 1970 até o presente) apresenta uma grande quantidade de formas, muitas das quais evoluíram a partir do anel Pall[®] e da sela Intalox[®], como por exemplo os anéis Nutter, CRM, IMTP Intalox Metal Tower Packing), etc.

Darakchiev (2008) cita a existência de super anéis de Raschig (Raschig Super-Ring), considerado um recheio de quarta geração, com qualidades superiores aos de terceira geração.

Dentre todos os recheios randômicos, os anéis de Rashig, patenteados pelo Dr. Raschig na Alemanha, em 1907, são os mais antigos, mais baratos, mais robustos devido ao seu formato, mais amplamente utilizados no passado e os que apresentam menor eficiência de separação (KISTER, 1992). É um cilindro oco, que tem por característica possuir a altura igual ao diâmetro. Além disso, esse tipo de recheio é o de mais fácil obtenção, podendo ser obtido a partir do corte de tubos de metal ou até mesmo de taquara-bambu (HOFFMANN, 1985).

Segundo Caldas (2003), o anel do tipo Raschig possui uma eficiência levemente inferior ao anel Pall[®] e à sela de Berl, quando operando logo abaixo da condição de inundação, sendo a eficiência bem pior em vazões inferiores.

Devido a sua reduzida flexibilidade (*turndown ratio*) e pouca capacidade, este recheio só deve ser utilizado em condições especiais.

KRELL (1982), a partir da análise de diversos autores, ressalta a importância de um correto enchimento da coluna com recheios randômicos, tendo em vista que a maneira como o recheio é introduzido afeta a espessura do filme líquido, a queda de pressão e a eficiência de separação.

Outro dado importante apresentado por Krell (1982) refere-se a uma diminuição da AEPT em função de subdivisões efetuadas na altura da torre ocupada pelo recheio. O seccionamento de uma determinada altura de recheio ocasiona uma melhor distribuição do refluxo quando se opera uma torre com elevada carga. Walas (1990) indica o uso de redistribuidores de líquido a cada 2½ - 3 vezes o diâmetro da torre quando utilizado anéis de Raschig.

Torres recheadas são também classificadas como torres “molhadas”, uma vez que a formação de um filme fino é sua característica marcante, com as duas fases movendo-se contra si sem penetração mútua. Por outro lado, nas torres de prato, as bolhas de gás penetram através do líquido e combinam-se novamente no próximo prato.

Em torres recheadas com anéis Raschig, a disposição do recheio pode levar a um fluxo não uniforme e variável das fases. Nessas torres, a não uniformidade da distribuição (má distribuição) é esperada para ambas as fases líquido e vapor. No líquido isso ocorre por diversas razões como: fluxo de parede, devido à tendência de o líquido escorrer preferencialmente pelas paredes da coluna; formação de caminhos preferenciais devido à inadequada distribuição do recheio; a coluna pode não estar na posição vertical; a desigualdade na distribuição do refluxo;

Assim, a má distribuição pode ser equacionada:

Má distribuição = caminhos preferenciais + fluxo de parede

O fluxo de parede depende da relação entre o tamanho do recheio e o diâmetro da coluna. Conforme Krell (1982), o tamanho do recheio deve ser em torno de 10% do diâmetro da coluna. Kister (1992) cita que colunas piloto raramente operam com uma relação entre o diâmetro da torre (D_T) e o diâmetro de recheio (D_p) maior do que 20. Segundo Van Winkle (1969), essa relação deve ser menor ou igual a 30. Tal relação é citada por Wallas (1990), devendo ser ao menos igual a 15. Caldas *et al* (2003) relata que o tamanho nominal de um recheio não deve ser maior que 1/8 do diâmetro da torre, com sérios riscos de má distribuição.

O efeito relativo da má distribuição é tanto maior quanto maior for o número de estágio de separação da torre (KRELL, 1982).

Avaliando-se todas as características dos tipos de internos de torre apresentados, observa-se a variedade de aplicações que cada um apresenta, de maneira que para a escolha da melhor alternativa, de acordo com Trambouze (1999), não existe uma resposta definitiva. Conforme esse autor, cada uma das tecnologias tem sua própria qualidade e somente estudos caso a caso podem permitir que a melhor solução seja definida. As principais vantagens do recheio são as seguintes:

- Pequena queda de pressão, de particular interesse para destilação a vácuo de componentes com pequena estabilidade térmica;
- Adequado para torres de pequeno diâmetro (abaixo de 1,0 metro) (WALLAS, 1990). Com distribuição apropriada de líquido e sua redistribuição periódica (em seções), eficiências volumétricas podem ser maiores do que em torres de pratos;
- Pequena retenção de líquido (*holdup*);
- Nenhuma dificuldade em instalar recheio em colunas de pequeno diâmetro;
- Possibilidade de aumento da capacidade através da troca do recheio utilizado;
- Colunas recheadas frequentemente podem ser projetadas para uma maior faixa de operação do que pratos perfurados (BENNETT, 2000);
- Simples construção, o que ocasiona um menor custo comparado com uma torre de pratos para pequeno diâmetro (menor que 61 cm de diâmetro). Bennett (2000) afirma que colunas de pratos são intrinsecamente de menor custo que colunas recheadas, porque uma menor área é necessária para pratos do que para recheio e o custo dos pratos são muito menores. Walas (1990) cita que para grandes torres o recheio randômico pode custar mais de duas vezes o valor de pratos (valvulados ou perfurados);

Em contraste, as desvantagens são listadas abaixo:

- Pequena flexibilidade: a eficiência cai rapidamente quanto mais afastada a coluna trabalha a partir de suas condições operacionais ótimas. Dificuldades são encontradas na molhabilidade adequada do recheio, particularmente a baixas velocidades do líquido. Comparando-se com pratos perfurados, a vantagem é do recheio (como visto anteriormente). Segundo Bennetti (2000), colunas de pratos do tipo valvulado ou de

campânula apresentam uma faixa operacional igual ou maior que colunas recheadas;

- Como regra geral, os pratos são menos caros que recheios estruturados (TRAMBOUZE, 1999);
- Incrustação é possível com produtos que podem sedimentar. A única solução é algumas vezes descarregar o recheio completamente (elevado dispêndio de tempo), enquanto que uma coluna de prato é acessível para manutenção (se o diâmetro permitir);
- Menor eficiência em colunas de grande diâmetro devido à dificuldade em atingir uma distribuição uniforme de fluido no recheio;

Com base na análise de várias bibliografias (CALDAS, 2003; TRAMBOUSE, 1999; WANKAT, 1988; WALAS, 1990), é possível estabelecer uma comparação mais abrangente quanto à utilização entre torres de prato e recheio, conforme o Quadro 2.1. Ressalta-se que os pontos mais importantes para a escolha do tipo de dispositivo são o diâmetro da torre e a tendência à incrustação.

Característica operacional do sistema de destilação	Preferência para utilização de pratos	Preferência para utilização de recheio
Líquido a ser destilado contém sólidos ou incrustantes	Sim	Não
Elevada carga	Sim	Sim
Pequeno diâmetro da torre	Não	Sim
Sistema propenso à formação de espuma	Não	Sim
Possibilidade de corrosão	Sim	Não
Necessidade de flexibilidade operacional	Sim ^a	Sim
Necessidade de pequeno <i>hold-up</i> (caso da destilação diferencial)	Não	Sim
Problemas com arraste	Sim	Sim

^apara pratos do tipo valvulado ou de campânula

Fonte: Compilação do autor.

Quadro 2.1 - Condições para escolha do tipo de interno de torre

É importante observar que a formação de espuma tende a diminuir de maneira considerável a eficiência na transferência de massa, além da capacidade do destilador (CAI, 2006).

A utilização de dois tipos de recheio de forma intercalada ou “recheio sandwich” combina vantajosamente características de pratos e recheio (KASHANI, 2005). Através da combinação de elementos de recheio comerciais com diferentes áreas específicas, zonas de cargas fluidodinâmicas variáveis são criadas. Elementos de recheio com uma elevada área superficial operam diretamente próximos ao ponto de inundação. Devido a um intenso contato entre o gás e o líquido, essas camadas aumentam a transferência de massa e o tempo de residência. Em contraste, os elementos de recheio com menor área superficial específica operam muito abaixo do ponto de inundação e agem como um removedor de névoa.

2.2 Separação de misturas por destilação

A separação de misturas por destilação é uma das operações unitárias mais antigas que se conhece. O primeiro registro de uma destilação em batelada data de aproximadamente 50 A.C, podendo ter iniciado a mil ou dois mil anos antes desse período (VAN WINKLE, 1969). A destilação adquiriu condição de ciência somente no século XVII.

A primeira coluna vertical de destilação contínua foi desenvolvida por Cellier-Blumental, na França, em 1813. A coluna de destilação com pratos de borbulhamento foi introduzida na Inglaterra em 1822. O recheio foi utilizado pela primeira vez por Clement, em 1820, que usou pérolas de vidro na destilação de álcool. Coffey desenvolveu a primeira coluna de destilação com pratos perfurados em 1830.

É interessante notar que a destilação não foi estudada até o trabalho de Ernest Sorel, que publicou o primeiro livro sobre os fundamentos da destilação (*La Rectification de l'alcool*) em 1893 (HOLLAND, 1981).

Com o crescente interesse promovido pela utilização do petróleo e seus derivados nas primeiras décadas do século XX, a aplicação da destilação passou a fazer parte não somente da fabricação de bebidas, mas de toda a indústria química (KISTER, 1992).

A destilação consiste em um processo de separação física de uma mistura em dois ou mais componentes que possuem diferentes pontos de ebulição por,

preferencialmente, vaporizar o componente mais volátil para fora da mistura (KISTER, 1992).

A destilação depende, conforme Treybal (1968), da distribuição das substâncias de uma mistura entre as fases líquida e gás, aplicada a casos onde todos os componentes estão presentes em todas as fases. Ao invés de introduzir uma nova substância na mistura de maneira a promover a segunda fase, como na absorção, a nova fase é criada a partir da solução original por vaporização ou condensação.

Quando uma mistura líquida de dois componentes voláteis é aquecida, o vapor produzido terá uma maior concentração no componente mais volátil (de menor ponto de bolha) do que o líquido em que estava presente. De outra forma, se o vapor é resfriado, o componente menos volátil (de maior ponto de bolha) tem a tendência em condensar em uma proporção maior do que o componente mais volátil.

A tendência de um componente em vaporizar é medida através do valor do coeficiente de partição (K_i), conforme a Equação 2.1. Se o valor de K for alto, o componente tende a concentrar na fase vapor; se for baixo ele tende a concentrar na fase líquida (KISTER, 1992; PERRY, 1999).

$$K_i = \frac{y_i}{x_i} \quad (2.1)$$

Onde:

y_i - fração molar do componente i na fase vapor;

x_i - fração molar do componente i na fase líquida;

A relação entre a tendência de os componentes da mistura vaporizarem-se constitui-se na base para a técnica de destilação, o que se denomina por volatilidade relativa ($\alpha_{i,j}$). A destilação, então, constitui-se em um processo de separação de componentes de acordo com sua volatilidade relativa.

A volatilidade relativa é uma medida da facilidade de separação. Essa definição faz com que ela seja a relação entre a tendência a vaporizar de dois componentes. Se o valor de $\alpha_{i,j}$ for elevado, um componente tem uma tendência muito maior a vaporizar do que o outro e será mais fácil separá-los por destilação.

Por outro lado, quando um componente tem uma tendência a vaporizar tão alta quanto a do outro, o valor de $\alpha_{i,j}$ é igual à unidade, e os componentes não poderão ser separados por destilação.

Por convenção, a volatilidade relativa é definida como a relação entre o valor K do componente mais volátil e do menos volátil (Equação 2.2) e, portanto, $\alpha_{i,j}$ será sempre maior ou igual a unidade.

$$\alpha_{i,j} = \frac{K_i}{K_j} \quad (2.2)$$

Para sistemas binários, as Equações (2.1) e (2.2) podem ser combinadas para fornecer:

$$\alpha_{i,j} = \frac{K_i}{K_j} = \frac{y_i \cdot (1 - x_i)}{x_i \cdot (1 - y_i)} \quad (2.3)$$

A Equação 2.3 pode ser rearranjada:

$$y_i = \frac{\alpha_{i,j} x_i}{1 + (\alpha_{i,j} - 1)x_i} \quad (2.4)$$

A Equação 2.4 expressa a relação de equilíbrio entre um líquido de composição x e o vapor formado por esse líquido a partir do valor da volatilidade relativa (MCCABE, 1993). Essa relação pode ser obtida em gráficos como o da Figura 2.5.

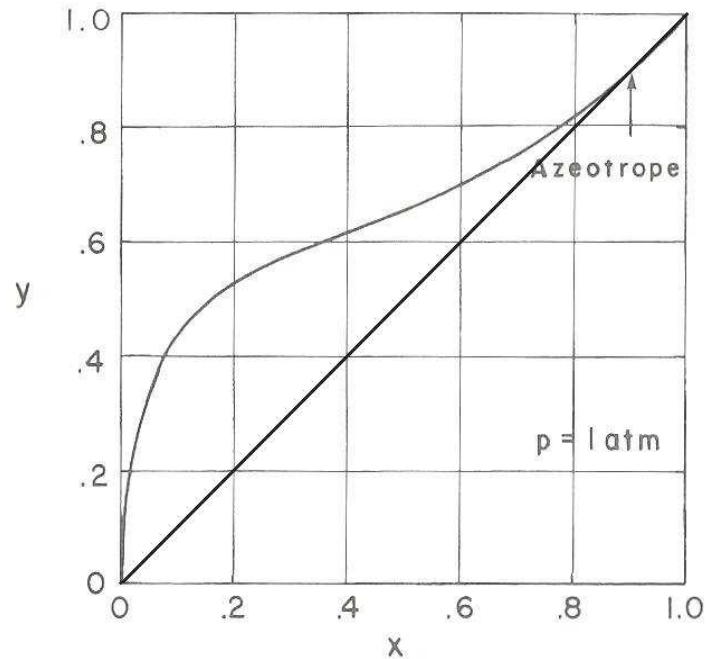


Figura 2.5 – Diagrama x-y para a mistura etanol-água

Fonte: WANKAT (1988), adaptado

O gráfico da Figura 2.5 é chamado de diagrama x-y. Os eixos x e y mostram a concentração do componente mais volátil no líquido e no vapor, respectivamente. A diagonal representa os pontos em que as composições do líquido e do vapor são as mesmas e a curva é uma relação de equilíbrio entre as fases.

O equipamento de destilação (destilador, torre de destilação ou coluna de destilação) permite que se realize um processo de vaporização parcial de uma mistura líquida em um simples ou em múltiplos estágios, de maneira a se permitir que o vapor atinja um estado de equilíbrio com o líquido remanescente, e assim as fases líquida e vapor seguem caminhos opostos (contracorrente).

A partir de uma análise de diversas referências bibliográficas (VAN WINKLE, 1967; GILLILAND, 1950; TREYBAL, 1968; HOLLAND, 1981; WANKAT, 1988; KISTER, 1992; ROUSSEAU, 1987; CHEREMISINOFF, 2000, KRELL, 1982), foi possível estabelecer uma classificação simplificada para as diferentes configurações de sistemas de destilação. Tal classificação parte de uma divisão quanto ao regime operacional. Assim, esses sistemas dividem-se em dois grupos: **batelada** e **contínuo**.

Além disso, adaptando-se a classificação elaborada por Cheremisinoff (2000), é possível diferenciar tais processos quanto a quatro características operacionais:

- 1) Natureza da alimentação que será processada: binária, quando existem dois componentes; multicomponente, quando existem mais de dois componentes; complexa, quando o número e os componentes individuais não são identificáveis como compostos;
- 2) Número de correntes de alimentação existentes: onde existe uma única alimentação ou múltiplas (mais de duas correntes de entrada);
- 3) Uma alimentação extra: a fim de facilitar o processo de separação, como no caso da destilação extrativa e da destilação azeotrópica;
- 4) Tipo de interno de torre: torre de pratos, onde pratos de várias formas são utilizados para segurar o líquido de forma a promover um melhor contato entre o vapor e o líquido, originando uma melhor separação; torre de recheio, onde ao invés de pratos, recheios são empregados para efetivar o contato líquido-vapor;

Dentre as diferenciações citadas, a que apresenta maior importância é quanto ao tipo de interno de torre. Essa característica será melhor detalhada no item 2.2.3.

Outra característica que diferencia os processos de destilação envolve o sistema de aquecimento, encontrando-se disponíveis trocadores de calor que utilizam vapor ou óleo térmico, destilação a vapor (*steam distillation*) com injeção de vapor d'água e sistema de "fogo direto", em que o calor da chama produzida pela queima de um combustível entra em contato com o líquido da coluna através da base do refeedor.

A seguir, apresenta-se uma breve descrição quanto aos possíveis regimes operacionais.

2.2.1 Destilação em batelada ou diferencial:

A destilação em batelada é um processo intermitente, em que a mistura a ser destilada é carregada em um tanque na base do destilador (refeedor ou *still pot*) e a mistura é aquecida até o seu ponto de bolha. No ponto de bolha inicia-se ebulição e a mistura é mantida em ebulição, enquanto o destilado é continuamente removido como vapor e condensado a um produto líquido externamente ao destilador.

Um gradual aumento na temperatura de ebulição do líquido toma lugar, já que o líquido remanescente enriqueceu-se no componente menos volátil na medida em que o componente de menor ponto de bolha é destilado até que a quantidade desejada de produto seja obtida.

Nesse processo, o líquido é vaporizado progressivamente e cada incremento de vapor é removido do contato com o líquido assim que é formado e apesar de que cada incremento de vapor deva estar em equilíbrio com o líquido, a composição média de todo o vapor produzido não estará em equilíbrio com o líquido remanescente.

A destilação em batelada pode ser dividida em relação ao número de estágios empregados no processo, sendo de dois tipos: destilação diferencial simples (Figura 2.6) ou destilação diferencial fracionada (Figura 2.7). No primeiro caso o destilador possui apenas um estágio e no segundo múltiplos estágios.

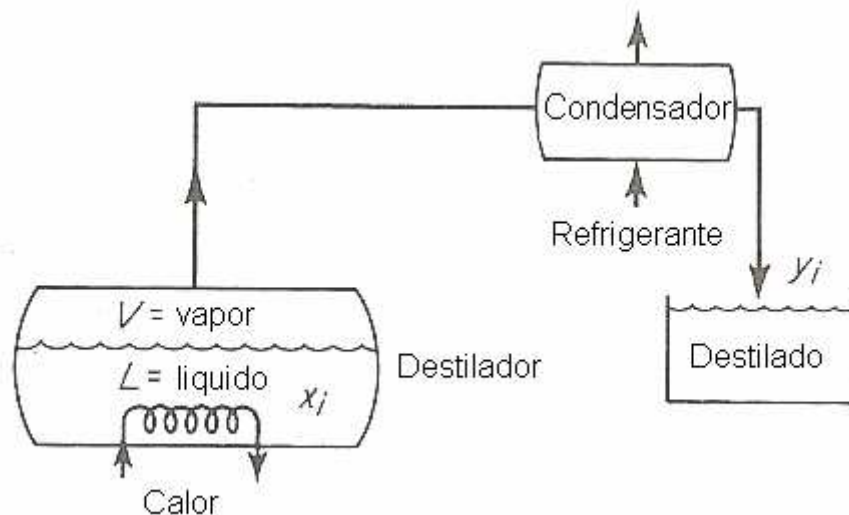


Figura 2.6 – Diagrama esquemático da destilação diferencial simples

Fonte: Wankat (1988), adaptado.

Em um processo de destilação diferencial simples, obtém-se um produto de concentração não muito elevada. Na destilação diferencial fracionada é possível obter uma concentração mais elevada para o produto (D) visto tratar-se de um enriquecimento do destilado através de sucessivas destilações simples, ou seja, com um número maior de estágios (n).

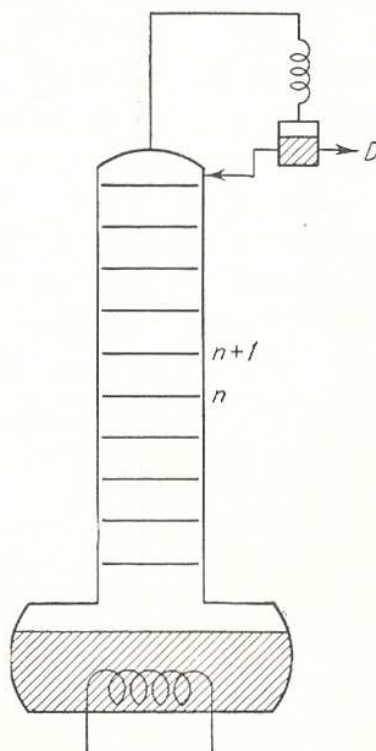


Figura 2.7 – Diagrama da destilação diferencial fracionada

Fonte: Gilliland (1950).

Além dos dois tipos de destilação diferencial citados, existe a destilação diferencial semi-contínua (Krell, 1982), recomendada devido a um maior rendimento e melhor economia de energia térmica. O procedimento consiste em suplementar o conteúdo do destilador com alimentação na mesma taxa em que o destilado é removido.

Nesse sistema, a alimentação é feita diretamente no refeedor, ou em algum ponto na coluna, e ter sido aquecida previamente até próximo ao seu ponto de bolha. O refeedor deve ser grande o suficiente para conter o resíduo e a quantidade de alimentação introduzida. Este método é recomendado para separação de uma fração preliminar de baixo ponto de ebulição ou para concentrar a mistura contendo uma alta proporção de sólidos.

No último caso, a admissão contínua de alimentação previne que o conteúdo do refeedor se torne muito viscoso ou até mesmo sólido. Após certo tempo, a alimentação é interrompida e o líquido no refeedor é adicionalmente evaporado em batelada ou então descartado. A retirada contínua é impossível uma vez que a alimentação constantemente introduz material de baixo ponto de ebulição que tem de ser evaporado antes de o resíduo ser descartado, sob risco de perda de material menos volátil (se este for o produto de interesse).

2.2.2 Destilação contínua:

Na destilação contínua a alimentação, usualmente pré-aquecida até certo grau, é ininterruptamente introduzida no aparato de destilação e separada em destilado e produto de fundo, ambos removidos continuamente do processo. Depois de a vazão e a composição desses dois produtos se estabelecerem (entrarem em regime), assim como outras condições pré-determinadas, elas não devem se modificar durante o curso adicional da operação, teoricamente.

Assim como na destilação em batelada, a destilação contínua é dividida de acordo com o número de estágios utilizados. A destilação contínua de equilíbrio ou flash, exemplificada através da Figura 2.8, possui apenas um estágio.

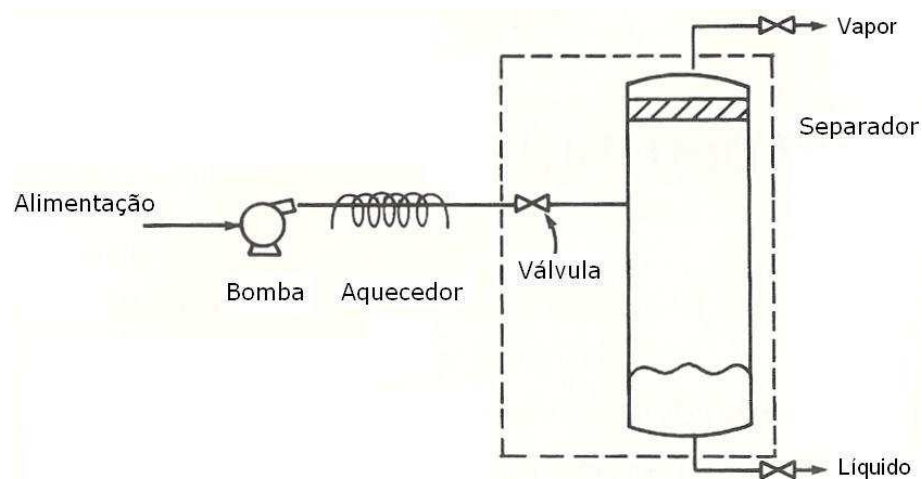


Figura 2.8 – Sistema de destilação contínuo de equilíbrio ou “Flash”

Fonte: Wankat (1988), adaptado.

A destilação contínua fracionada (Figura 2.9) possui múltiplos estágios, assemelhando-se muito com a destilação diferencial fracionada, sendo que a operação contínua tem como principal vantagem um menor gasto energético.

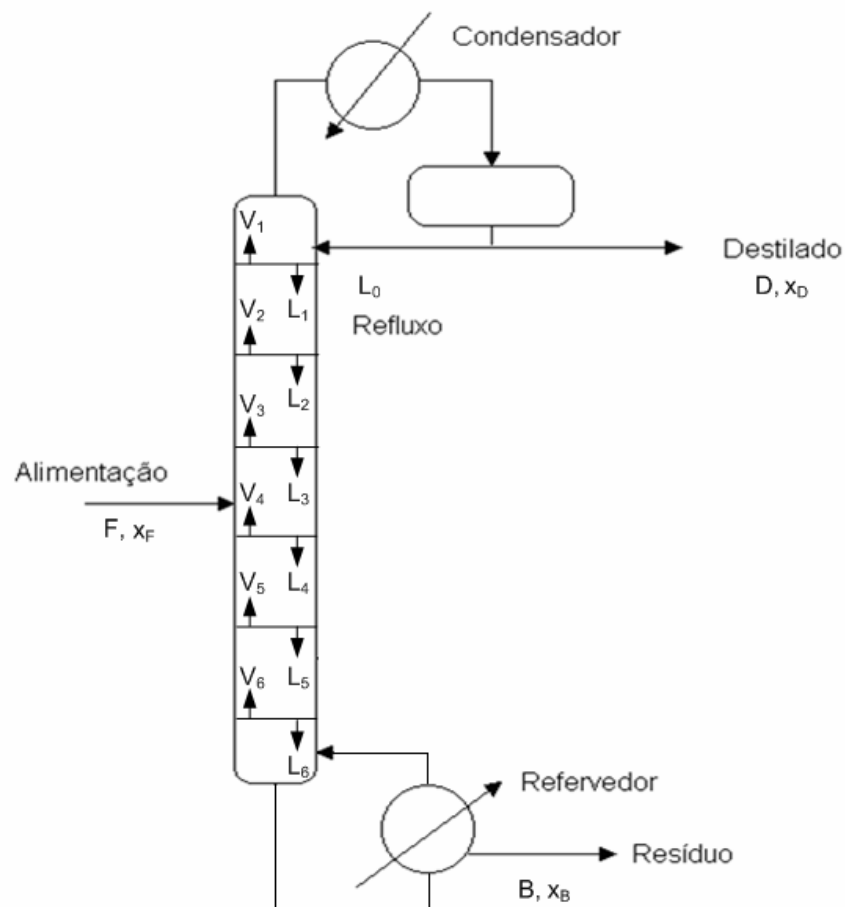


Figura 2.9 – Sistema de destilação contínuo fracionado

Fonte: Elaborada pelo autor.

Deve-se ressaltar que a diferença primordial entre a destilação de equilíbrio e a retificação, nos processos contínuos ou batelada, relaciona-se com o número de estágios empregados.

Tendo em vista que a obtenção de álcool combustível de elevada concentração só é possível através da retificação, quer seja em processo contínuo ou descontínuo, essa operação será mais bem discutida no item 2.3, com ênfase ao primeiro caso.

2.3 Destilação fracionada

2.3.1 Processo de fracionamento

A destilação contínua fracionada, comumente chamada de destilação fracionada, consiste em um processo de separação líquido/vapor, em que todos os componentes do sistema distribuem-se em equilíbrio entre as fases.

Com aplicação de calor, é possível vaporizar parcialmente uma solução, criando uma fase gasosa, consistindo de uma mistura entre os componentes da solução inicial. Uma vez que a fase gasosa é mais rica no componente mais volátil do que o líquido residual, certa quantidade de separação foi obtida. Através de uma manipulação apropriada das fases, ou por repetidas vaporizações e condensações, é possível obter um grau de separação, recuperando os componentes da mistura tão puros quanto o desejável, salvo algumas exceções (misturas azeotrópicas). Esse processo de fracionamento, conduzido até a obtenção do grau de separação necessário, é chamado de destilação fracionada.

O fracionamento, segundo Gilliland (1950) divide-se em três métodos: 1) Destilações sucessivas do condensado já destilado; 2) Condensação fracionada, em que o vapor produzido é parcialmente condensado, enriquecendo-se no componente mais volátil, visto que condensa-se preferencialmente o menos volátil; 3) Retificação.

Os dois primeiros métodos caracterizam-se por conduzir esse processo de vaporização e condensação de uma maneira primitiva e pouco operacional. A retificação, por sua vez, compreende um processo que utiliza um aparato, chamado de torre ou coluna de retificação, em que ocorrem as trocas de calor diretas, a condensação e a vaporização (GILLILAND, 1950), conforme a Figura 9.

Assim, sempre que mencionado o termo torre ou coluna de destilação, subtende-se uma operação de retificação. Devido à similaridade de conceitos, muitas vezes atribuí-se à torre de destilação fracionada o nome de torre de retificação.

Van Winkle (1967) definiu que os componentes mínimos necessários para um processo de fracionamento contínuo são:

1. Corrente de alimentação;
2. Corrente de produto destilado;
3. Corrente de produto residual líquido;
4. Estágios de contato que servem como estágio de *flash* ou estágio de vaporização de equilíbrio;
5. Refervedor (meio de introduzir energia térmica no sistema);
6. Condensador (meio para remover energia térmica);

7. Caminhos adequados para a vazão de líquido e vapor;

2.3.2 Estágios de equilíbrio

Em uma torre de destilação fracionada, a separação entre os componentes da mistura ocorre em cada um dos estágios de contato, mostrados na Figura 2.9. O estágio de contato é um dispositivo que promove o contato íntimo entre o vapor e o líquido introduzido ao estágio e, então, idealmente, o vapor e o líquido deixando o estágio, estão em equilíbrio. Uma representação esquemática de um estágio de contato é mostrada na Figura 2.10.

O vapor V_{n+1} que chega ao prato n a partir do prato $n+1$ e o líquido L_{n-1} que desce a partir do prato $n-1$ ao prato n estão intimamente em contato devido a mistura e, então, o vapor V_n e o líquido L_n aproximam-se de um estado de equilíbrio em composição e temperatura. Se o equilíbrio for atingido, a eficiência do estágio de contato será de 100%, e pode ser classificado como um estágio de equilíbrio ideal ou um estágio de equilíbrio flash (VAN WINKLE, 1967, CALDAS et al, 2003).

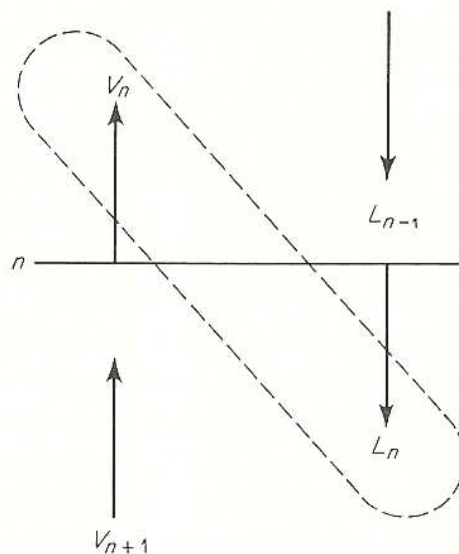


Figura 2.10 – Esquema de um estágio de contato

Nenhum modelo de estágio é capaz de prevenir que uma fração do vapor do estágio imediatamente abaixo passe através do líquido no retido no estágio sem

entrar em equilíbrio com ele. O vapor acima de qualquer estágio irá conter menos do componente mais volátil do que teria, caso não fosse atingido o equilíbrio.

A troca de massa entre o vapor e o líquido no estágio é resultante do fato de que os dois não estão em equilíbrio. Entretanto, uma vez que a proximidade para atingir o equilíbrio é uma função das taxas das operações de transferência de calor e massa, é teoricamente impossível atingir o estado de equilíbrio. Isto requereria uma área de troca infinita ou um tempo de contato infinito entre as fases ou ambos. Quando o equilíbrio é alcançado, a taxa de transferência diminui devido à diminuição do gradiente de concentração e temperatura até próximo de zero.

Apesar do fato de que os dispositivos de contato não promovem o verdadeiro equilíbrio, isso é assumido nos métodos de cálculo do número de estágios no projeto de colunas de fracionamento através da eficiência do estágio real de destilação, conforme a eficiência de Murphree para a fase gasosa (Equação 2.5) (KISTER, 1992; PERRY, 1999; CALDAS et al, 2003).

$$E_{MG} = \frac{\bar{y} - \bar{y}_{n-1}}{y_n^* - y_{n+1}} \quad (2.5)$$

Onde

\bar{y} - composição molar média da fase gasosa;

y^* - fração molar do componente transferível em equilíbrio com a fase líquida;

y - fração molar do componente transferível na fase vapor

Essa equação é definida para um estágio, no qual as vazões são as mesmas e as concentrações reais são comparadas com as de equilíbrio (CALDAS et al, 2003). A eficiência de Murphree representa a relação entre a mudança de composição que ocorre no prato e a que ocorreria se o mesmo prato fosse ideal.

Outra medida do desvio dos estágios de uma coluna em relação à condição de equilíbrio pode ser obtida a partir da eficiência global (E_o) (Equação 2.6). Essa equação é aplicada para a torre de destilação ou a uma seção da mesma.

$$E_o = \frac{n}{n_R} \quad (2.6)$$

Sendo

n - número de estágios teóricos;

n_R - número de estágios reais;

Van Winkle (1967) relata que existem 23 variáveis que influenciam no mecanismo de transferência de massa e que por sua vez, implicam no valor da eficiência da coluna.

A eficiência de cada estágio real termina por indicar, juntamente com o espaçamento entre os pratos e suas características construtivas, a altura da torre de fracionamento, de maneira que quanto maior for a eficiência do estágio, mais próxima de um valor mínimo será sua altura.

2.3.2.1 Altura Equivalente a um Prato Teórico (AEPT)

A AEPT para torres recheadas é definida pela relação entre a altura de recheio (z) e o número de estágios teóricos (n).

Para o caso de colunas de pratos, a eficiência de separação pode ser medida através da altura equivalente a um prato teórico (Equação 2.7), o que permite comparar mais facilmente a eficiência entre uma torre recheada e uma torre de pratos, que é medida através da altura da unidade de transferência (AUT).

$$AEPT = \frac{z}{n} \quad (2.7)$$

A Equação 2.7 também pode ser aplicada a uma torre recheada, desde que o valor de z seja o da altura de recheio.

O número de estágios teóricos (n) pode ser obtido de diversas maneiras, como através de métodos gráficos (McCabe-Thiele e Ponchon-Savarit) ou métodos matemáticos (para refluxo total existem os métodos de Fenske e de Underwood).

Um valor similar para AEPT pode ser obtido para uma torre de pratos se o espaçamento entre os pratos (S_p) é conhecido (Equação 2.8).

$$AEPT = \frac{S_p}{E} \cdot 100 \quad (2.8)$$

A AEPT, aplicada para torres recheadas, é medida experimentalmente e representa a altura de recheio necessária para obter uma mudança de composição

equivalente a um estágio teórico de equilíbrio. Quanto menor o valor da AEPT, menor a altura da coluna e mais eficiente o recheio.

2.3.2.2 Queda de pressão em leitos recheados

Em baixas vazões de líquido dentro da coluna (região A-B, Figura 2.11), a área da seção transversal do recheio é a mesma que em leito seco. A queda de pressão é inteiramente resultante de perdas por atrito através dos orifícios no leito recheado e, portanto, é proporcional ao quadrado da velocidade do vapor. Em recheios randômicos, os orifícios são de tamanho e localização aleatórios, e a queda de pressão é devido à expansão, contração e mudanças na direção do fluxo.

Com a velocidade do líquido aumentada, o líquido passa a ocupar parte da área da seção transversal, tornando as aberturas para a passagem do vapor menores, aumentando a perda de carga em relação ao leito seco. Em elevadas vazões de líquido, os espaços vazios do recheio se enchem com líquido. Uma porção da energia do gás é utilizada para sustentar o líquido na coluna e a queda de pressão torna-se proporcional a velocidade do gás elevada a uma potência usualmente menor que 2 (região A'-B'). O ponto em que os espaços vazios do recheio se enchem, isto é, quando a operação da torre troca da fase de vapor contínua para a fase líquida contínua, é denominado inversão de fase.

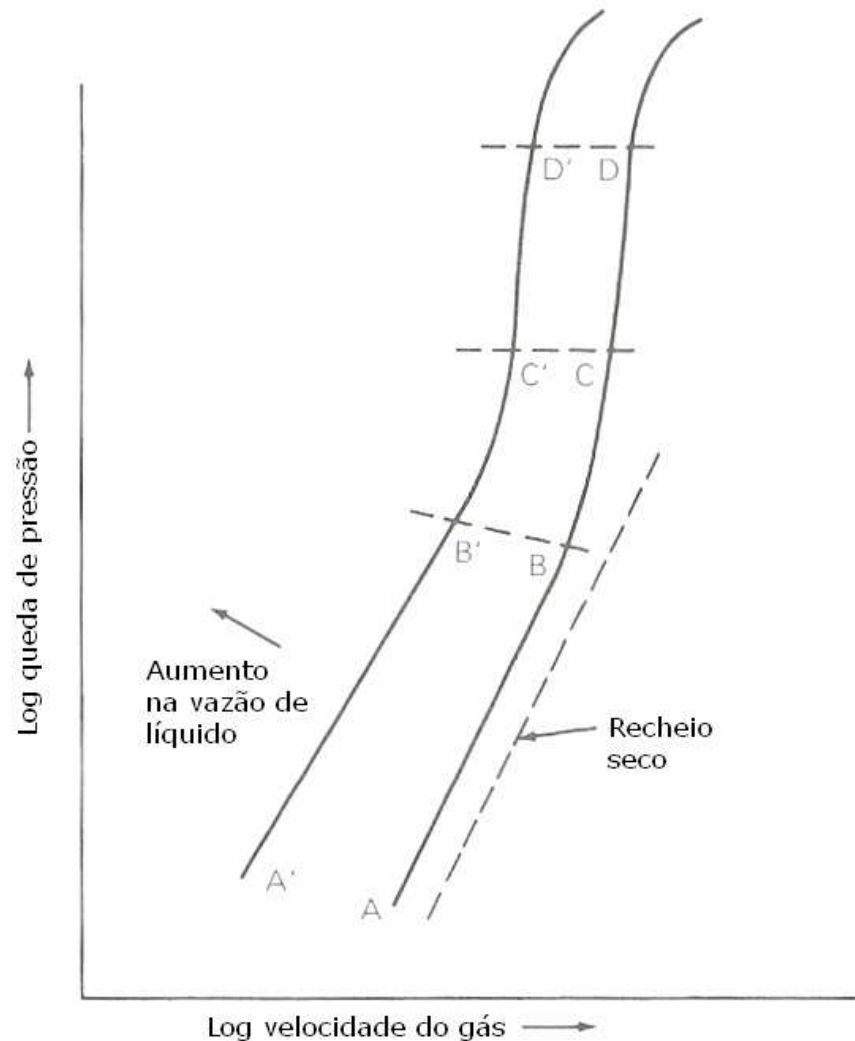


Figura 2.11 – Características típicas de queda de pressão em torres recheadas

Fonte: Kister (1992), adaptado.

Para todas as vazões de líquido, enquanto a vazão de gás é aumentada, um ponto característico é atingido quando a velocidade do gás começa a interferir com a drenagem livre do líquido. O líquido começará a acumular, dando a essa região o nome de região de carregamento ou de acúmulo. O acúmulo de líquido reduz a área da seção transversal disponível para a vazão de vapor e, portanto, acelera o aumento da queda de pressão (região A-B e A'-B').

Em conseqüência do adicional aumento na velocidade do gás, mais líquido se acumula, até que a superfície de líquido torne-se contínua através do topo do recheio e, quando isso ocorre (pontos C e C' na Figura 2.11), a coluna está inundada. Esses pontos, denominados ponto de inundação, referem-se a um

importante parâmetro de projeto, uma vez que estabelecem a máxima capacidade hidrodinâmica em que uma coluna empacotada pode operar (BRUNAZZI, 2009).

2.3.2.3 AEPT em função da operação

A utilização do conceito de AEPT permite avaliar a eficiência de separação em função do aumento da velocidade da corrente de vapor ou de líquido, mantendo-se a razão de refluxo constante. Esse comportamento apresenta valores típicos conforme mostrado na Figura 2.12.

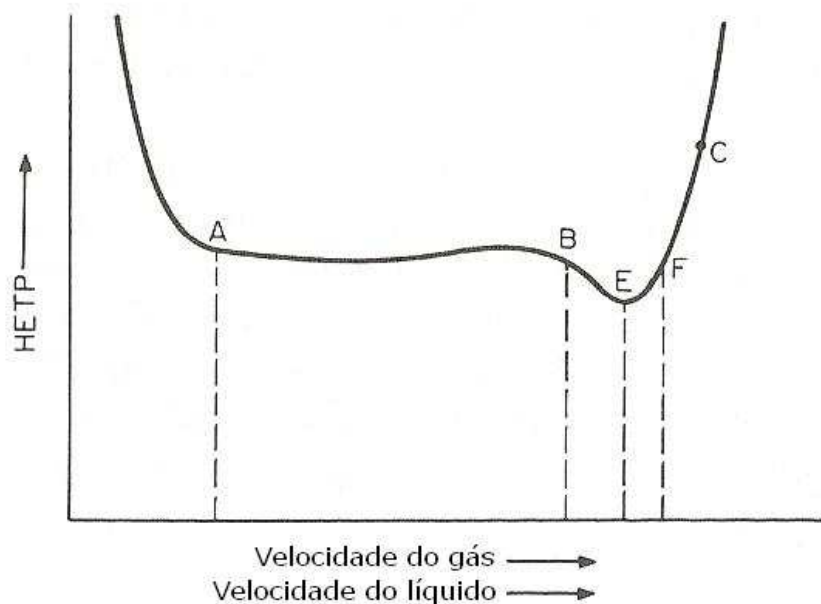


Figura 2.12 – Eficiência característica típica de recheios randômicos

Fonte: Kister (1992), adaptado.

A importância do comportamento apresentado na Figura 2.12 relaciona-se com a escolha dos valores de carga que serão introduzidos na torre de destilação. À esquerda do ponto A, na Figura 2.12, representa a região de má distribuição do *turndown*. *Turndown* é a relação entre a o fluxo de vapor em operação normal e o fluxo mínimo de vapor permitido. (KISTER, 1992). Do mesmo modo, o fluxo de gás se apresenta como mínimo a promover a molhabilidade do recheio necessária a uma eficiente troca de massa entre as fases.

A região A-B possui um filme líquido turbulento, boa molhabilidade do recheio, boa transferência de massa e eficiência essencialmente constante. Essa região é ideal para o projeto e operação de colunas recheadas. O aumento da velocidade do gás para além do ponto B movimenta a operação da coluna para a região de carga. Foust (1982) definiu que o ponto de carga é quando a retenção de líquido (*holdup*) aumenta com a velocidade do gás. Inicialmente a eficiência aumenta devido a um maior *holdup* (região B-E), mas esse aumento é de curta duração.

Assim que o ponto de inundação (*flooding point*) aproxima-se, a eficiência atinge um ponto máximo (ponto E) e então decresce (região E-C) devido a um arrasto excessivo.

Torres de recheio são geralmente projetadas para funcionar dentro da região A-B. Embora a região B-F forneça a mais alta eficiência, ela é usualmente evitada em projetos devido à proximidade do ponto de inundação. Na prática, a operação é normalmente estável e a eficiência do projeto, ou maior, é atingida em toda a região A-F.

Decorrente da análise da Figura 2.12 é possível estabelecer a máxima capacidade operacional (MCO) ou de processamento, que é a máxima velocidade de vapor que provê eficiência normal para um recheio, que fica clara observando-se o ponto F na referida Figura.

A determinação da MCO é sensível à precisão das medições. Fatores como a distribuição de líquido e vapor, procedimento de amostragem, efeitos nas extremidades da coluna de recheio e a disponibilidade de um grande número de pontos de eficiência próximos ao MCO.

2.3.2.4 Unidades de Transferência

Para a determinação da altura de colunas recheadas é mais conveniente utilizar o método proposto por Chilton (CHILTON, 1935; FOUST, 1982; SINNOTT, 2005, WELTY, 2007) que utiliza o conceito de unidade de transferência.

Segundo esse método, a altura de uma torre de recheio necessária para promover uma dada separação pode ser obtida através de uma análise de uma altura infinitesimal da coluna, resultando nas equações 2.9a e 2.9b. A Equação 2.9a

está definida para a transferência global na fase vapor (gás) e a Equação 2.9b para a transferência global na fase líquida.

$$\int_0^z dz = \frac{\bar{V}}{K'_y a S_t} \int_{y_e}^{y_s} \frac{dy}{(y^* - y)} \quad (2.9a)$$

$$\int_0^z dz = \frac{\bar{L}}{K'_x a S_t} \int_{x_e}^{x_s} \frac{dx}{(x - x^*)} \quad (2.9b)$$

Os valores de K'_x e K'_y são chamados de coeficientes de transferência de massa volumétricos (KOLEV, 2006). \bar{L} e \bar{V} representam as vazões molares nas fases líquido e vapor, respectivamente. S_t é a área da seção transversal da coluna.

O termo a das equações 2.9a e 2.9b difere da área superficial específica do recheio a_p , pois este depende das características do material e da quantidade de líquido por ele retido. A área específica a é chamada de área interfacial específica a_i . Segundo Wang et al (2005), a_i pode ser chamada de área superficial específica molhada a_w . O a_w é aproximadamente igual a área superficial efetiva, com a diferença que a primeira incorpora a área superficial de líquido em “zonas mortas” e a segunda inclui a superfície de gotas e jorros.

Das equações 2.9a e 2.9b, observa-se que o termo integral representa a facilidade ou dificuldade de separação e, uma vez integrado, leva a uma grandeza chamada número de unidades de transferência (NUT).

A grandeza fora da integral é a altura da unidade de transferência (AUT) (FOUST, 1982). Assim, a altura da torre pode ser determinada através da equação 2.10:

$$z = AUT \cdot NUT = H_{OV} \cdot N_{OV} = H_{OL} \cdot N_{OL} \quad (2.10)$$

Onde,

H_{OV} - altura da unidade global de transferência para a fase vapor (m);

N_{OV} - número de unidades globais de transferência para a fase vapor;

H_{OL} - altura da unidade global de transferência para a fase líquido (m);

N_{OL} - número de unidades globais de transferência para a fase líquido;

A eficiência de separação do recheio, determinada por H , depende de diversos fatores, todos relacionados com a promoção de uma melhor transferência de massa entre as fases. Dentre os diversos fatores pode-se citar:

- a área interfacial (a_i) é proporcional à área específica do recheio (a_s), que por sua vez depende da dimensão característica do recheio (δ_R). Sendo o diâmetro da coluna muito maior comparado à δ_R , a_s é inversamente proporcional a δ_R (BENNETT, 2000). Ainda, observa-se a importância da tensão superficial do líquido e sua relação com a área interfacial efetiva, conforme se observa a partir de diversas correlações apresentadas por Wang et al (2005). Conforme experimentos conduzidos por Tsai et al (2008), a diminuição da tensão superficial proporciona uma maximização da área efetiva do recheio;
- De acordo com Montazer Rahmati (2007), quanto maior o valor de a_i , medida através da área interfacial molhada (a_w) e a área superficial efetiva do recheio (a_e), maior é a taxa de transferência de massa e o poder de separação, o que resulta em uma maior eficiência do recheio;
- Conforme Kashani (2005) é concebível que a retenção de líquido (*holdup*) em uma coluna esteja intimamente conectada com a área interfacial, ou seja, o *holdup* estático relaciona-se com a área estática (a_s) e o *holdup* dinâmico relaciona-se com a área dinâmica (a_i);
- O fluxo de vapor (G), relação entre V e S , influencia na eficiência (H) de acordo com a molhabilidade do recheio promovida e arraste de líquido, ambas as regiões limitantes da operação de destilação (região A-B da Figura 12) (VAN WINKLE, 1967; KUNESH, 1987; KISTER, 1992; BENNETT, 2000, CALDAS, 2003; RUKOVENA, 2007; RUKOVENA, 2008);
- Com relação às vazões de gás e líquido na coluna, é importante notar sua influência no comportamento de H_L e H_V .

Nos casos típicos, um aumento na vazão de líquido provoca o aumento de H_L , enquanto uma variação da vazão do gás não tem qualquer efeito (até o ponto de carga). A altura do recheio tem, aparentemente, pequena

influência sobre H_L , em virtude das condições de distribuição do escoamento da fase à medida que aumenta a altura. (...) H_V diminui quando a vazão do líquido aumenta, mas pouco varia com a vazão do gás (exceto em vazões do gás muito baixas). A altura H_V aumenta quando a altura da torre aumenta, mas não é sensível ao diâmetro da torre (FOUST,1980).

Todos os fatores citados acima (área específica, *holdup* de líquido e coeficientes de transferência de massa), além do comportamento hidrodinâmico da coluna (muitas vezes indicado pela queda de pressão) estão entre os fatores considerados a possuir um papel principal no desempenho de uma coluna (MONTAZER RAHMATI, 2007).

Segundo Wang (2005), o coeficiente de transferência de massa para a fase líquida depende principalmente da vazão de líquido e do tempo de contato ou de exposição. Esse coeficiente é independente da vazão de gás na região abaixo do ponto de carga. Na região de carga, o aumento na vazão de gás pode aumentar a transferência de massa na fase líquida, diminuindo H_L . Este fato é corroborado por Kashani (2005).

Na maioria dos casos que envolvem destilação, a AUT e a AEPT são praticamente idênticos em valores, sendo que AUT apresenta valores mais confiáveis, enquanto AEPT possui maior facilidade quando usada para comparar pratos e recheio. Essas vantagens estão mais bem detalhadas em Kister (1992).

Wen (2003) cita que o conceito de AUT é frequentemente utilizado em análises e projeto de colunas empacotadas, existindo diversos modelos descritos na literatura, dentre eles os modelos de Onda et al, Bravo e Fair, University of Texas Separation Research Program, Delft, Billet e Schultes, etc. Porém, quando o diâmetro da coluna torna-se grande, heterogeneidades na distribuição da vazão se desenvolvem naturalmente, tornando inválidas as considerações unidimensionais de tais modelos. É a não confiabilidade desses modelos que fazem com que o conceito de AEPT concorra com modelos de transferência de massa no projeto de colunas.

A correlação de Onda et al, por exemplo, apresenta um erro de ± 20 a 30% para o cálculo de k_L e k_G , dependendo do tipo de aplicação (ONDA et al, 1968).

2.4 Consumo energético na destilação

Os processos de separação desempenham uma variedade de papéis na indústria: remoção de impurezas de matérias-primas, purificação de produtos e remoção de contaminantes do ar e água efluentes. De uma maneira geral, esses processos respondem por 40 a 70% dos custos de capital e de operação de uma ampla gama de indústrias (HUMPHREY, 1992).

Em uma indústria, a maior parte dos custos de um processo produtivo deve-se, frequentemente, àqueles relativos à separação de misturas. Os custos de separação ou purificação dependem diretamente da relação entre a concentração final e inicial da substância purificada, de maneira que quanto maior for essa relação, maior será o custo envolvido com o processo empregado.

O consumo de energia, o custo dos produtos e o lucro são significativamente impactados pelos processos de separação. Segundo Humphrey (1992), 43% da energia consumida pelas indústrias de processos químicos dos Estados Unidos foi resultante dos processos de separação, e desses, 95% correspondem a destilação.

Na separação de misturas etanol/água utiliza-se majoritariamente a destilação, ainda que outros métodos tenham sido desenvolvidos como a separação por membranas (pervaporação) ou por peneiras moleculares. Isto se deve a simplicidade do sistema de destilação, em comparação com seus concorrentes, além de sua elevada eficiência.

Na verdade, essas novas tecnologias são empregadas, principalmente na obtenção de etanol anidro a partir do produto hidratado que é obtido através da destilação, e tem na redução do consumo energético, que pode chegar a 50%, sua principal vantagem em relação à destilação (DEDINI, 2010).

Tendo em vista a importância do consumo de energia, uma correta avaliação da destilação deve compreender o consumo energético necessário para realizar determinada separação pelo sistema, sendo que o consumo energético depende, em maior parte, da razão de refluxo.

Gilliland (1940) propôs uma relação entre o número de estágios de separação e a razão de refluxo, através de uma curva elaborada a partir de dados experimentais (Figura 2.13). A curva se estende a partir da coordenada (0,01), em um refluxo mínimo, até (1,0), em refluxo total.

A Figura 2.13 informa que quanto menor o consumo energético (refluxo mínimo), maior será o investimento em capital (número de estágios máximo). Assim, o projetista deve adequar o investimento – determinado pelo número de pratos necessários, com os custos operacionais – relacionados com o refluxo e, por conseqüência, com o consumo energético.

A Figura 2.14 relaciona a razão de refluxo ótima e os custos do processo de destilação. A curva *abc* da Figura 2.14 indica que um aumento de R implica na diminuição de N , ou seja, dos custos fixos (segmento *ab*). Com o aumento de R também ocorre um aumento das vazões L e V , indicando a necessidade de um aumento no diâmetro da coluna, aumentando os custos fixos (segmento *bc*).

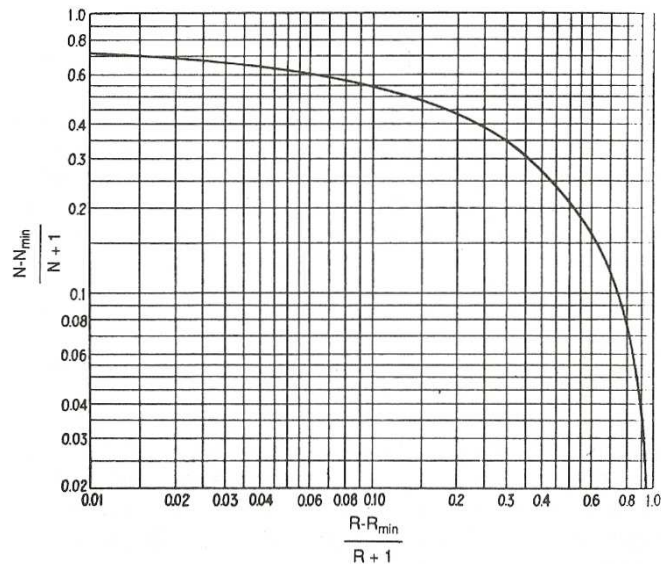


Figura 2.13 – Correlação de Gilliland

Fonte: Kister (1992).

O aumento da razão de refluxo também acarreta um aumento nos custos operacionais com aquecimento e resfriamento (curva *de*).

A relação entre os custos totais e a razão de refluxo, expressa pela curva *fgh*, determina uma razão de refluxo ótima (ponto *g*), cujo valor usualmente varia entre 1,1 e 1,5 vezes o valor da razão de refluxo mínima (MCCABE, 1993).

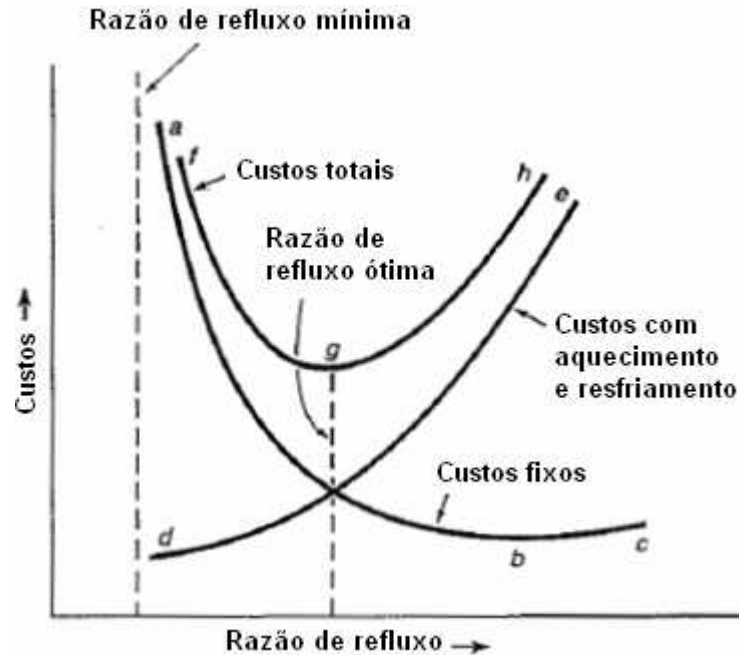


Figura 2.14 – Razão de refluxo ótima

Fonte: McCabe (1993) (adaptada).

2.5 Sistema de destilação de etanol em pequena escala

Um recente estudo a respeito da produção de álcool combustível em pequena escala, desenvolvido pela Universidade Federal de Santa Maria (MAYER, 2008), resultado de um projeto financiado pelo Ministério do Desenvolvimento Agrário, indica que as etapas do processo produtivo apresentam baixíssimo rendimento (Tabela 2.1).

Tabela 2.1 - Rendimento industrial da produção de álcool em pequena escala

Parâmetro	Caso A	Caso B	Caso C	Caso D
Extração (%)	0,791	0,650	0,650	0,727
Fermentação (%)	0,85	0,846	0,846	0,770
Destilação (%)	0,775	0,570	0,703	0,589
Rendimento Industrial (%)	0,521	0,313	0,387	0,330
Produtividade Industrial (l/t de cana)	54,50	31,80	39,20	33,53

Fonte: Bisognin (2008).

Para as etapas de obtenção do substrato e fermentação, os valores da Tabela 2.1 são compatíveis com a tecnologia empregada nessa escala, visto que os potenciais ganhos não justificam os investimentos a fim de obterem-se maiores

rendimentos. Para a destilação o rendimento deveria situar-se em torno de 92%, porém, devido à precariedade dos equipamentos - do ponto de vista de projeto e operação, tal rendimento, no melhor dos casos, não supera os 80%, sendo passível de concretas melhorias.

Além do rendimento insatisfatório, os processos analisados consomem mais energia do que se obtém a partir do combustível produzido, contribuindo para isso o fato de que a geração de vapor, responde por 31% dos custos de produção de álcool combustível (excetuando-se a matéria-prima) e desse valor, 50% deve-se somente ao consumo de lenha. Ressalta-se que esses custos relacionam-se diretamente com a destilação (MAYER, 2008).

Como se observa a partir dos valores apresentados na Tabela 2.1, a destilação apresenta um baixo rendimento, impactando significativamente no consumo energético e, por conseqüência, no custo de produção do álcool combustível.

O rendimento de destilação inadequado e o elevado consumo energético apresentado pelas microdestilarias por três pontos principais (BISOGNIN, 2008):

- Isolamento térmico;
- Razão de refluxo;
- Controle operacional

Isolamento térmico

Um fator agravante no processo de destilação observado em microdestilarias é a inexistência de isolamento térmico na coluna, fato que é justificado por um dos fabricantes como sendo este, um importante meio para garantir a concentração elevada no destilado.

É evidente que a falta de isolamento resulta em uma maior concentração do destilado, visto que a troca de calor entre as paredes do destilador e o ambiente resulta em uma maior condensação de vapor, aumentando o refluxo interno da coluna (L/V), que por sua vez implica em um menor número de pratos (estágios) necessários para que se obtenha a graduação correta para o destilado.

Entretanto, um aumento da razão de refluxo tende a exigir uma maior quantidade de calor entregue no refeedor, o que pode resultar em elevados custos com geração de vapor, como citado anteriormente.

Este fato decorre, certamente, de uma falha no projeto, uma vez que o destilador não pode depender das condições climáticas para seu bom desempenho, de maneira que uma elevada graduação só seria obtida em dias frios e/ou chuvosos. De toda forma, um sistema de destilação, principalmente quando em operação contínua, deve sempre trabalhar em estado estacionário.

Deve-se observar também que o funcionamento da coluna dependente de uma razão de refluxo aleatória pode implicar na formação de pontos de inundação (quando L/V tender a um valor próximo a 1), sem que se obtenha a graduação desejada para o produto.

Razão de refluxo

A razão de refluxo e o número de estágios de separação são responsáveis pela adequada concentração do produto aliado ao consumo de energia e custos do equipamento satisfatórios.

Uma vez que o destilador esteja instalado, o aumento de seu número de estágios de separação incorre em demasiado investimento, forçando ao uso de uma maior razão de refluxo, resultando no aumento dos custos operacionais.

Nos destiladores avaliados por MAYER (2008) a razão de refluxo foi informada pelo fabricante, porém, não pôde ser comprovada porque tais equipamentos não apresentaram meios para a determinação dessa razão (L/D). Um dos fabricantes utiliza uma razão de refluxo igual a 4 (MICHEL, 2010) e o outro trabalha com a relação L/D igual a 6 (RIBEIRO, 2010). Em um caso mais extremo, o fabricante desconhecia tal relação.

Controle operacional

Informações de operação como vazões do processo, temperaturas e queda de pressão ao longo da coluna são de crucial importância na predição de quais ajustes devem ser realizados a fim de que se obtenha o produto desejado.

Nos casos apresentados por MAYER (2008) nenhum dos equipamentos apresentou medidores de vazão e de pressão.

Os sensores de temperatura existentes encontraram-se em pontos inadequados. As informações de temperatura provenientes da leitura dos termômetros não fornecem muitos subsídios à operação das colunas. Nesses casos os termômetros foram colocados antes dos condensadores, quando o correto seria após os mesmos. Pela temperatura medida após os condensadores poder-se-ia estimar a concentração alcoólica da mistura naquele ponto, fato que nas condições encontradas não foi possível.

Assim, o único dado obtido que pode ser utilizado como indicador do controle e andamento do processo foi a graduação alcoólica ao final da destilação, ou seja, depois que o produto saiu do processo de separação.

Um exemplo da falta de conhecimento teórico dos fabricantes foi observado em um dos testes realizados na microdestilaria instalada na UFSM. O teste foi conduzido pelo fabricante, que iniciou a operação com a alimentação da coluna com mosto fermentado de cana-de-açúcar e injeção de vapor na base das colunas, trabalhando em refluxo total. Após duas horas de operação iniciou-se a retirada de destilado em uma quantidade maior de etanol do que a admitida na coluna através da corrente de alimentação, ou seja, em certo tempo, a graduação tenderia a diminuir gradualmente devido ao esgotamento de etanol dentro da coluna.

A fim de aperfeiçoar a operação de colunas empacotadas, BENNETT (2000) sugere a adoção de três objetivos principais: 1) maximizar o número de estágios teóricos por altura da coluna, 2) minimizar a queda de pressão por estágio teórico de separação, e 3) maximizar a faixa de operação da coluna que resulte em um funcionamento aceitável.

3. METODOLOGIA

3.1 Equipamento de destilação

O planejamento das atividades executadas incluiu, primeiramente, um projeto básico do sistema de destilação desejado. Tal sistema constitui-se de um destilador em escala de laboratório, que foi utilizado para a obtenção de parâmetros operacionais que serviram para informar a capacidade de se obter um produto com elevada concentração de etanol, conforme a legislação da ANP, e capacidade de garantir uma boa eficiência de destilação (separação e concentração) e aceitável consumo de energia térmica. A partir desse destilador foi possível adquirir todas as variáveis operacionais, além de proporcionar uma visão operacional desse sistema.

A coluna de destilação foi fabricada em vidro (Figura 3.1) pelo Prof^o Dr. José Neri G. Paniz, do setor de Hialotecnia do Departamento de Química da UFSM. Esse destilador é constituído de módulos cujos internos de torre são do tipo *Vigreux* e recheio (Raschig) permitindo uma grande versatilidade conformacional.

O esquema da instalação experimental é apresentado na Figura 3.2. Ele consiste de uma coluna de destilação composta por três módulos (5.a, 5.b e 5.c). Os detalhes de cada módulo estão apresentados na Tabela 3.1. O diâmetro dos módulos foi determinado pela máxima capacidade possível de ser executada pelo Laboratório de Hialotecnia da UFSM.

Além dos módulos, a coluna apresenta um balão de fundo (2), uma cabeça de destilação (6) e um condensador total (7) no topo. A cabeça de destilação possuiu um registro de duas vias (6.a), que permite que o condensado retorne integralmente à coluna (circuito interno) ou que seja desviado para um circuito externo ao destilador, de maneira a permitir a medição dessa vazão e/ou que o destilado possa ser separado. A água de refrigeração que circula no condensador é arrefecida em um banho ultratermostatizado (12) (marca Quimis – modelo Q214M2).



Figura 3.1 - Destilador contínuo para fracionamento de misturas hidroalcoólicas.

O aquecimento do sistema é realizado por uma manta elétrica (marca Fisaton) (1), onde está suportado o balão, com potência de 660W, além de uma resistência submersa (125 W). Conforme indicação de Krell (1982) foi mantida uma potência de aquecimento fixa, fornecida pela resistência submersa, e o restante da potência, proveniente da manta de aquecimento do balão, sofreu a variação necessária para os testes.

O sistema dispõe de sensores de pressão (marca Zürich – modelo PSI.420) e termômetros de mercúrio instalados ao longo da coluna, nas interligações entre os

módulos (pontos 4.a, 4.b, 4.c e 4.d). A leitura dos sensores de pressão foi realizada através de um sistema supervisor, conectado a um CLP (marca WEG – modelo TPW 03 20SR A), e uma unidade de expansão analógica acoplada (marca WEG – modelo TPW 03 8AD).

Tabela 3.1 – Características construtivas dos módulos do destilador

Característica	Módulo 1 (5.a)	Módulo 2 (5.b)	Módulo 3 (5.c)
Diâmetro (m)	0,0405	0,0405	0,0405
Altura útil (m)	0,560	0,780	0,560
Área superficial interna (10^{-2} m^2)	7,1258	9,9252	7,1258
Volume total útil (10^{-4} m^3)	7,2156	10,0503	7,2156

Também foram alocados sensores de temperatura no refeedor (3) e na cabeça do destilador (6), onde é medida a temperatura do vapor de topo.

A alimentação, proveniente do tanque pulmão (13), é movimentada utilizando-se uma bomba peristáltica (marca Provitec - modelo DM 5900) (10). A alimentação é pré-aquecida em um tanque com serpentina (9), com potência de 1.500W, antes de entrar na coluna (ponto 4.b).

A razão de refluxo é controlada por um nível (14), mantido constante através de uma válvula que regula a saída de produto destilado (D) e por outra válvula que ajusta a vazão de líquido que retorna a coluna (L_0). Como a saída de destilado é fixada em cada teste, o excesso de líquido (L_0) deve retornar à coluna de forma a manter o nível de controle inalterado. O líquido que retorna para a coluna é elevado até o ponto 4.d através de uma bomba centrífuga (marca Invensys), sendo antes quantificado por meio de um rotâmetro (marca Tecnofluid) (11), que foi previamente calibrado. Esse líquido, antes de entrar na coluna, tem sua temperatura estabilizada com o auxílio de um banho térmico (8), cuja potência é de 600 W.

O nível de líquido dentro do balão no fundo da coluna é mantido constante através da retirada do excesso de produto de fundo por meio de uma bomba centrífuga (marca Invensys).

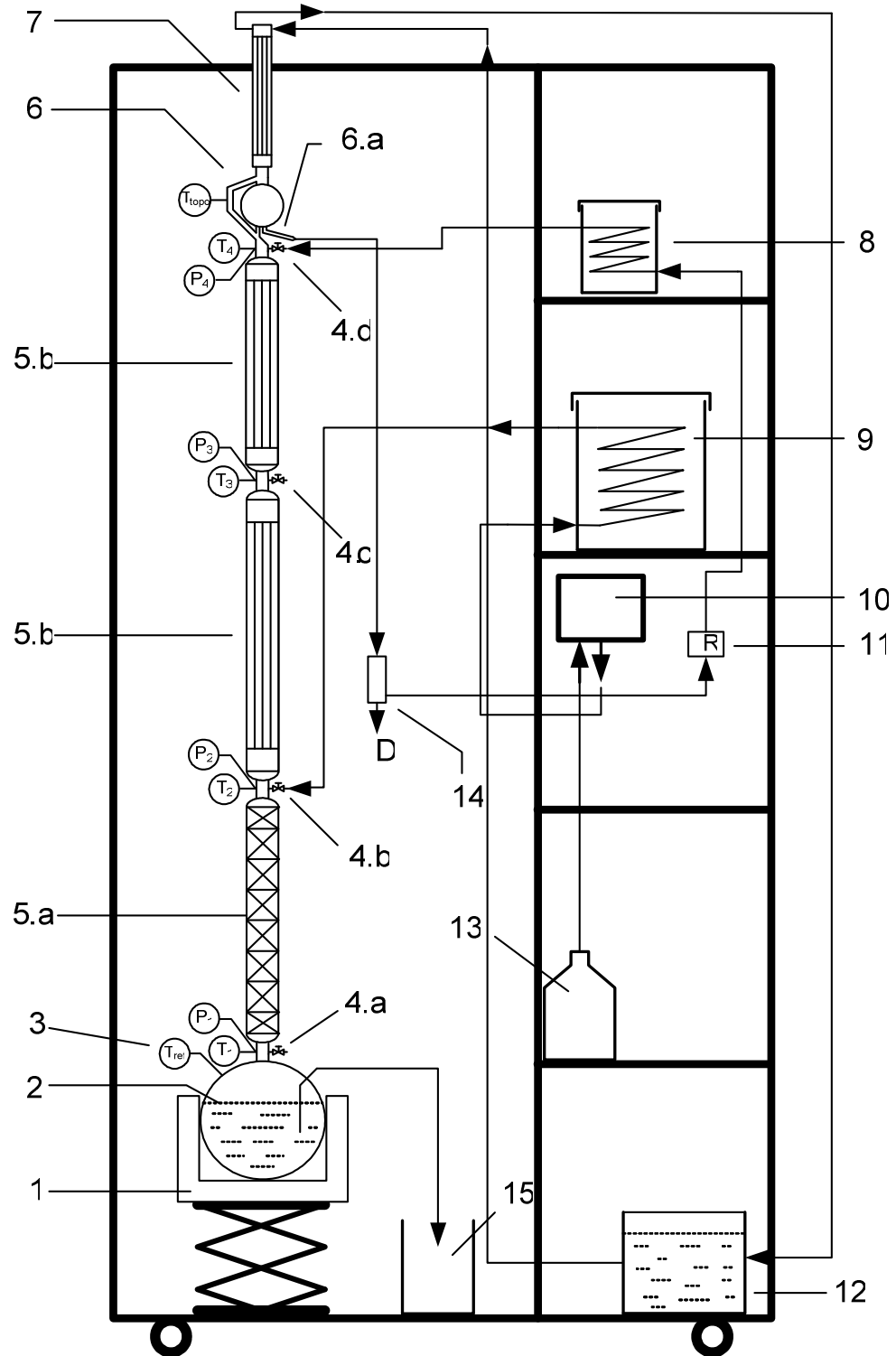


Figura 3.2 – Esquema do sistema de destilação contínuo

Legenda: 1 – Manta de aquecimento com suporte de altura regulável; 2 – refeedor; 3 – Transmissor de temperatura; 4 – torneira para retirada de amostra (4.a, b, c e d), entrada de alimentação (4b) e retorno do refluxo (4.d) ; 5.a – coluna de destilação do tipo *vigreux*; 5.b – coluna de destilação com recheio (anéis de raschig); 6 – cabeça do destilador com condensador; 6.a – registro de duas vias; 7 – condensador; 8 – tanque pré-aquecedor do refluxo; 9 – tanque de pré-aquecimento da alimentação; 10 – bomba peristáltica da alimentação; 11 – medidor de refluxo; 12 – banho termostatizado para resfriamento e recirculação da água de condensação; 13 – tanque de armazenagem da alimentação; 14 – registro de controle de saída de destilado; 15 – tanque para coleta de produto de fundo;

Quando a operação ocorre em refluxo total é possível coletar amostras de líquido no fundo da coluna (balão), nos pontos 4.a, 4.b, 4.c e 4.d (Figura 3.3). Quando em operação contínua, é possível coletar amostras somente no fundo do destilador e nos ponto 4.a e 4.c, além do destilado.



Figura 3.3 – Detalhe de um ponto de amostragem (4.b) na intersecção entre os módulos da torre de destilação.

3.2 Procedimento experimental

Primeiramente foram determinadas as características dos anéis de Raschig utilizados nos experimentos. O dimensionamento do recheio, como o comprimento, o diâmetro e a espessura da parede foram realizados em 50 peças escolhidas aleatoriamente, permitindo o cálculo da área superficial total, o volume unitário e a área superficial específica.

A massa específica do recheio foi estimada através da pesagem de um volume de recheio medido em uma bureta de 100 mL, em três repetições. Nessa mesma atividade foi quantificado o número de peças por unidade de volume.

Os testes operacionais foram divididos em duas etapas. Na primeira etapa, determinou-se o número de unidades de transferência, a altura da unidade de transferência e a altura equivalente a um prato teórico.

Em uma segunda etapa foram realizados testes em regime de operação contínua, de modo a permitir a avaliação e coleta de dados operacionais do destilador.

A alimentação utilizada nos experimentos consistiu de uma solução hidroalcoólica preparada com auxílio de uma balança (marca Marte – modelo AS5500C), através da diluição de etanol comercial previamente padronizado, em água. Optou-se pela manipulação de massa nesta etapa, a fim de evitarem-se as incertezas relacionadas ao volume e também à temperatura da solução.

As amostras de líquido coletadas foram analisadas em um densímetro digital (marca Anton Paar – modelo DMA 4500), disponibilizado pelo Laboratório de Termodinâmica Aplicada, do Curso de Engenharia de Alimentos, da Universidade Regional Integrada (URI), campus de Erechim, Rio Grande do Sul.

As medidas de densidade foram convertidas em grau alcoólico (% massa) através de regressão polinomial a partir de dados Tabelados (Apêndice B).

As medições de consumo de energia elétrica foram realizadas com o auxílio de um multímetro (marca Minipa – modelo ET-3200A), através da leitura de corrente elétrica, posteriormente convertidos em potência.

3.2.1 Operação em refluxo total

Para a determinação de N_o , H_o e $AEPT$, optou-se por operar o destilador em refluxo total devido a uma menor complexidade operacional, segundo várias bibliografias consultadas (CHILTON, 1935; CARNEY, 1949; KRELL, 1982; WANG, 2005; ZHANG, 2007; MONTAZER RAHMATI, 2007).

Esse experimento foi conduzido da seguinte maneira: aproximadamente 5,0 kg de solução hidroalcoólica, com concentração de 6,0% em massa de etanol, foram

introduzidos no destilador pelo condensador, de maneira a molhar o recheio adequadamente.

A escolha da concentração igual a 6,0% em massa teve por base a concentração de etanol usualmente obtida pela fermentação de caldo de cana, entre 7,0 e 8,0 °GL ou 7,0 - 8,0% em volume a 15 °C.

O sistema de aquecimento foi ligado em potência máxima e o registro da cabeça do destilador (6.a) foi mantido em circuito interno. Após o tempo necessário para o sistema entrar em equilíbrio, o registro 6.a foi invertido de maneira a permitir o funcionamento do destilador em circuito externo, permitindo a medição da vazão de líquido (refluxo).

Após essa perturbação, esperou-se novamente que o sistema entrasse em equilíbrio antes da coleta das amostras. Conforme mencionado no item 3.1, foram coletadas amostras de líquido no fundo do destilador (balão) e nos pontos 4.a, 4.b, 4.c e 4.d.

3.2.1.1 Determinação de N_o e H_o :

Os valores de N_{OL} , H_{OL} , N_{OV} e H_{OV} para as seções da coluna foram calculados através das Equações 2.9a e 2.9b.

A partir do valor de x amostrado no experimento e da linha de operação, que em refluxo total equivale à linha diagonal de um diagrama de equilíbrio, obtém-se na ordenada do diagrama o valor de y que está em operação com x . Neste caso específico (refluxo total) o valor de x equivale a y . Com base no valor de y e na linha de equilíbrio, obtida através de regressão polinomial dos dados de equilíbrio para a mistura etanol-água (Anexo B), é possível descobrir o valor de x^* .

Os valores de y^* foram calculados utilizando-se a equação 2.4, sendo que a volatilidade relativa foi calculada a partir da Equação 3.1.

$$\alpha = \frac{P_E \cdot \gamma_E}{P_A \cdot \gamma_A} \quad (3.1)$$

A pressão de vapor para o componente puro foi determinada pela equação de Antoine (Equação 3.2).

$$\log P = A - \frac{B}{C + t} \quad (3.2)$$

As temperaturas utilizadas para os intervalos analisados pela Equação 3.2 foram determinadas a partir de regressão polinomial dos dados de equilíbrio etanol-água apresentados no Anexo B.

As constantes A , B e C foram tomadas de Darakchiev (2008) para a pressão de vapor em três diferentes temperaturas (-70, 90 e 100°C), e são apresentadas na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Constantes de Antoine para o sistema etanol-água.

Componente	A	B	C
Etanol	10,021	1459,1	212,69
Água	10,156	1705,9	231,22

Os coeficientes de atividade foram determinados pelas relações (DARAKCHIEV, 2008):

$$\ln \gamma_E = 1,58.(1 - x_E)^3 \quad (3.3)$$

e

$$\ln \gamma_A = 0,79.(3 - 2x_E).x_E^2 \quad (3.4)$$

As equações utilizadas para o cálculo de y^* para o sistema etanol água correspondem a experimentos com um erro menor do que 0,5% (DARAKCHIEV, 2008).

3.2.1.2 Determinação da *AEPT* :

A altura equivalente a um prato teórico foi determinada para cada seção da coluna utilizando-se três diferentes métodos:

- Método a: através do método gráfico de McCabe-Thiele;
- Método b: utilizando-se a equação de Fenske para a determinação do número de estágios (n) e posterior determinação da *AEPT* pela equação 2.7;

- Método c: considera a teoria de duplo filme, através da equação 3.5, que relaciona $AEPT$ e a altura da unidade de transferência de massa para as fases líquida e gasosa, conforme Wang (2005) e Orlando Jr. (2009);

$$AEPT = \frac{\ln \lambda}{\lambda - 1} \cdot (H_{OV} + \lambda \cdot H_{OL}) \quad (3.5)$$

O valor do fator de esgotamento foi calculado utilizando-se a equação 3.6 (ORLANDO JR., 2009).

$$\lambda = \frac{m \cdot V}{L} = \frac{\alpha_{CL}}{[1 + (\alpha_{CL} - 1) \cdot x_{CL}]^2} \cdot \frac{V}{L} \quad (3.6)$$

- Método d: através da equação 3.7, proposta por Katayama (1968), aplicada para valores de m entre 0,5 e 2,0, com um erro menor do que 4,0%;

$$\frac{1}{AEPT} = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{1}{H_{OV}} + \frac{1}{H_{OL}} \right) \quad (3.7)$$

A volatilidade relativa foi determinada através da equação 2.3. Para cada um dos métodos também foi calculado o número de estágios teóricos.

3.2.2 Operação em regime contínuo

O dimensionamento de um destilador normalmente parte da necessidade de separação de determinada quantidade de uma mistura. A partir dessa premissa, obtêm-se as variáveis necessárias para sua utilização em procedimentos de cálculo bem sedimentados, como por exemplo, o uso do gráfico de Eckert (correlação generalizada para a queda de pressão), obtendo-se por fim, o diâmetro necessário para o destilador.

Neste estudo, entretanto, iniciou-se a pesquisa a partir de uma coluna com dimensões já definidas, resultando em um trabalho inverso ao que usualmente é realizado.

Tendo em vista a impossibilidade para a determinação da vazão de alimentação através da utilização de cálculos (a partir da correlação de Eckert, por exemplo), tal valor foi determinado experimentalmente, fixando-se quatro pontos limitantes na operação do destilador:

- I. A concentração do produto destilado deveria atender a legislação, ou seja, ser superior a 92,6% em massa;
- II. A concentração de etanol no produto de fundo não poderia exceder 0,5% em massa, sob risco de tornar a separação demasiadamente ineficiente;
- III. A vazão interna de líquido deveria ser em quantidade suficiente para promover a adequada molhabilidade do recheio (limite inferior de operação);
- IV. As vazões internas de líquido e de gás não poderiam ocasionar inundação em nenhum ponto da coluna (limite superior de operação);

É importante observar que os limites III e IV relacionam-se, de certa forma, com o limite I. A terceira limitação, representado pelo ponto A da Figura 2.12, corresponde ao limite inferior de operação, em que a vazão de líquido sobre o recheio (seção de retificação) é muito pequena a ponto de não ocorrer a adequada distribuição de líquido sobre o mesmo (molhabilidade).

O limite superior de operação foi estabelecido como sendo o ponto B da Figura 2.12, a partir do qual um aumento na vazão de líquido provoca a inundação da coluna, conduzindo a operação para um ponto instável e com possibilidade de diminuição da eficiência do recheio (aumento da *AEPT*).

A partir desses fatores foram estabelecidos os procedimentos operacionais necessários para o adequado funcionamento do destilador.

Os testes foram executados a fim de determinar qual a faixa de vazão de alimentação que seria admissível pelo destilador para o seu bom funcionamento.

Cada teste iniciou pelo carregamento de determinada quantidade de líquido no revedor. O carregamento do destilador com mistura hidroalcoólica foi efetuado pelo condensador, de maneira a molhar o recheio adequadamente (nos testes

subseqüentes não foi realizado novo carregamento do balão de fundo, pois este continha líquido remanescente do teste anterior).

Após essa etapa foi iniciado o aquecimento do sistema, que operou inicialmente em refluxo total para sua estabilização (evidenciada estabilidade nos valores de temperatura e pressão lidas ao longo da coluna).

Na seqüência, foi dado início à alimentação do destilador com mistura hidroalcoólica pré-aquecida (no ponto 4.b), com concentração de 6,0% em massa.

Ressalta-se que a vazão de alimentação é responsável, em parte, pelas vazões de líquido e vapor dentro da coluna. Essas vazões internas também são afetadas pela taxa de vaporização ou *boil-up*.

Assim, cada um dos testes consistiu em fixar-se determinada vazão de alimentação e subseqüente fornecimento de calor suficiente ao sistema para que se atingisse o ponto de inundação (limite superior). A ocorrência de inundação foi verificada visualmente e foi associada à queda de pressão medida pelos sensores ao longo da coluna.

O passo seguinte foi diminuir a potência entregue pela manta de aquecimento do balão de fundo, de maneira a reduzir a vaporização e assim cessar a inundação. Após a estabilização do destilador foram coletadas as amostras de líquido do fundo e do destilado, além de realizadas as leituras de pressão, de temperatura, de potência elétrica de aquecimento e das vazões de destilado e de líquido refluxado. O tempo adotado para cada experimento foi suficiente para que não mais se observasse variação nas leituras de temperatura (principalmente a do vapor do primeiro prato) e pressão, visto que a medição da concentração não pode ser realizada durante a operação.

Para uma mesma vazão fixa de alimentação, variou-se a potência elétrica de maneira a diminuir a vazão de líquido até o ponto mínimo de molhabilidade do recheio.

Quando este ponto foi atingido, iniciou-se outro teste com uma nova vazão de alimentação, seguindo o procedimento anteriormente explicitado.

O último teste foi finalizado quando se observou que a razão de refluxo tinha atingido um valor mínimo, não podendo mais ser medida com precisão.

Ao todo foram obtidos três grupos de testes: ABC, DE e FG, sendo três testes no primeiro grupo, dois no segundo e dois no terceiro. Os testes em um mesmo

grupo apresentam a mesma vazão de alimentação, e por conseqüência, as mesmas vazões de produto de fundo e de destilado.

O número de amostras coletadas em cada teste, coletadas a cada dez minutos, variou entre 10 e 18 amostras, dependendo das perturbações apresentadas pelo sistema, como descontrole no refluxo, interrupção na alimentação, etc.

As vazões internas (V , L' e V') e as razões de refluxo (R) e de esgotamento (S) foram calculadas conforme o equacionamento apresentado no Apêndice A.

É importante ressaltar que a vazão de alimentação e a taxa de vaporização definem as vazões internas e, por conseqüência, a razão de refluxo, que irá afetar a graduação alcoólica do destilado, uma vez que a altura de recheio e pratos (*vigreux*) da torre foi mantida constante.

Dessa maneira, o efeito de separação da coluna é dependente, em primeiro lugar, da alimentação, mantida constante durante cada grupo de teste.

O balanço energético foi calculado através da quantificação de todos os fluxos energéticos, de maneira a permitir uma comparação adequada entre os experimentos realizados.

Esses fluxos correspondem à energia disponibilizada ao sistema - através do aquecimento do refeedor, da corrente de alimentação e de refluxo, além da energia elétrica utilizada pelas bombas centrífugas para a circulação de líquidos - e a energia residual - energia térmica contida no produto de fundo, no destilado e na água de condensação. A diferença entre a energia disponibilizada e a residual corresponde às perdas térmicas para o ambiente.

A comparação entre os experimentos foi realizada com o auxílio da relação entre a energia contida no destilado e a energia disponibilizada ao sistema.

A energia contida no destilado foi determinada através do poder calorífico inferior (PCI). O PCI é diretamente proporcional à concentração de etanol no destilado, de maneira que quanto maior for o teor de água, menor será o PCI .

O PCI para cada um dos testes foi calculado tendo como referência o PCI do etanol anidro (28.215 kcal/kg) (BRASIL, 2004), descontando-se o calor latente de vaporização da água.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos para os experimentos realizados são apresentados seguindo-se a divisão empregada na metodologia. Para o item referente à operação contínua, são também apresentadas informações a respeito da operação e funcionalidade do destilador.

4.1 Características do recheio

Os anéis de Raschig têm como característica construtiva a igualdade entre seu comprimento e seu diâmetro. Entretanto, para o material utilizado como recheio era visível a discrepância entre esses valores em algumas das peças, conforme se observa na Figura 4.1.



Figura 4.1 – Anéis de Raschig utilizados como recheio.

A Tabela 4.1 apresenta os valores das características medidas em 50 peças de recheio, confirmando o que havia sido visualizado previamente. Observa-se que

a diferença existente entre o diâmetro externo e o comprimento é de 8,5% em média. Já o comprimento das peças apresentou uma variação média de 15%.

Tabela 4.1 – Média e desvio padrão para as dimensões do recheio

	Diâmetro interno	Diâmetro externo	Comprimento
Média (cm)	0,3444	0,5424	0,5886
Desvio padrão (cm)	0,0225	0,0232	0,0885

A Tabela 4.2 apresenta os valores para as demais características dos anéis de Raschig, calculados a partir dos dados da Tabela 4.

Tabela 4.2 – Características do recheio

Parâmetro	Valor
Área superficial unitária (m ²)	1,915.10 ⁻⁴
Volume unitário (m ³)	1,36.10 ⁻⁷
Área superficial específica (m ² /m ³)	1.408,52
Densidade mássica (kg/m ³)	823,20
Densidade de peças (unidades/m ³)	3,46.10 ⁶
ε - Fração de volume vazio	0,63
F_p - Fator de empacotamento ¹	5.633,01

¹Calculado com base no fator $a.\varepsilon^{-3}$ da correlação de Sherwood para predição de inundação (KISTER, 1992; MACKOWIAK, 2010)

4.2 Determinação do número de unidades de transferência por operação em refluxo total

É importante registrar que, para esse procedimento, o tempo necessário para aquecimento do destilador e estabilização das temperaturas foi de aproximadamente duas horas. Esse tempo depende, naturalmente, da temperatura da carga inicial adicionada ao refeedor e da temperatura ambiente.

A Tabela 4.3 apresenta os valores de concentração, temperatura e pressão medidas nos pontos ao longo do destilador. Estes são a média de dois diferentes testes.

Os valores de temperatura medidos nos pontos 4.a, 4.b, 4.c e 4.d encontram-se abaixo do valor esperado, pois o menor valor para o ponto de ebulição de mistura hidroalcoólica é igual a 78,15°C, à exceção de uma referência conforme o Apêndice C.

Tabela 4.3 – Valores médios das variáveis amostradas em refluxo total

Ponto	Pressão (mbar)	Temperatura (°C)	Fração molar	Refluxo (L_0) (mol.h ⁻¹)
Fundo	-	97,0	0,016	
4.a	4,885	81,8	0,147	17,104
4.b	4,494	75,3	0,546	
4.c	2,149	74,8	0,803	
4.d	0,000	77,0	0,848	

A justificativa para isso pode ser a falta de isolamento nas seções que unem os módulos do destilador, com grande perda térmica, resfriando o líquido que está em contato com o termômetro (Figura 4.2). Além disso, as características construtivas das junções não permitem que o termômetro entre em contato com o vapor que entra nessa junção, como seria o correto, afetando a leitura da temperatura.

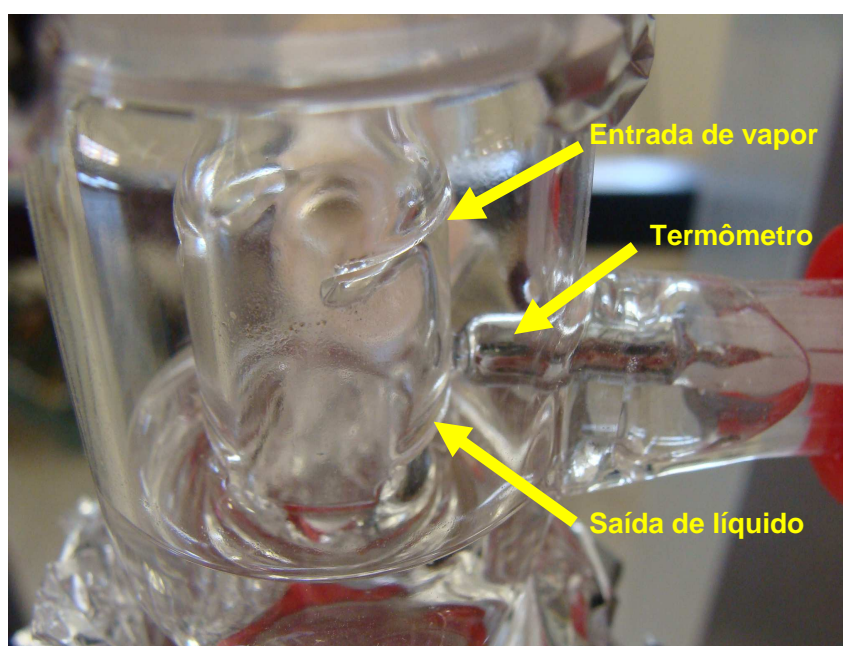


Figura 4.2 – Detalhe do posicionamento do termômetro na junção entre os módulos.

Dessa maneira, não foi possível associar a concentração da mistura com a temperatura no ponto considerado.

4.2.1 Determinação de N_o e H_o :

A Tabela 4.4 informa os valores médios obtidos para o número e a altura da unidade de transferência para cada seção da torre. Esses valores foram calculados a partir dos dados de cada seção da torre (Tabela 3.1) e da concentração da entrada e saída de cada seção (Tabela 4.3), empregando as equações 2.9a e 2.9b.

Tabela 4.4 – Valores calculados para o NUT e para AUT.

Seção ^a	N_{OV}	N_{OL}	$K'_{y,a}$ $K'_{x,a}$		z	H_{OV}	H_{OL}
			(mol.m ⁻³ .s ⁻¹)				
Fundo	0,4715	2,0329	-	-	-	-	-
4.a (<i>vigreux</i>)	2,0542	1,7230	-	-	56,00	0,2726	0,3250
Esgotamento^b	2,5257	3,7559	-	-	-	-	-
4.b (recheio)	4,8537	3,2045	0,9295	0,6137	78,00	0,1607	0,2434
4.c (recheio)	2,9053	4,6838	0,7749	1,2493	56,00	0,1928	0,1196
Retificação^c	7,8875	7,7596	0,8649	0,8793	134,00	0,1727	0,1699
Total coluna^d	10,2847	11,6442	-	-	190,00	0,1847	0,1632

^a O acréscimo de concentração obtido para cada uma das quatro seções corresponde a diferença resultante da análise par a par dos cinco valores apresentados na Tabela 6.

^b Referente ao acréscimo de concentração entre o fundo e a saída da seção de *vigreux* (ponto b).

^c Referente ao acréscimo de concentração para as duas seções recheadas, ou seja, entre os pontos b e d.

^d Referente ao acréscimo de concentração entre o fundo do destilador e o ponto d (topo). H_{OV} e H_{OL} médios para a coluna de destilação.

Os valores de m obtidos para as seções 4.a, 4.b, 4.c, retificação e total foram 0,59, 0,77, 0,92, 0,75 e 0,23, respectivamente.

A partir da Tabela 4.4 observa-se que a maior parte da transferência de massa obtida pelo destilador, relacionada com o número de unidades de transferência, ocorre na seção de retificação, com aproximadamente 67 e 77% para as fases globais líquida e vapor, respectivamente.

Na seção de retificação nota-se que não há diferença significativa entre o número de unidades de transferência, entre os coeficientes compostos ($K'_{y,a}$ e $K'_{x,a}$) e entre as alturas de unidade de transferência para as fases globais líquida e vapor (H_{OL} e H_{OV}).

Observa-se diferença somente quando cada seção de recheio é avaliada isoladamente. Para a seção de maior altura (5.b), o N_{OV} é maior que o N_{OL} , indicando que pode haver influência da má distribuição de líquido nessa seção,

resultando em um H_{OL} maior. Para a menor seção (5.c), observa-se que N_{ov} é menor que o N_{OL} , sofrendo menor influência da má-distribuição.

Do mesmo modo, a má distribuição de líquido pode ter comprometido a eficiência do recheio, uma vez que H_{OL} para a maior e a menor seção de recheio foi de 0,2434 e 0,1196 metros, respectivamente. Assim, um aumento de 40% na altura de recheio resultou em um aumento de 103% na altura da unidade global de transferência para a fase líquida, ou seja, uma grande redução em sua eficiência de transferência de massa.

4.2.2 Determinação da AEPT:

A altura equivalente a um prato teórico foi calculada a partir de quatro métodos diferentes, conforme o item 3.2.1.2. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 – Valores calculados para AEPT e número de estágios teóricos (n).

Seção	Método a		Método b		Método c		Método d	
	AEPT	n	AEPT	n	AEPT	n	AEPT	n
Fundo	-	0,00	-	1,15	-	-	-	-
4.a (vigreux)	0,2240	2,50	0,3806	1,75	0,8321	0,67	0,413	1,36
Esgotamento	-	2,50	-	2,91	-	0,67	-	1,36
4.b (recheio)	0,2229	3,50	0,1939	3,45	0,3956	1,97	0,1936	4,03
4.c (recheio)	0,2800	2,00	0,2119	2,73	0,3155	1,77	0,1476	3,79
Retificação	0,2436	5,50	0,2849	4,72	0,3452	3,88	0,1713	7,82
Total coluna	0,2375 ^a	8,00	0,2089 ^a	9,09	0,4299 ^a	4,42	0,1733	9,18

^aValores médios para toda a coluna de destilação.

Os valores de AEPT obtidos para a seção de retificação apresentam diferença entre si, dependendo dos métodos utilizados para a determinação. Deve-se ressaltar que os três primeiros métodos assumem simplificações que podem comprometer seus valores (vazão molar constante e volatilidade relativa constante). O quarto método apresenta um erro menor que 4,0%, segundo o autor (KATAYAMA, 1968), e poderia ser aplicado para as seções da coluna individualmente, pois o valor de m encontra-se dentro dos limites para o qual a Equação 3.7 é aplicável. O

mesmo não pode ser aplicado para a coluna como um todo, pois, para esse caso, o valor de m é menor que 0,5.

Entretanto, quando se compara os valores de $AEPT$ (Tabela 4.5) com os valores obtidos para AUT (Tabela 4.4) verifica-se que os primeiros são maiores (à exceção do último), tanto para a seção de retificação, quanto para a coluna como um todo. Isso indica que os valores de $AEPT$ são mais conservativos, ou seja, quando utilizados para o projeto de um destilador piloto, conduzirão a uma maior altura da coluna, com maior segurança na garantia de desempenho, relacionado à concentração necessária ao produto destilado. Contudo, uma altura de coluna demasiadamente elevada resulta em maior gasto energético.

4.3 Determinação das condições operacionais por operação em regime contínuo

A partir do estabelecimento dos quatro limites de desempenho (concentração mínima para o destilado e para o produto de fundo, e limites inferior e superior de operação), foram realizados os testes de operação do destilador em regime contínuo, a fim de determinarem-se as principais características de funcionamento do equipamento.

Diversos experimentos foram executados sendo que apenas sete obtiveram resultados condizentes com as limitações previamente estabelecidas. A Tabela 4.6 apresenta os valores de vazão para esses experimentos. No que diz respeito à vazão de alimentação, é possível dividir os sete experimentos em três grupos: I) experimentos A, B e C; II) experimentos D e E e; c) experimentos F e G. Entretanto, como será explicitado posteriormente, os experimentos em cada grupo diferem entre si quanto à potência fornecida ao refeedor e, dessa forma, em relação às outras características relacionadas, como razão de refluxo e de esgotamento, além da queda de pressão por metro de recheio.

As vazões de alimentação foram determinadas experimentalmente com base nos limites inferior e superior de operação. As vazões de produto de fundo e de destilado foram calculadas através de balanço de massa em função da alimentação e das concentrações mínimas fixadas para o destilado (92,6% em massa) e para o produto de fundo (0,5% em massa). Durante os experimentos procurou-se manter as

vazões para o produto de fundo e para o destilado, o mais próximas possível do valor calculado para as mesmas.

Tabela 4.6 – Valores de vazão calculados e experimentais para as principais correntes no destilador.

Experimento	Vazão (mol.h ⁻¹)				
	Experimental ^a	Calculados		Experimentais	
		Alimentação	Fundo	Destilado	Fundo
A	137,12	133,48	3,69	132,89	3,69
B	137,12	133,48	3,69	133,40	3,82
C	137,12	133,48	3,69	133,03	3,75
D	186,05	180,99	5,06	180,19	5,08
E	186,05	180,99	5,06	178,61	5,01
F	234,75	229,58	6,31	226,57	5,82
G	234,75	229,58	6,31	227,56	6,19

^aValores obtidos experimentalmente com base nos limites inferior e superior de operação.

A diferença encontrada entre os valores calculados e experimentais para as vazões de fundo e de destilado, deve-se a dificuldade de um controle preciso de tais vazões. Apesar dessa discrepância os valores são muito próximos. Para o experimento F, que apresentou maior diferença entre os valores calculados e experimentais, o erro para a vazão de produto de fundo e para o destilado foi igual a 1,31% e 7,76%, respectivamente, não interferindo de forma significativa nos resultados operacionais.

Os valores para a concentração das correntes de alimentação, fundo e destilado obtidos experimentalmente para cada um dos sete experimentos estão contidos na Tabela 4.7.

A concentração obtida para o produto de fundo ficou acima do valor mínimo estabelecido em três experimentos (E, F e G). Dessa forma, as perdas de etanol superam o limite estabelecido, que foi de 0,196 % mol do produto de fundo, o que corresponde a 7,88% da quantidade molar alimentada, atingindo um máximo de 14,93% no experimento F.

Estes resultados mostram que a vazão máxima de trabalho para o sistema utilizado deve situar-se abaixo de 234,75 mol.h⁻¹.

Para o destilado, todos os valores ficaram acima da concentração mínima estabelecida pela legislação (83,00 %mol), com exceção para o produto obtido no

experimento E (82,82 %mol). Para o experimento G, a concentração de etanol no destilado (83,08 % mol) está muito próxima do valor mínimo exigido.

Tabela 4.7 – Valores experimentais para a concentração de etanol nas correntes de alimentação, de fundo e de destilado (em %mol).

Experimento	Concentração de etanol (%mol)			Perda de etanol no fundo (%) ^c
	Alimentação	Fundo ^a	Destilado ^b	
Limite	2,42	0,196	83,04	7,88
A	2,42	0,177	84,24	7,09
B	2,42	0,093	84,15	3,73
C	2,42	0,165	83,14	6,61
D	2,42	0,155	83,71	6,20
E	2,42	0,211	82,82	8,38
F	2,42	0,374	83,60	14,93
G	2,42	0,253	83,08	10,12

^a Limite superior.

^b Limite inferior

^c Calculado com base na quantidade de etanol presente na alimentação.

Os valores das vazões mássicas internas, e das razões de refluxo e de esgotamento, estão contidos na Tabela 4.8. Analisando-se os dados fornecidos pelas Tabelas 4.7 e 4.8 é possível verificar que as maiores perdas de etanol no fundo da coluna de alguma forma estão relacionadas aos menores valores da razão de esgotamento (S), e que as maiores concentrações de etanol no destilado estão associadas às maiores razões de refluxo (R).

Tabela 4.8 – Vazões e relações entre líquido e vapor internas ao destilador.

Experimento	L	V	L'	V'	L/V	R	L'/V'	S
	(g.h ⁻¹)	(g.h ⁻¹)	(g.h ⁻¹)	(g.h ⁻¹)	-	-	-	-
A	681,51	834,78	3.306,93	898,88	0,816	4,446	3,679	0,373
B	439,15	598,05	3.064,57	662,15	0,734	2,764	4,628	0,276
C	355,26	510,22	2.980,69	574,32	0,696	2,293	5,190	0,239
D	583,07	793,62	4.146,50	881,61	0,735	2,769	4,703	0,270
E	281,50	487,94	3.844,38	575,40	0,577	1,364	6,681	0,176
F	537,83	778,70	5.033,71	889,37	0,691	2,233	5,660	0,215
G	353,21	625,61	4.848,76	718,97	0,565	1,383	6,744	0,174

É importante salientar que a altura das seções de esgotamento e de retificação é fixa e, portanto, uma diminuição da concentração de etanol no produto

de fundo ou seu aumento no destilado só podem ser obtidos pelo ajuste das vazões operacionais do destilador.

Assim, quanto mais próxima de 1,0 (um) for L/V - como é o caso da operação com refluxo total, maior é o número de estágios teóricos obtidos pela seção de retificação e maior será a concentração do destilado (Figura 4.3).

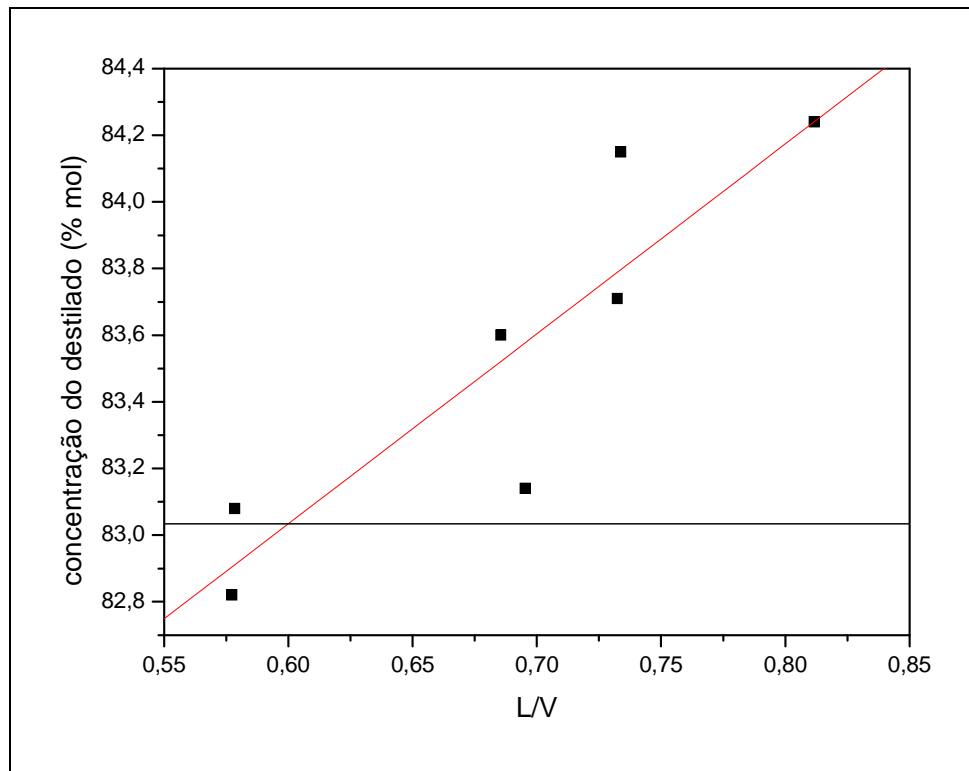


Figura 4.3 – Relação entre L/V e a concentração do destilado (detalhe da linha que limita a concentração mínima para o destilado).

O raciocínio inverso é aplicado à seção de esgotamento, em que o número de estágios teóricos diminui à medida que a relação L'/V' aumenta, resultando em uma maior concentração de etanol no produto (Figura 4.4).

Para os experimentos E, F e G, o fato de a concentração de etanol no produto de fundo ter se situado acima do valor máximo estabelecido, indica que a relação L'/V' não deve ultrapassar 5,5 e o fator de esgotamento deve ser maior que 0,23, caso mantenha-se a mesma altura da seção de esgotamento. Para assegurar um melhor esgotamento quando a vazão na coluna é aumentada, a altura da seção de *vigreux* deveria ser aumentada ou a alimentação do destilador necessitaria ser efetuada em um ponto acima do atual, o que poderia prejudicar a retificação.

Para a seção de retificação, o valor de L/V e de R devem ser maiores que 0,58 e 1,38, respectivamente.

O aumento de R e S implica em um maior consumo de energia, que deve ser equacionado com os custos envolvidos no aumento da altura física do destilador, a fim de assegurarem-se as condições operacionais estabelecidas.

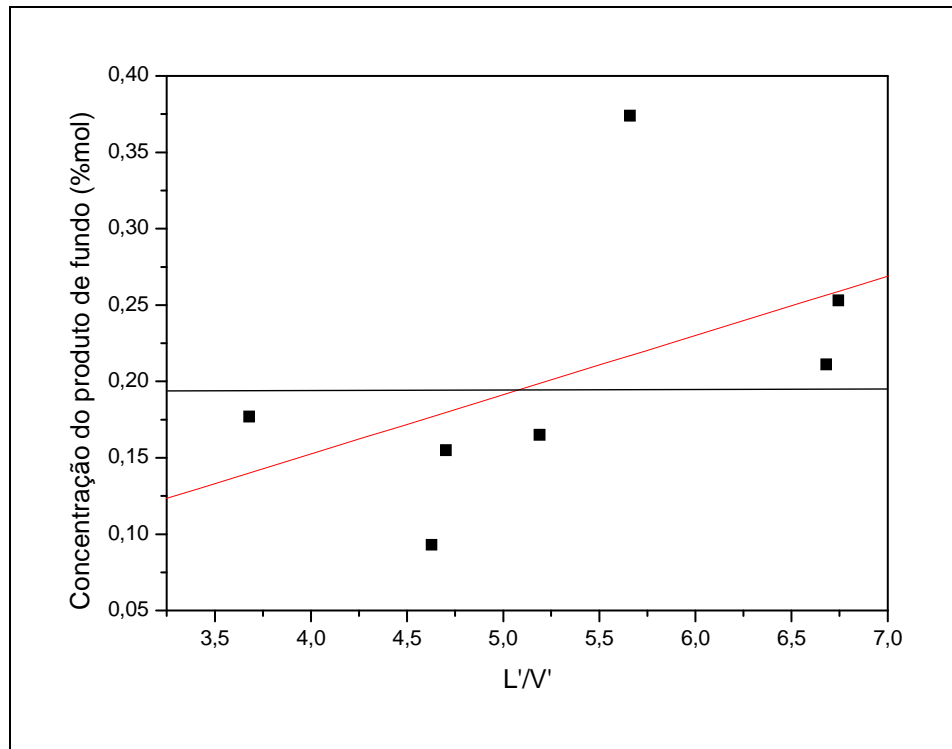


Figura 4.4 - Relação entre L/V' e a concentração do produto de fundo (detalhe da linha que limita a concentração máxima para o produto de fundo).

Os processos de destilação baseiam-se na diferença de volatilidade entre os componentes que se deseja separar de uma determinada mistura, como citado anteriormente. A volatilidade depende da temperatura de ebulição desses componentes de maneira que, em um destilador, obtém-se um gradiente de temperatura entre a base (maior temperatura) e o topo (menor temperatura).

Os valores médios de temperatura ($^{\circ}\text{C}$), medidos ao longo do destilador, estão contidos na Tabela 4.9. As medidas T_{ref} , T_1 , T_2 , T_3 , T_4 , T_{topo} e $T_{a\text{lim.}}$ referem-se às leituras efetuadas no refeedor, nos pontos 4.a, 4.b, 4.c e 4.d, no topo e no pré-aquecedor da alimentação, respectivamente.

Ressalta-se que os termômetros utilizados tiveram sua temperatura aferida previamente, apresentando a precisão necessária para o experimento.

A variação observada nas temperaturas T_2 para os sete experimentos está relacionada com a variação da temperatura da corrente de alimentação ($T_{a\text{lim.}}$), uma vez que a entrada dessa alimentação ocorre nesse ponto.

Tabela 4.9 – Valores médios de temperatura ao longo do destilador (°C)

Experimento	Temperaturas (°C)						
	T_{ref}	T_1	T_2	T_3	T_4	T_{topo}	$T_{a\text{lim.}}$
A	99,6	96,4	81,0	76,9	76,2	77,7	87,0
B	99,0	95,6	82,7	76,8	76,8	77,7	87,4
C	99,0	95,5	84,9	77,0	76,7	77,5	85,5
D	99,1	95,2	81,8	76,9	76,2	77,7	85,3
E	98,8	95,4	87,0	78,0	77,2	78,1	86,1
F	99,2	94,4	83,6	76,2	76,1	77,8	90,0
G	98,7	95,0	87,2	77,8	77,0	77,9	86,4

A aparente incoerência entre os valores de temperatura T_4 e T_{topo} , deve-se ao fato de que os termômetros instalados nos pontos 4.a, 4.b, 4.c e 4.d. sofrem os mesmos problemas apresentados no item 4.2.

A temperatura de topo apresenta valores inesperados, pois em todos os casos, situou-se abaixo da temperatura do azeótropo (Apêndice C). Isso significa que, provavelmente, o destilado contenha algum produto mais volátil que o etanol. Entretanto, é possível verificar certa relação entre a temperatura de topo e a concentração do destilado.

A Tabela 4.10 apresenta os valores de queda de pressão ao longo da coluna, medidos em milibar (10^{-3} bar) por metro de coluna (m).

Tabela 4.10 – Pressão e queda de pressão medidas ao longo do destilador

Experimento	Pressão diferencial (mbar)				Queda de pressão (mbar.m ⁻¹)			
	P_1	P_2	P_3	P_4	$\Delta P_a / z$	$\Delta P_b / z$	$\Delta P_c / z$	$\Delta P_{total} / z$
A	9,788	9,291	5,098	0,000	0,888	5,375	9,104	5,152
B	2,345	2,286	0,254	0,000	0,105	2,605	0,326	1,234
C	0,254	0,234	0,078	0,000	0,035	0,200	0,140	0,134
D	8,546	7,881	3,986	0,000	1,186	4,994	7,118	4,498
E	0,782	0,728	0,799	0,000	0,095	-0,091	1,427	0,411
F	6,286	5,699	2,356	0,000	1,047	4,287	4,207	3,308
G	0,042	1,507	0,293	0,000	-2,617	1,557	0,523	0,022

Os dados experimentais contidos nas Tabelas 4.6, 4.7 e 4.8 dependem da temperatura, por essa estar relacionada com a concentração da mistura, e à queda de pressão, que é resultante da interação entre as vazões de líquido e vapor com o recheio e que interferem na transferência de massa. As Figuras 4.5 e 4.6 demonstram essa última relação, uma vez que quanto maior a vazão de vapor (V) ou de líquido (L) na seção de retificação, maior a queda de pressão e maior a concentração do produto destilado.

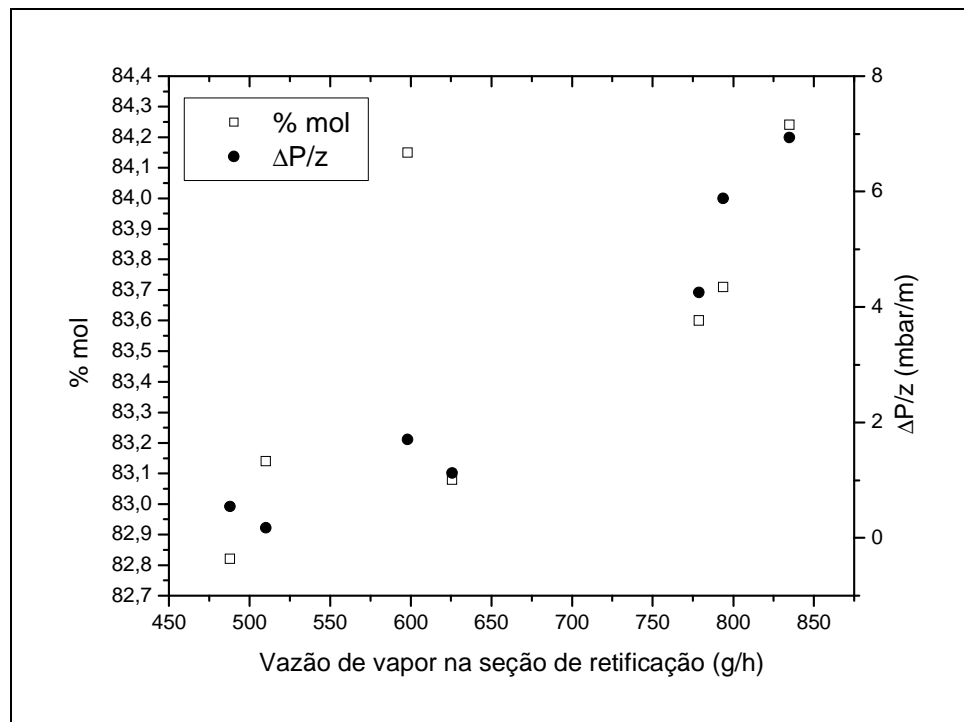


Figura 4.5 – Influência da vazão de vapor (V) na concentração do destilado e na queda de pressão.

Nas Figuras 4.5 e 4.6, se a ordenada fosse a *AEPT* ao invés da concentração do destilado haveria um comportamento semelhante ao observado na Figura 2.12. Como a diferença entre a maior e a menor concentração para o destilado é igual a 1,7%, o mesmo seria observado para a *AEPT*, indicando que, para os sete experimentos, a operação situou-se dentro dos limites superior e inferior previamente estabelecidos.

É importante salientar que durante a condução dos experimentos, o valor amostrado para a queda de pressão foi de extrema importância na predição da inundação da coluna. Foi possível observar visualmente a ocorrência de inundação quando a pressão diferencial P_1 atingia um valor acima de 12,0 mbar. Também foi

possível prever a ocorrência de inundação quando a razão de refluxo R diminua rapidamente, indicando um acúmulo de líquido dentro da coluna, diminuindo o valor de L .

Com base no que foi observado durante a operação, é possível afirmar que as temperaturas das correntes de líquido que entram na coluna (alimentação e L_0) também possuem certa influência na inundação do destilador.

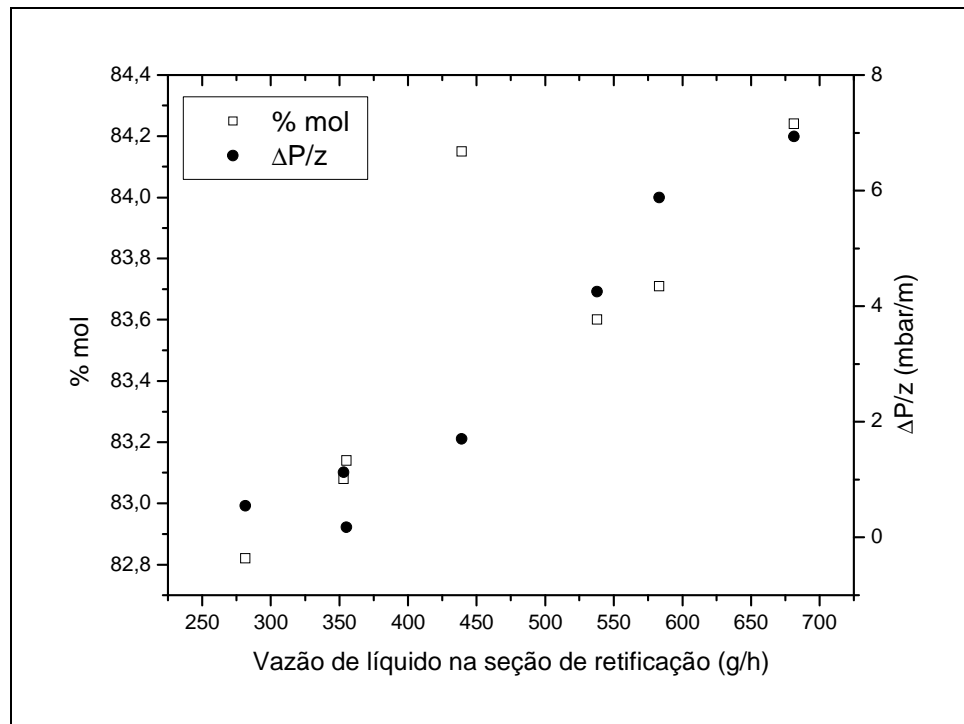


Figura 4.6 - Influência da vazão de líquido (L) na concentração do destilado e na queda de pressão.

A Figura 4.7 apresenta a queda de pressão na seção de retificação em função da temperatura de alimentação, para os experimentos A, B e C. Nota-se que a influência do aumento da temperatura de alimentação é maior quando a vazão interna de vapor (V) é maior, provavelmente devido a um menor volume disponível para acomodar os vapores desprendidos pela alimentação. Além disso, a própria entrada de líquido em uma seção de elevado fluxo pode ter contribuído para esse efeito.

Da mesma forma, observou-se que uma elevação da temperatura da corrente de refluxo, que retorna ao topo da coluna, para um valor acima de 75°C provocou a ocorrência de inundação nesse ponto.

Os experimentos A, D e F foram os mais próximos do ponto de carga (limite superior de operação), no limiar da ocorrência de inundação e os experimentos C, E e G situarem-se logo acima do limite inferior de operação.

É importante notar que para os experimentos A, D e F, as vazões V e V' situam-se muito próximas (entre 780 e 900 g.h^{-1}), significando que vazões superiores a essa faixa provocam inundação.

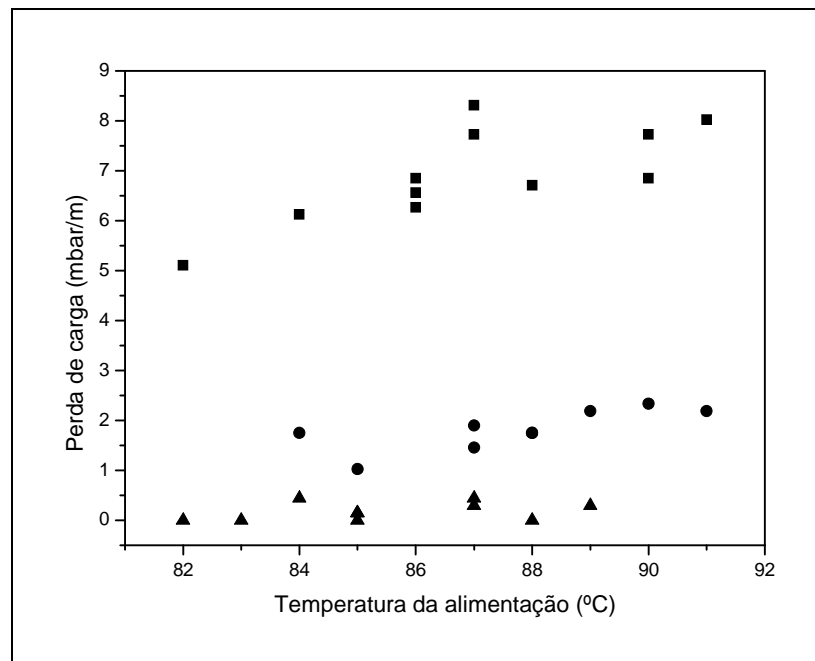


Figura 4.7 – Influência da temperatura de alimentação na queda de pressão da seção de retificação

Tendo em vista que a queda de pressão resulta da interação entre as vazões de líquido e vapor e as características do destilador (tipo de recheio, diâmetro da coluna, etc), sendo que essas estão associadas à razão de refluxo, pode-se afirmar que um aumento dessa razão não implica, necessariamente, num aumento da concentração do destilado.

No destilador em estudo, uma razão de refluxo superior a 4,45, para uma vazão de alimentação de $2,56 \text{ kg/h}$ (experimento A), provoca inundação da coluna, resultando na instabilidade da operação, com grandes perturbações na graduação alcoólica do destilado.

É importante notar que essa condição resulta de um aumento da razão de refluxo através de um acréscimo na taxa de vaporização de líquido pelo incremento

da energia entregue pelo refeedor. Uma outra maneira de obter-se um aumento de R seria através da diminuição da vazão do destilado, implicando em maiores perdas de etanol no produto de fundo, o que não é interessante.

A razão de refluxo obtida no experimento C (igual a 2,3) é bem menor que a mesma utilizada em microdestilarias, indicando uma característica promissora que o destilador em estudo possui.

4.3.1 Balanço energético

O balanço energético compreende a energia disponibilizada, a energia residual e a energia contida no destilado.

A Tabela 4.11 apresenta os valores de energia disponibilizada ao sistema no refeedor e nos pré-aquecedores, além da energia elétrica consumida pelas bombas de circulação de líquidos (condensador, refluxo e produto de fundo).

Tabela 4.11 – Energia disponibilizada ao sistema (em kJ/h)

Experimento	Energia disponibilizada (kJ/h)				Total
	Energia elétrica	Refeedor	Pré-aquecimento Alimentação	Refluxo	
A		2.534,40	1.006,04	115,33	4.195,77
B		1.829,52	1.006,04	79,52	3.455,08
C		1.631,52	1.006,04	65,35	3.242,91
D	540,00	2.534,40	1.365,08	97,28	4.536,76
E		1.829,52	1.365,08	57,90	3.792,51
F		2.534,40	1.722,43	98,20	4.895,03
G		1.829,52	1.722,43	68,48	4.160,43

O total de energia disponibilizada deve-se em grande parte à energia necessária para a obtenção do refluxo (Tabela 4.8). Uma vez que a taxa de vaporização (*boil-up*) resulta nas vazões V e V' , que por sua vez controlam a razão de refluxo, a potência fornecida ao refeedor torna-se o ponto mais crítico no controle operacional a fim de garantir a concentração adequada ao produto para uma mesma altura de coluna de destilação.

Outro ponto importante refere-se ao pré-aquecimento da vazão de alimentação, pois à medida que essa vazão aumenta, a parcela referente à energia necessária (energia disponibilizada pelo refeedor) para essa tarefa também

aumenta. Essa condição leva a crer que, em um determinado momento, essas duas parcelas se igualariam. Entretanto, quanto mais próximas elas forem, maior será a concentração de etanol no produto de fundo.

A energia elétrica consumida pelas bombas é a mesma para todos os experimentos e a variação da energia disponibilizada ao pré-aquecimento do refluxo praticamente não influi no total disponibilizado.

A Tabela 4.12 exibe os valores da energia térmica residual das correntes líquidas de saída, devido à diferença de temperatura em relação ao ambiente (20°C).

A partir dos dados apresentados na Tabela 4.12 observa-se que quanto maior o valor da vazão de alimentação, maior é a energia térmica residual (experimentos F e G). Nota-se também que a energia térmica residual do destilado é desprezível.

Tabela 4.12 – Energia térmica residual (em kJ/h)

Experimento	Energia térmica residual (kJ/h)			
	Produto Fundo	Destilado	Condensador	Total
A	866,24	4,74	1.082,53	1.953,50
B	857,31	3,17	782,63	1.643,11
C	858,72	2,68	668,80	1.530,19
D	1.167,05	6,97	1.027,25	2.201,27
E	1.163,19	0,00	651,22	1.813,83
F	1.482,03	4,47	1.020,48	2.506,98
G	1.468,39	2,07	827,14	2.297,60

A energia térmica residual do condensador equivale ao calor latente de vaporização da corrente V e por isso os experimentos A, D e G possuem os maiores valores.

O balanço energético, as perdas de energia térmica pelo processo e o fator energético para os sete experimentos são mostrados na Tabela 4.13. Cabe ressaltar que a perda de energia resulta das trocas de calor entre o interior da coluna e o ambiente, não considerando a energia térmica residual das correntes de saída do equipamento.

Conforme os dados da Tabela 4.13, as perdas térmicas tendem a diminuir à medida que a vazão de alimentação aumenta, pelo fato de que a área de troca térmica da coluna com o ambiente é a mesma para todos os experimentos.

A energia contida no destilado foi calculada baseando-se nos valores de vazão de destilado apresentados na Tabela 4.1 e de concentração mostrados na

Tabela 4.7. Observa-se que, logicamente, a produção de energia proveniente do destilado aumenta conforme a vazão de destilado aumenta, uma vez que a diferença entre as concentrações para os experimentos é mínima.

Tabela 4.13 – Balanço energético, perdas e fator energético

Experimento	Energia (kJ/h)		Perdas (%)	Energia Destilado (kJ/h)	Fator Energético
	Disponibilizada	Residual			
A	4.195,77	1.953,50	53,44	4.307,02	1,027
B	3.455,08	1.643,11	52,44	4.465,15	1,292
C	3.242,91	1.530,19	52,81	4.352,58	1,342
D	4.536,76	2.201,27	51,48	5.914,96	1,304
E	3.792,51	1.813,83	52,17	5.797,81	1,529
F	4.895,03	2.506,98	48,79	6.766,85	1,382
G	4.160,43	2.297,60	44,77	7.173,90	1,724

O maior fator energético foi o resultante do experimento G, que apresentou a menor razão de refluxo (1,3065). Conforme a Figura 4.8 é possível ponderar que o fator energético é inversamente proporcional à razão de refluxo.

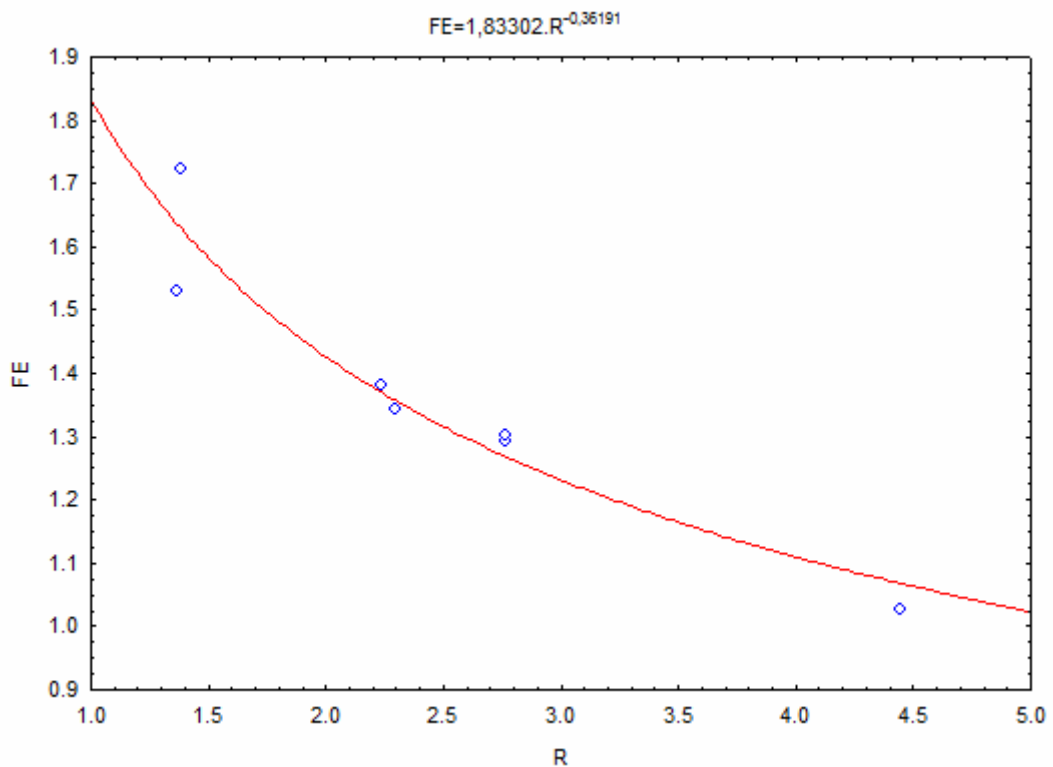


Figura 4.8 – Relação entre a razão de refluxo (R) e o fator energético (FE)

A Tabela 4.14 apresenta uma comparação entre as variáveis operacionais relacionadas com os experimentos A e E, responsáveis pela maior e a menor concentração mínima para o destilado, respectivamente.

Os dados da Tabela 4.14 permitem verificar que para obter-se um pequeno ganho na concentração do destilado (1,71%) é necessário um aumento de 226,07% na razão de refluxo, resultando em um aumento no consumo específico de energia de 51,38%. Assim, o fator energético é aproximadamente 50% menor para o experimento A.

Tabela 4.14 – Análise comparativa entre os experimentos A e E

Parâmetro	Experimento		Diferença (%)
	A	E	
Concentração do destilado (% mol)	84,24	82,82	1,71
Razão de refluxo	4,4463	1,3636	226,07
Consumo específico de energia (kJ/kg) ^a	23.851,05	15.755,01	51,38
Fator Energético	1,027	1,529	-48,88

^aem relação à alimentação.

Assim, observa-se que um pequeno aumento na altura do destilador conduziria a uma grande redução no consumo energético. Isso implicaria em um pequeno aumento nos custos fixos e uma grande redução nos custos operacionais.

Dessa forma, comparando-se a Figura 4.6 com a Figura 2.13 e com a curva *abc* da Figura 2.14, observa-se que é possível substituir o número de estágios teóricos pelo fator energético no eixo das ordenadas, de maneira a expressar a maior importância que o fator energético tem em relação à N , para o destilador objeto desse estudo.

O fator energético quando associado aos quatro limites de operação apresenta-se bastante útil na análise comparativa entre os sete experimentos.

Aplicando-se esses limites e o fator energético na escolha dos experimentos que apresentam as melhores condições operacionais, têm-se os seguintes resultados:

- os experimentos E, F e G apresentam concentração para o produto de fundo acima de 0,1962 %mol (0,5% em massa);

- o experimento E resultou em uma concentração para o destilado menor que 83% mol (92,6% em massa);

- os experimentos A, B, C e D respeitaram os limites de concentração estabelecidos, sendo que o experimento C foi o que apresentou o maior fator energético;

Os dados operacionais para o ponto C, que apresentou as melhores características operacionais dentre os testes analisados, são apresentados na Tabela 4.15. É possível afirmar que a razão de refluxo obtida para o experimento C representa o ponto *g* da Figura 2.14 (razão de refluxo ótima), cujo valor é 1,68 vezes maior que o R_{\min} (razão de refluxo obtida para o experimento E, igual a 1,364).

Tabela 4.15 – Dados operacionais para o ponto ótimo de operação

Parâmetros (experimento C)	Valor
Vazão de alimentação (mol/h)	137,12
Vazão de destilado (mol/h)	3,69
Vazão de produto de fundo (mol/h)	133,48
Concentração do destilado (% mol)	83,14
Concentração do produto de fundo (% mol)	0,16
Razão de refluxo	2,293
Fator energético	1,342

Os experimentos que não respeitaram os limites operacionais poderiam fazê-lo se um maior número de estágios de separação fosse adicionado, ou seja, a partir de uma maior altura para as seções de esgotamento e retificação, conforme o caso.

Assim, o experimento G, que apresentou um fator energético aproximadamente 30% maior que o do experimento C, poderia ser escolhido como o ponto ótimo de operação.

Isso significa que um pequeno aumento no investimento físico poderia resultar em uma diminuição dos custos operacionais, através da economia de energia da ordem de 3.300 kJ por quilograma de alimentação, equivalente a uma redução aproximada de 20% no consumo específico de energia, tendo por base o experimento C.

Por fim, é possível estruturar os procedimentos operacionais adotados através de uma hierarquia simplificada para o ajuste operacional do destilador, como segue:

- 1) Escolha da vazão de alimentação;

- 2) Ajuste das vazões de destilado e fundo, calculadas através de balanço de massa em função dos limites de concentração para os produtos destilado e fundo, previamente estabelecidos;
- 3) Ajuste da potência do refulvador a fim de se obter uma determinada queda de pressão;
- 4) Coleta de amostra de produto de fundo e destilado durante a destilação de maneira a ajustar a operação do equipamento;

5. CONCLUSÃO

Os resultados operacionais obtidos comprovam a viabilidade técnica da proposta de destilador com internos de torre mistos, uma vez que os valores para as concentrações de produto de fundo e destilado estiveram de acordo com os limites estabelecidos.

O experimento C foi o que apresentou os melhores resultados, considerando-se a concentração do destilado (83,14 % mol) e de produto de fundo (0,165 % mol), além do fator energético (1,342). Nota-se que a produtividade não serviu como referência direta por ser uma característica que depende do diâmetro do destilador, obviamente inalterado nos experimentos.

Ressalta-se que existe uma grande influência das características construtivas do destilador nos resultados obtidos, podendo-se citar o estrangulamento de fluxo no ponto de junção entre os módulos, influenciando consideravelmente na queda de pressão ao longo da coluna e, por conseqüência, limitando a capacidade operacional do sistema pela ocorrência prematura da inundação nesses pontos.

Isto indica a necessidade de ajustes físicos no destilador a fim de evitar que esse inconveniente ocorra antecipadamente ao ponto de maior capacidade operacional, definida pelo diâmetro do destilador.

Uma das principais contribuições que a presente pesquisa proporcionou foi uma visão geral dos procedimentos operacionais e da interação entre as variáveis que compõe o sistema de controle manual, como a potência do refeedor e a temperatura e a queda de pressão ao longo da coluna.

É importante observar que a potência fornecida ao sistema pelo refeedor é a principal ferramenta de controle da graduação alcoólica do destilado e do produto de fundo, quando for permitido ao destilador operar com diferentes vazões de alimentação.

A partir dos dados experimentais (Figuras 4.5 e 4.6) foi possível comprovar que um aumento na queda de pressão na coluna provoca um aumento na concentração do destilado, desde que o limite superior de operação não seja ultrapassado.

Desse modo, a medição da queda de pressão por metro de coluna constituiu-se em uma importante ferramenta para o controle operacional da coluna, informando a relação entre as vazões internas e a concentração do destilado.

Além disso, se a temperatura do vapor que abandona o primeiro prato (V) for conhecida e confiável é possível estimar-se a concentração do destilado.

Espera-se que os resultados obtidos com esse estudo permitam o aprimoramento da etapa de destilação a partir da construção futura de um destilador em escala piloto que disponibilize as características vantajosas aqui apresentadas.

Assim, a aplicabilidade dessa tecnologia de destilação possui grande possibilidade em contribuir para que a etapa de separação de etanol nas microdestilarias incremente o rendimento do processo como um todo, fornecendo melhores características operacionais que as atualmente empregadas na pequena escala.

5.1 Sugestões para trabalhos futuros

A utilização de uma relação entre a razão de refluxo e o fator energético (Figura 4.8) permitiu uma avaliação semelhante àquela obtida através da correlação de Gilliland (Figura 2.13). É aconselhável fazer, em estudos futuros, uma análise referente ao grau de importância do número de estágios de separação e do fator energético em relação aos custos com a etapa de destilação, a fim de estabelecer uma metodologia mais ajustável à pequena escala.

Além disso, deve-se avaliar a influência que a concentração de etanol, na corrente de alimentação, tem em relação ao consumo energético, pois, tendo em vista que o teor alcoólico do vinho obtido através de processo fermentativo pode apresentar grande variabilidade.

Outra sugestão relaciona-se com a utilização de recheios mais eficientes no destilador a fim de avaliar a possibilidade de construção de uma unidade de destilação de maior flexibilidade operacional ou mais compacta. Ainda, existe a possibilidade de utilização intercalada de recheios de diferentes áreas superficiais específicas de modo que nas regiões de menor área superficial ocorra inundação, promovendo, nesse ponto, um aumento da transferência de massa. As outras

regiões – de maior área superficial específica, tem a função adicional de cessar a inundação provocada intencionalmente.

Por fim, deve-se atuar no aumento do rendimento térmico de separação do destilador, avaliando-se o aproveitamento do calor residual das correntes de saída e também analisar a destilação do ponto de vista exergético.

BIBLIOGRAFIA

ALTSHELER, W. B., UNGER, E. D., KOLACHOV, P., Improved Still for Liquid-Vapor Equilibria. **Industrial and Engineering Chemistry**, vol. 43, nº 11, p. 2559-2564, 1951.

ANP - AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS. **Resolução ANP nº 56, de 06 de dezembro de 2005**. Disponível em <http://www.anp.gov.br>. Acessado em Abril, 2009.

BEEB JR., A. H. et al, Equilibria in Ethanol-Water System at Pressure Less Than Atmospheric. **Industrial and Engineering Chemistry**, vol. 34, nº 12, p.1501-1504, 1942.

BENNETT, D. L.; KOVAC, K. W.; Optimize Distillations Columns. **Chemical Engineering Progress**, May, p. 19-34, 2000.

BRASIL. MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA. Balanço Energético Nacional, Brasília, 2004. 169p.

BRASIL. Portaria n. 54, de 16 de abril de 2009. Aprova o Zoneamento Agrícola para a cultura de cana-de-açúcar no Estado do Rio Grande do Sul, ano-safra 2008/2009. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 17 abr. 2009. Disponível em: http://www.agricultura.gov.br/pls/portal/docs/PAGE/MAPA/LEGISLACAO/PUBLICACOES_DOU/PUBLICACOES_DOU_2009/DOU_ABRIL_2009/DO1_2009_04_17-MAPA_0.PDF>. Acesso em: 29 ago. 2010.

BRASKEM. Braskem recebe licença operacional definitiva para planta de eteno verde (release). Disponível em: <http://www.braskem.com.br/site/portal_braskem/pt/sala_de_imprensa/sala_de_imprensa_detalhes_10273.aspx>. Acesso em: 25 jul. 2010.

BRUNAZZI, E., MACÍAS-SALINAS, R., VIVA, A., Calculation Procedure for Flooding in Packed Columns Using a Chanel Model. **Chem. Eng. Comm.**, 196, p. 330-341, 2009.

CAI, T. J.; SHARIAT, A.; RESETARITS, M. R., **Pressure Drop Measurements on Distillation Columns**. Presented in the distillation Symposium of the 2009 Spring AIChE Meeting. Tampa, Florida, April 27 – 29, 2009.

CALDAS, J. N. et al, **Internos de Torres: Pratos & Recheios**. Rio de Janeiro: Ed. UERJ, 2003. 484p.

CAREY, J. S., LEWIS, W. K., Studies in Distillation: Liquid-Vapor Equilibria of Ethyl Alcohol-Water Mixtures. **Industrial and Engineering Chemistry**, vol. 24, nº 8, p. 882-883, 1932.

CARNEY, T. P., **Laboratory Fractional Distillation**. Nova York: The Macmillan Company, 1949. 269p.

CHEREMISINOFF, N. P., **Handbook of Chemical Processing Equipment**. Boston: Butterworth-Heinemann, 2000. 535p.

DALAGER, P., Vapor-Liquid Equilibria of Binary Systems of Water with Methanol and Ethanol at Extreme Dilution of the Alcohols. **Journal of Chemical and Engineering Data**, vol. 14, nº. 3, julho, p. 298-301, 1969.

DEDINI. Membrana Sifitek™ Vaperma/Dedini. Disponível em <http://www.dedini.com.br>. Acessado em Agosto/2010.

DEDINI. Dedini fornece equipamento para produção de Eteno Verde. Disponível em <http://www.dedini.com.br>. Acessado em Agosto/2010.

FOUST, A. S. et al, **Princípio das Operações Unitárias**. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora, 1982. 670p.

GILLILAND, E. R., Estimation of the Number of Theoretical Plates as a Function of the Reflux Ratio. **Industrial and Engineering Chemistry**, vol. 32, nº 9, p. 1220-1223, 1940.

GILLILAND, E. R., **Elements of Fractional distillation**. New York: Ed. McGraw-Hill, 1950. 492p.

HENLEY, E. J., SEADER, J. D., **Equilibrium-Stage Separation Operation in Chemical Engineering**. New York: John Wiley & Sons, 1981. 742p.

HOFFMANN, R., **Análise do desempenho de uma micro-destilaria anexa para a região das encostas basáltica do Rio Grande do Sul**. Dissertação de Mestrado PPGEEMM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 1985.

HOLLAND, C. D., **Fundamentals of Multicomponent Distillation**. New York: Ed. McGraw-Hill, 1981. 626p.

HUMPHREY, J. L., SELBERT, A. F., New Horizons in Distillation. **Chemical Engineering**, Dezembro, p. 86-98, 1992.

JACQUES, K. A., LYONS, T. P., KELSALL, D. R., **The Alcohol Textbook**. Nottingham: Nottingham University Press, 4^o ed., 2003. 448p.

KASHANI, N., SIEGERT, M., SIRCH, T., A New Kind of Column Packing for Conventional and Reactive Distillation – The Sandwich Packing. **Chem. Eng. Technol.**, 28, n^o 5, p. 549-552, 2005.

KATAYAMA, T.; YOSHIDA, F.; Relationship between HETP and HTU. **Journal of Chemical Engineering of Japan**, vol. 1, n^o 1, p. 42-44, 1968.

KIRSCHBAUM, E., **Destilacion y Rectificacion**. Madri: Aguilar, S. A. de Ediciones, 1954, 454p.

KISTER, H. Z., **Distillation Design**. New York: Ed. McGraw-Hill, 1992. 710p.

KOLEV, N., **Packed Bed Columns**: For absorption, desorption, rectification and direct heat transfer. Amsterdam: Elsevier B.V., 2006. 708p.

KRELL, E., **Handbook of Laboratory Distillation**. Berlin: VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, 1982. 524p.

KUNESH, J. G., LAHM, L., YANAGI, T., Comercial Scale Experiments That Provide Insight on Packed Tower Distributors. **Ind. Eng. Chem. Res.**, 26, p.1845-1850, 1987.

LÉVÊQUE, J., ROUZINEAU, D., PRÉVOST, M., MEYER, M., Hydrodynamic and Mass Transfer Efficiency on Ceramic Foam Packing Applied to Distillation. **Chemical Engineering Science**, 64, p. 2607-2616, 2009.

MACKOWIAK, J., **Fluid Dynamics of Packed Columns** – Principles of the Fluid Dynamic Design of Columns for Gas/Liquid and Liquid/Liquid Systems. London: Springer Heidelberg Dordrecht, 2010. 355p.

Manual do Álcool. Rio de Janeiro: IBP/Comissão do Álcool, 1987. 218p.

MAYER, F. D., JAHN. S. L. SERAFINI, S. T.. **Avaliação da Viabilidade da Produção de Álcool a Partir de Cana-de-açúcar e Mandioca em Pequenas Unidades Camponesas de Produção: 1º Relatório Parcial**. Projeto nº 19979/UFSM. Santa Maria, janeiro, 2008.

MAYER, F. D., JAHN. S. L. SERAFINI, S. T., COLUSSO, G.. **Avaliação da Viabilidade da Produção de Álcool a Partir de Cana-de-açúcar e Mandioca em Pequenas Unidades Camponesas de Produção: 2º Relatório Parcial**. Projeto nº 19979/UFSM. Santa Maria, dezembro, 2008.

MCCABE, W. L., SMITH, J. C., **Unit Operations of Chemical Engineering**. Tokyo: McGraw-Hill, 3ª edição, 1993. 1028 p.

MICHEL, R., Informação Privada, 2010.

MONTAZER RAHMATI, M. M., REKABI ZADEH, D., AMOUEI, M., Suitability of Using Brass Ferrules as Packing in a Glass Distillation Column and Presenting a New Relationship between HETP and Pressure Drop. **Iran. J. Chem. Chem. Eng.**, 64, nº 2, p. 9-17, 2007.

ONDA, K.; TAKEUCHI, H.; OKUMOTO, Y., Mass Transfer Coefficients Between Gas and Liquid Phases in Packed Columns. **Journal of Chemical Engineering of Japan**, vol. 1, nº 1, p. 56-62, 1968.

ORLANDO JR et al, HETP Evaluation of Structured Packing Distillation Column. **Brazilian journal of Chemical Engineering**, vol. 26, Nº 03, p. 619-633, 2009.

PERRY, R. H., **Manual do Engenheiro Químico**. 7th ed. Nova York: McGraw-Hill, 1999.

RASOVSKY, E. M., **Álcool: Destilarias**. Rio de Janeiro: Coleção canavieira, nº12, 2ª ed., 1979. 384p.

RIBEIRO, O., Informação Privada, 2010.

RIEDER, R., THOMPSON, A. R., Vapor-Liquid Equilibria Measured by a Gillespie Still. **Industrial and Engineering Chemistry**, vol. 41, nº 12, p. 2905-2908, 1949.

RIO GRANDE DO SUL. SECRETARIA DE INDÚSTRIA E COMÉRCIO. Programa de Produção de Álcool. **Estudo de Viabilidade de Microdestilarias de álcool a partir de Cana-de-açúcar nas Escalas de Produção de 600, 1.200, 2.500, 5.000 e 5.000 (M) Litros/dia.** 1984. 133p.

ROUSSEAU, R. W. **Handbook of Separation Process Technology.** New York: John Wiley and Sons, 1987. 1024p.

RUKOVENA, F.; Properly Install Columns Internals. **Chemical Processing**, February, p. 19-25, 2007.

RUKOVENA, F.; CAI; T.; Achieve Good Packed Tower Efficiency. **Chemical Processing**, November, p. 22-31, 2008.

SELLA, A., Classic Kit: Vigreux's Column. **Chemistry World**, vol. 5, nº 4, abril, 2008.

SINNOTT, R. K., **Coulson & Richardson's Chemical Engineering.** Chemical Engineering Design, Vol. 6, 4th ed.. Oxford: Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005. 1056p.

TREYBAL, R. E., **Mass Transfer Operations.** Tokyo: Ed. McGraw-Hill 2^o edição, 1968. 717p.

TRAMBOUZE, P., **Petroleum Refining. Vol. 4. Materials and Equipment.** Paris: Edition TECHNIP, 1999. 754p.

VAN WINKLE, M., **Distillation.** New York: Ed. McGraw-Hill, 1967.684p.

WALAS, S. M., **Chemical Process Equipment: Selection and Design.** Butterworth-Heinemann, 1990. 782p.

WANKAT, P. C., **Equilibrium Staged Separations.** New Jersey: Ed. Prentice Hall, 1988. 707p.

WAUQUIER, J.-P., **Petroleum Refining. Vol. 2. Separation Processes.** Paris: Edition TECHNIP, 2000. 673p.

WELTY, J. R., WICKS, C. E., WILSON, R. E., **Fundamentals of Momentum, Heat, and Mass Transfer.** New Jersey: Hoboken, 2007, 5^o edição. 711p.

WEN, X., AFACAN, A., NANDAKUMAR, K., CHUANG, K. T., Geometry-Based Model for Predicting Mass Transfer in Packed Columns. **Ind. Eng. Chem. Res.**, 42, p. 5373-5382, 2003.

ZHANG, G. et al, Separation of Alcohol-Water Solutions by Distillation through Hollow Fibers. **Ind. Eng. Chem. Res.**, 46, p. 7820-7825, 2007.

GLOSSÁRIO

- a_i - área interfacial por volume de recheio ($m^2 \cdot m^{-3}$)
- a_p - área superficial específica ($m^2 \cdot m^{-3}$)
- A , B e C - constantes da equação de Antoine;
- $AEPT$ - altura equivalente ao um prato teórico (m);
- AUT - altura da unidade de transferência (m);
- E - eficiência de uma torre de pratos (%);
- G - Fluxo de gás ou vapor ($kg \cdot m^{-2} \cdot h^{-1}$);
- H_o - altura da unidade global de transferência (m);
- K_i - coeficiente de partição;
- k_x - coeficiente de transferência de massa para a fase líquida ($mol \cdot s^{-1} \cdot m^{-3}$)
- k_y - coeficiente de transferência de massa para a fase gasosa ($mol \cdot s^{-1} \cdot m^{-3}$)
- K'_x - coeficiente global de transferência de massa na fase líquida ($mol \cdot s^{-1} \cdot m^{-3}$);
- K'_y - coeficiente global de transferência de massa na fase vapor ($mol \cdot s^{-1} \cdot m^{-3}$);
- L - Vazão mássica na fase líquido (g/h);
- \bar{L} - Vazão molar na fase líquido (mol/h);
- m - ângulo da curva de equilíbrio
- n - número de estágios teóricos;
- n_R - número de estágios reais;
- N_o - número de unidades globais de transferência;
- NUT - número de unidades de transferência;
- P - pressão de vapor do componente puro;
- Q - carga (ou *load* ou *throughput* ou *boil-up rate*) ($cm^3 \cdot cm^{-2} \cdot h^{-1}$);
- R - razão de refluxo;
- S - Razão de esgotamento;
- S_i - área da seção reta da torre vazia (m^2)
- S_p - espaçamento entre os pratos;
- \bar{V} - Vazão molar da fase vapor (mol/s);

x - fração molar do componente transferível na fase líquida

\bar{y} - composição molar média da fase gasosa;

y^* - fração molar do componente transferível em equilíbrio com a fase líquida;

y - fração molar do componente transferível na fase vapor

y_i - fração molar do componente transferível na interface;

z - altura de recheio (m);

Letras Gregas

α - volatilidade relativa;

δ_R - dimensão característica do recheio (m);

ε - fração de vazios;

γ - coeficiente de atividade;

λ - fator de esgotamento;

Subscritos

e - base da torre;

s - topo da torre;

x - fase líquida;

y - fase vapor;

L - líquido;

V - vapor;

i - componente da mistura;

j - componente da mistura;

E - etanol;

A - água;

CL - componente chave leve;

CP - componente chave pesado;

Apêndice A - Balanço de Massa e de Energia para o sistema de destilação

Uma vez especificado o problema de destilação, é possível efetuar a determinação de certas variáveis desconhecidas através do cálculo do balanço de massa e energia considerando o destilador como volume de controle, conforme a Figura A.1.

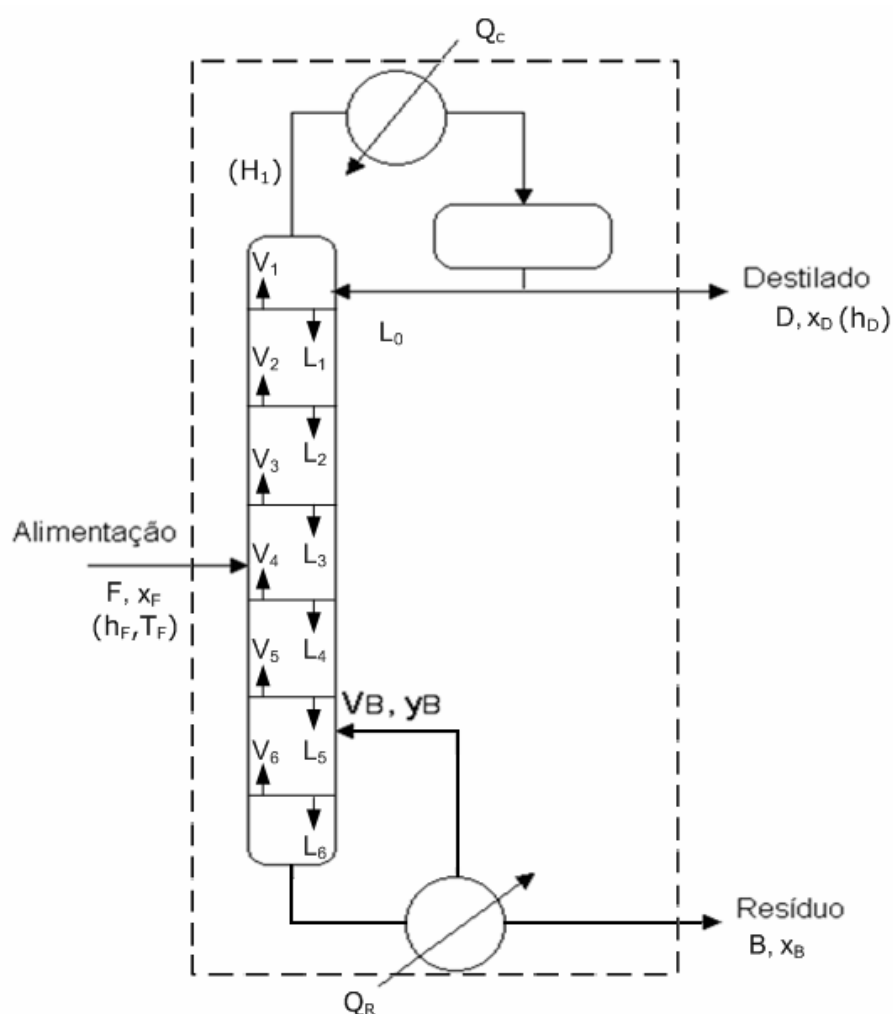


Figura A.1 – Coluna de destilação para sistema binário

Assume-se que a coluna é bem isolada e que pode ser considerada adiabática. Todas as trocas de calor ocorrem no condensador e no reator. A pressão da coluna é assumida como constante.

Para o dimensionamento de um equipamento de destilação, as características da corrente F - vazão, composição (x_F) e temperatura (T_F) - são conhecidas, assim como a concentração desejada para o destilado (x_D) e para o fundo (x_B).

A partir desses valores é possível determinar as vazões das correntes de destilado (D) e fundo (B) (Equações A.1 e A.2), e as cargas térmicas no condensador (Q_c) e no refeedor (Q_R).

$$F = B + D \quad (\text{A.1})$$

e

$$F.x_F = B.x_B + D.x_D \quad (\text{A.2})$$

O balanço de energia do volume de controle para o estado estacionário é calculado a partir da Equação A.3, considerando-se que o valor para Q_R é positivo e para Q_C negativo. As entalpias podem ser obtidas a partir de diagramas entalpia-composição ou a partir da capacidade térmica ou do calor latente de vaporização.

$$F.h_F + Q_c + Q_R = B.h_B + D.h_D \quad (\text{A.3})$$

O valor de Q_c é calculado a partir de uma análise para o condensador. Sendo que a condensação é total, o condensador muda a fase da corrente de vapor que entra (V_1) não afetando sua composição. Assim, o balanço de massa fica

$$V_1 = L_0 + D \quad (\text{A.4})$$

Em uma coluna de destilação, as fases vapor e líquido fluem de maneira contracorrente dentro da zona de transferência de massa. A coluna preenchida com pratos ou recheio tem seu desempenho aumentado a partir do retorno de uma parte da corrente de topo à coluna, como líquido de refluxo (L_0). A razão de refluxo (R) é definida como a relação entre L_0 e o produto de topo (D), conforme a Equação A.5.

$$R = \frac{L_0}{D} \quad (\text{A.5})$$

Onde,

R - Razão de refluxo (adimensional);

L_0 - Vazão mássica de líquido de refluxo que retorna à coluna (massa/tempo);

Substituindo-se (A.5) em (A.4), tem-se

$$V_1 = \left(1 + \frac{L_0}{D}\right)D \quad (\text{A.6})$$

O balanço de energia para o condensador é executado considerando-se o topo do destilador, resultando em

$$V_1 \cdot H_1 + Q_c = L_0 \cdot h_0 + D \cdot h_D \quad (\text{A.7})$$

Sabendo-se que $h_0 = h_D$, pode-se rearranjar os termos da Equação A.7, obtendo-se

$$Q_c = V_1(h_D - H_1) \quad (\text{A.8})$$

A substituição de (A.8) em (A.3), resulta na determinação da carga térmica do refeedor (Equação A.9) a partir das considerações estabelecidas na análise.

$$Q_R = B \cdot h_B + D \cdot h_D - F \cdot h_F + \left(1 + \frac{L_0}{D}\right)D(H_1 - h_D) \quad (\text{A.9})$$

Apêndice B – Correlações entre densidade e graduação alcoólica de misturas hidroalcoólicas

A partir dos dados de teor alcoólico fornecidos no Manual do Álcool (1987) foi possível obter a correlação entre a densidade da amostra (d), medida a 20°C, e a graduação alcoólica (% massa), conforme a equação A.10.

$$\%massa = -364,0.d + 387,8 \quad (A.10)$$
$$(R^2 = 0,9999)$$

Apêndice C – Composição azeotrópica de mistura etanol-água

Tabela 1 – Composição azeotrópicas de mistura etanol-água

Temperatura de ebulição da mistura (°C)	Concentração			Temperatura de ebulição do etanol puro (°C)	Referência
	% massa	% mol	% volume ^a		
78,20	95,00	90,00	96,79	78,3	1
78,20	96,45 ^b	92,23 ^c	97,75	-	2
-	96,27 ^b	91,00	97,65	-	3
-	95,58 ^b	89,43	97,18	-	4
-	95,83 ^b	90,00	97,34	-	5
78,15	96,57	91,68	97,83	-	6
77,65	95,45	89,15	97,09	77,8	7
78,15	97,84 ^b	95,00	98,66	78,3	8
-	95,51	89,27	97,14	-	9 ^d
78,15	95,57	89,41	97,17	78,3	11

^aConversão a 15°C;

^bValores calculados;

^cMaior concentração de etanol no vapor para a temperatura de ebulição considerada;

^d Concentração do azeótropo igual a 194° proof, convertido para os valores da Tabela com base no Manual do Álcool (1987);

Referências: 1) Rieder (1949); 2) Dalager (1969); 3) Beeb Jr. (1942); 4) Carey (1932); 5) Altsheler (1951); 6) Coulson (1958); 7) Bosnjakovic (1935) apud Perry (1999); 8) Kirschbaum (1954); 9) Jacques (2003); 10) Simmonds (1919);

ANEXO A – Especificações para comercialização de álcool combustível

As especificações para comercialização do Álcool Etílico Hidratado Combustível (AEHC) e do Álcool Etílico Anidro Combustível (AEAC) foram estabelecidas pela Resolução ANP nº36, de 06 de dezembro de 2005, publicadas no Diário Oficial da União no dia 07 de dezembro de 2005.

Essas especificações estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Especificações do AEHC.

CARACTERÍSTICA	UNIDADE	ESPECIFICAÇÕES AEHC
Aspecto	-	(1)
Cor	-	(2)
Acidez total (como ácido acético), máx.	mg/L	30
Condutividade elétrica, máx.	µS/m	500
Massa específica a 20°C	Kg/m ³	807,6 a 811,0 (3)
Teor alcoólico	°INPM	92,6 a 93,8 (3)
Potencial hidrogeniônico (pH)	-	6,0 a 8,0
Resíduo por evaporação, máx. (4)	mg/100mL	5
Teor de hidrocarbonetos, máx. (4)	%vol.	3,0
Íon Cloreto, máx. (4)	mg/kg	1
Teor de etanol, mín. (5)	%vol.	95,1
Íon sulfato, máx. (6)	mg/kg	4
Ferro, máx. (6)	mg/kg	5
Sódio, máx. (6)	mg/kg	2
Cobre, máx. (6)	mg/kg	-

(1) Límpido e isento de impurezas.

(2) Incolor.

(3) Aplicam-se na Importação, Distribuição e Revenda os seguintes limites para massa específica e teor alcoólico do AEHC: 805,0 a 811,0 e 92,6 a 94,7 respectivamente.

(4) Limite requerido na Importação, Distribuição e Revenda, não sendo exigida esta análise para emissão do Certificado da Qualidade pelos Produtores.

(5) Requerido quando o álcool não for produzido por via fermentativa a partir da cana-de-açúcar ou em caso de dúvida quando da possibilidade de contaminação por outros tipos de álcool.

(6) O produtor deverá transcrever no Certificado da Qualidade o resultado obtido na última determinação quinzenal, conforme previsto no § 1º do Art.5º da presente Resolução.

Fonte: Resolução ANP nº36 (2005).

É importante ressaltar que o teor alcoólico expresso em °INPM representa a quantidade, em gramas, de álcool absoluto contida em 100 gramas de mistura hidroalcoólica. (MANUAL DO ÁLCOOL, 1987). Expresso de forma fracionária, °INPM é igual a fração mássica (% massa). A Tabela 2 informa os valores correspondentes às frações relacionadas em diferentes bases.

Tabela 2 – Limites do teor alcoólico estabelecidos pela Resolução ANP nº 36, em diferentes bases.

Teor alcoólico	% em massa	% mol	% volume ^a
Mínimo	92,60	83,04	95,12
Máximo	93,80	85,55	95,96

^aConversão a 15°C;

Fonte: Valores calculador pelo autor.

ANEXO B - Dados de equilíbrio

Tabela 1 - dados de equilíbrio de mistura etanol-água

$$P = 760\text{mmHg} = 1,0332\text{atm}$$

Líquido % mol (% massa) de etanol	Temperatura de ebulição (% massa)	Vapor	
	(°C)	% mol de etanol	% massa de etanol
0	100,00	0,00	0,00
1	98,90	10,00	6,50
3	96,75	24,80	20,50
5	94,95	32,20	38,00
10	91,45	43,70	52,00
15	88,45	50,10	59,50
20	87,15	53,20	64,80
25	85,75	55,40	68,60
30	84,65	57,50	71,40
35	83,75	59,40	73,30
40	83,10	61,40	74,70
45	82,45	63,20	75,90
50	81,90	65,20	77,10
55	81,45	67,60	78,20
60	81,00	70,30	79,40
65	80,60	72,60	80,70
70	80,20	75,40	82,20
75	79,80	78,60	83,90
80	79,35	82,08	85,90
85	78,95	85,82	88,30
90	78,50	89,84 ¹	91,30
95	78,15	94,66	95,04
97	78,20	96,81	96,86
99	78,25	98,95	98,93
100	78,30	100,00	100,00

¹Concentração do líquido 87% mol.
Fonte: Kirschbaum (1954)