



INFLUÊNCIA DA TAXA DE REFLUXO NO PROCESSO DE DESTILAÇÃO PARA OBTENÇÃO DE ETANOL HIDRATADO¹

Lara Talita Schneider², Gabriela Bonassa³, Valdir Guerini⁴, César Augusto Boruszewsky⁵, Joel Gustavo Teleken⁶

¹ Aceito para publicação, 2º trimestre de 2013.

² Acadêmica do curso de graduação de Tecnologia em Biocombustíveis pela UFPR – Setor Palotina.

³ Acadêmica do curso de graduação de Tecnologia em Biocombustíveis pela UFPR – Setor Palotina.

⁴ Acadêmico do curso de graduação de Tecnologia em Biocombustíveis pela UFPR – Setor Palotina.

⁵ Acadêmico do curso de graduação de Tecnologia em Biocombustíveis pela UFPR – Setor Palotina.

⁶ Docente da Universidade Federal do Paraná – Setor Palotina.

Palavras-chave: Bioetanol, destilação, refluxo, biocombustíveis.

Resumo

A destilação é um processo de separação de líquidos através da diferença do grau de volatilidade dos mesmos. Foram avaliados três processos de destilação simples, que se baseia na purificação de misturas homogêneas e em batelada, com o objetivo de analisar a influência das condições de refluxo, que foram alteradas em cada um dos experimentos.

Os experimentos foram realizados em três condições de refluxo, uma porcentagem alcoólica inicial de 8% (V/V), e as demais variáveis do processo foram mantidas nas mesmas condições, para que somente o refluxo pudesse interferir nas variáveis respostas, que são: vazão do destilado, volume de álcool 92% e tempo da destilação, e assim avaliar sua real influência.

A pressão do refeedor foi mantida em 0,7 Kgf/cm², a válvula do condensador completamente aberta e a válvula do deflegmador apenas 2/4 aberta. Monitorou-se as variações das temperaturas do condensador, alambique, destilador e deflegmador, para que se avaliasse a conectividade da alteração dessas com a produção alcoólica.

Após a análise dos 3 testes realizados determinou-se o teste 1, de taxa de refluxo $\frac{3}{4}$ como o mais vantajoso em relação a maior quantidade de produto desejado em menor tempo, com um menor gasto energético.

Introdução

A separação de produtos é uma parte essencial da grande maioria dos processos químicos industriais, e a destilação é a técnica de separação mais largamente utilizada para separar componentes de uma mistura que apresentam diferentes graus de volatilidade. O propósito de um equipamento utilizado em uma operação de contato gás/líquido (coluna de destilação) é promover um íntimo contato entre as duas fases fluidas, permitindo a difusão interfacial de seus constituintes, levando à separação e purificação desejada [1,2].

As colunas de destilação são compostas por gomos cilíndricos superpostos com separações transversais, chamados de pratos. Esses pratos formam uma série de aparelhos de destilação simples. O líquido percorre a coluna de um prato para outro através de canais de descida em direção à base da coluna, enquanto que o vapor sobe borbulhando através do líquido. O vapor flui ascendentemente prato a prato devido a pressão ser menor na parte superior da coluna. O líquido deve fluir contra esse gradiente de pressão positiva, uma vez que é mais denso que a fase vapor. A coluna de destilação possui um refeedor em sua base que é responsável por produzir o vapor que sobe ao condensador, que condensam os vapores que chegarão ao topo da coluna. Este líquido segue para um acumulador onde parte retorna para o topo da coluna como refluxo e o restante é retirado como produto de topo [3,4].

O desenvolvimento da destilação é influenciado por determinadas condições chamadas de variáveis reais, pois o processo é dependente dos valores destas. Dentre as variáveis reais, se tem: razão de refluxo, pressão e porcentagem alcoólica inicial da mistura a ser destilada.

- % Etanol - A porcentagem inicial de álcool na mistura a ser destilada.

- Pressão - A pressão da coluna tem um efeito direto na volatilidade relativa dos componentes chaves. Assim, mudanças na pressão podem afetar significativamente a composição do produto. Um controle apropriado deverá manter a pressão da coluna próxima ao valor de projeto, tolerando apenas pequenas variações na amplitude de variação [5].

- Refluxo - Razão entre a vazão de líquido pela razão de vapor da respectiva sessão. Quanto mais líquido descer na torre por unidade de massa de vapor que sobe, tanto melhor será a separação, pois a finalidade é reter os compostos mais pesados (menos voláteis) contidos nos vapores, purificando o álcool [6].

Para analisar a influencia de cada uma dessas variáveis e obter um processo mais vantajoso em relação a gasto energético e maior quantidade de álcool produzida é que as

condições destas são alteradas a cada experimento. Neste caso, diferentes condições de refluxo foram testadas.

De acordo com essa alteração os processos são realizados e há o monitoramento das temperaturas do aparelho de destilação: temperaturas do condensador, alambique, destilador e deflegmador, para que o comportamento dessas seja avaliado. A partir de cada experimento, são obtidas as variáveis respostas: tempo de start-up, volume de etanol, vazão de produto de topo em (L/h) e °GL do destilado.

•Start-up - Conhecido como “Startup” ou “Partida”, este é o período gasto do estado inicial do processo até o estado estacionário, onde o produto de interesse começa a ser obtido. Dependendo das características construtivas e operacionais, a partida de uma coluna de destilação pode apresentar um elevado período de transição até que atinja o estado estacionário [10]. A implementação de um procedimento adequado à partida da coluna de destilação permite maior rapidez no alcance do estado estacionário e conseqüentemente, minimizará a produção de produtos fora da especificação, reduzindo gastos e melhorando a operação da unidade [7].

•Vazão - Em Litros por hora é calculada apenas quando o teor alcoólico do produto retirado alcança uma graduação de 92°GL, através da equação 1, Cálculo de vazão:

$$\text{Vazão (L/h)} = \frac{V}{T}$$

(Equação 1)

No qual:

V= Volume

T= Tempo

O rápido alcance do estado estacionário desejado, conforme a especificação do produto exigido, minimiza o tempo necessário para este tipo de processo não-produtivo, além de reduzir os gastos de energia e matéria prima, como também a quantidade dos produtos intermediários [8].

Colunas de destilação requerem um sistema de controle ajustados para rejeitar rapidamente perturbações em virtude dos volumes processados. O processo envolve princípios fenomenológicos similares que lhes conferem características não lineares que associados ao acoplamento das variáveis e a falta de alimentação contínua no equipamento em

batelada, torna os perfis de temperatura e composição instantâneos ao longo da coluna, exigindo sistemas de controle substancialmente diferentes [1].

Busca-se a otimização do mesmo com a criação de métodos operacionais que possam controlar as variáveis que durante o processo não se mantém linear, prejudicando a obtenção de maiores eficiências [5].

MÉTODOLOGIA

A criação de sistemas operacionais requer o controle de fatores e variáveis de influencia. O primeiro passo é saber quais das variáveis do processo se deseja manter em um ponto de operação constante, e quais podem ser ajustadas dentro de uma faixa [7].

Os fatores controlados nos experimentos realizados foram: Taxa de refluxo, % alcoólica e pressão, de acordo com os valores mostrados na Tabela 1, planejamento dos experimentos, onde pode-se observar que apenas o valor de refluxo foi alterado, portanto, buscou-se analisar a influencia deste durante os processos.

Tabela 1: Planejamento dos experimentos.

Fatores	Teste 1	Teste 2	Teste 3
Refluxo	$\frac{3}{4}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{4}$
% alcoólica	8	8	8
Pressão	0,7	0,7	0,7

- % alcoólica

Inicialmente a mistura a ser destilada (álcool/água) é preparada no alambique com um total de aproximadamente 300 Litros. Mede-se a porcentagem alcoólica da mistura, que neste caso tem que ser de 8°GL (V/V), utilizando um alcoômetro centesimal de Gay Lussac.

O alcoômetro centesimal de Gay Lussac consiste num dispositivo para a determinação do grau alcoólico. Constituído por um corpo cilíndrico de vidro oco, com um pequeno apêndice inferior cheio de chumbo ou mercúrio que serve de lastro para manter o alcoômetro sempre na posição vertical durante a flutuação. Na parte superior há uma haste também de vidro, na qual se vê a escala que indica o grau alcoólico da mistura, medido em °GL segundo o ponto a que nela chega a afloração [3].

- Pressão

Após o aquecimento da caldeira, quando esta atinge aproximadamente 5 Kgf/cm² de vapor, abre-se a válvula que permite a chegada do vapor para a estrutura de destilação. Entretanto, antes disso controla-se a válvula interna de pressão, para que atinja somente os 0,7

Kgf/cm², que é a quantidade de pressão que os processos testados exigem. É importante que este valor seja constante do início até o final do processo.

As mudanças de pressão no interior da coluna de destilação devem ser suaves. A súbita diminuição da pressão provoca uma brusca vaporização do líquido nos pratos, e o aumento da vazão de vapor com possível formação excessiva de espuma. O aumento repentino da pressão provoca condensação do vapor e a diminuição da vazão de vapor, podendo causar a passagem de líquido [5]

- Refluxo

O controle de composição de topo é feito também através da manipulação da razão de refluxo [1]. O refulvedor produz os vapores que sobem pela coluna, ascendentemente prato a prato. Dos vapores que chegam e passam pelo condensador, parte retorna para o topo da coluna como refluxo e o restante é retirado como produto de topo [5]. Quanto maior a razão de refluxo, maior a purificação.

A alteração do refluxo é feita na válvula do painel interno da estrutura de destilação. As taxas de refluxo utilizadas foram: $\frac{3}{4}$ - $\frac{1}{2}$ - $\frac{1}{4}$, objetivando avaliar a influência deste nos processos.

Também são monitoradas ao longo do experimento as seguintes temperaturas:

- Temperatura do condensador;
- Temperatura do deflagmador;
- Temperatura do alambique;
- Temperatura do destilador.

Obtidas através do painel interno do sistema de destilação e monitoradas a cada 2 minutos. A partir desses dados geram-se perfis de temperatura utilizados para avaliar o comportamento do sistema para cada experimento.

Durante os três experimentos a válvula do condensador permaneceu completamente aberta, e a do deflegmador apenas $\frac{2}{4}$ aberta.

Resultados e Discussões

Seguindo os fatores expostos na Tabela 1, realizaram-se três testes. O número 1 com uma % alcoólica inicial de 8°GL, taxa de refluxo de $\frac{3}{4}$ e pressão 0,7 Kgf/cm²., e os demais

com as mesmas condições, apenas a variação da taxa de refluxo, o qual foi de $\frac{1}{2}$ para o teste número 2, e $\frac{1}{4}$ para o teste número 3.

Pode –se observar na Tabela 2 as variáveis respostas de cada um dos processos realizados:

Tabela 2: Variáveis respostas dos testes.

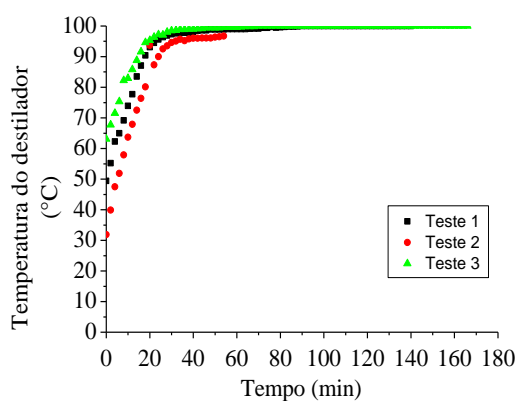
Teste	Tempo (min)	Start-up (min)	V Etanol (L)	Q (L/h)	°GL
1	140 min	44 min	14 Litros	18,94 L/h	92°GL
2	54 min	32 min	*	*	*
3	175 min	44 min	16 Litros	12,71 L/h	92°GL

* não atingiu °GL considerável para a análise.

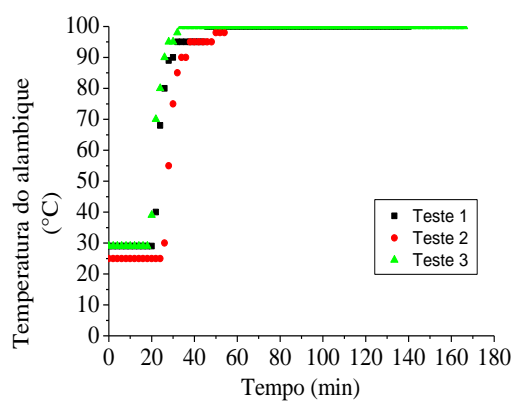
O cálculo da vazão é feito apenas quando álcool com graduação alcoólica maior que 92°GL é produzido, o que não ocorreu durante o teste 2 onde apenas álcool abaixo de 88°GL foi retirado como produto de topo. Portanto, não se tem o resultado de volume de etanol e vazão. De acordo com isso, podemos afirmar que o teste 2 não é o mais vantajoso em relação a obtenção do produto desejado.

Durante os três processos houve o monitoramento das temperaturas do equipamento de destilação, com o objetivo de analisar a influência destas e relacionar com a composição e vazão do produto de topo.

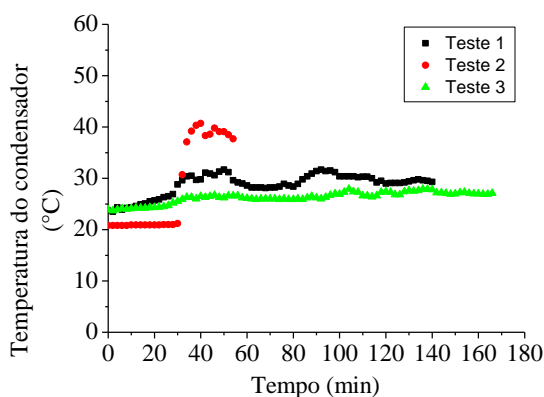
Os perfis de temperaturas podem ser observados na Figura 1:



(1.a)



(1.b)



(1.c)

Figura 1: (1.a): Perfil das temperaturas do destilador (1.b): Perfil das temperaturas do alambique (1.c): Perfil das temperaturas do condensador.

Observa-se na Figura (1.a) que as temperaturas do destilador seguiram o mesmo comportamento nos testes 1, 2 e 3, aumentando gradativamente até atingir 100 °C e mantendo esta estabilidade até o fim do processo. O mesmo padrão de aquecimento e temperatura atingida se manteve nos três processos para a temperatura do alambique, observada na Figura (1.b).

Já nos perfis de temperatura do condensador, exposto na Figura (1.c), observa-se uma grande diferença entre o comportamento destes perfis do teste 2 para o teste 1 e 3, o que explica a baixa graduação alcoólica do produto obtido neste teste.

A temperatura de bolha é a fração mássica da água multiplicada pelo valor de seu ponto de ebulição (100 °C), somado com a fração mássica do álcool multiplicado pelo valor do seu ponto de ebulição (78 °C). Portanto, quanto maior a fração mássica da água na mistura líquida a ser destilada maior a temperatura de bolha, e maior a quantidade de vapor que passa direto para o condensador.

Quando o líquido já não possui graduação alcoólica elevada, ou seja, uma alta temperatura de bolha, maior composição em água na fase vapor chega até o condensador, devido a menor taxa de refluxo interna que é produzida pelo deflegmador. Ao chegar ao condensador, acontece uma maior troca de calor entre o vapor e a água de resfriamento que passa pelo condensador, o que resulta no aumento da temperatura do condensador.

O deflegmador força um refluxo interno, que ajuda a enriquecer o teor alcoólico da fase vapor que ascende pela coluna. Para que haja esse refluxo interno a temperatura de bolha da mistura precisa estar acima da temperatura do deflegmador, caso isso não ocorra, o vapor

passa direto pelo deflegmador, pois o álcool não condensa em uma temperatura maior que 78 °C.

Nas Figuras 2,3 e 4 observam-se perfis da graduação alcoólica do produto de topo (°GL) e da temperatura do deflegmador durante os três testes:

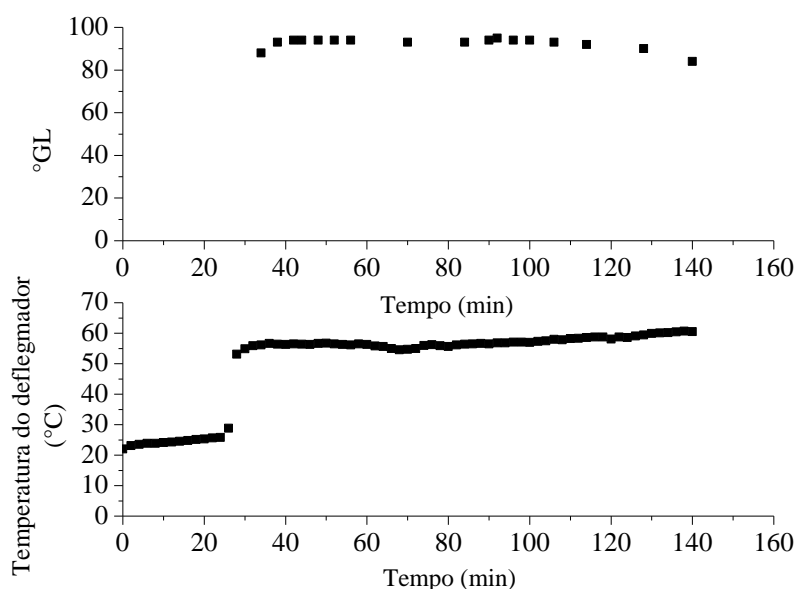


Figura 2: Perfil do grau de pureza do produto de topo (°GL) e perfil de temperatura do deflegmador durante o teste 1.

A função do deflegmador é produzir um refluxo interno que enriquece a graduação alcoólica no produto de topo. Quando os perfis de temperatura do deflegmador se mantem em uma temperatura menor que a temperatura do ponto de bolha, este consegue “segurar” o vapor que chega até ele, produzir um refluxo interno e fazer com que o vapor suba ao condensador com alta graduação alcoólica. Ao relacionarmos os gráficos da Figura 2, observa-se a retirada do produto com graduação alcoólica de interesse, e a estabilidade da temperatura do deflegmador durante essa retirada.

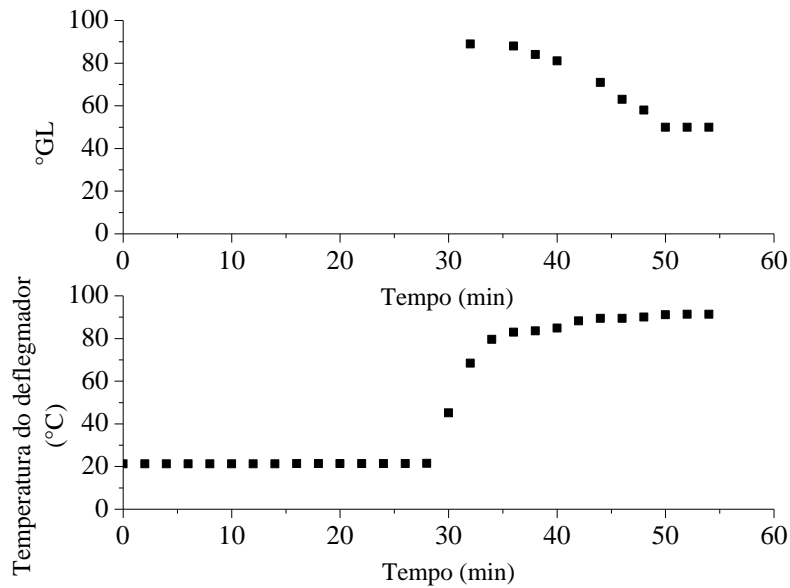


Figura 3: Perfil de pureza do produto de topo (°GL) e perfil de temperatura do deflegmador durante o teste 2.

Na Figura 3, observa-se que a temperatura do deflegmador durante o teste 2 chegou a 92 °C. Essa temperatura é maior do que a temperatura de bolha da mistura, portanto, a deflegmador não impede a passagem de todo o vapor diretamente para o condensador. Sendo assim, não houve enriquecimento do líquido, uma baixa graduação alcoólica do produto retirado.

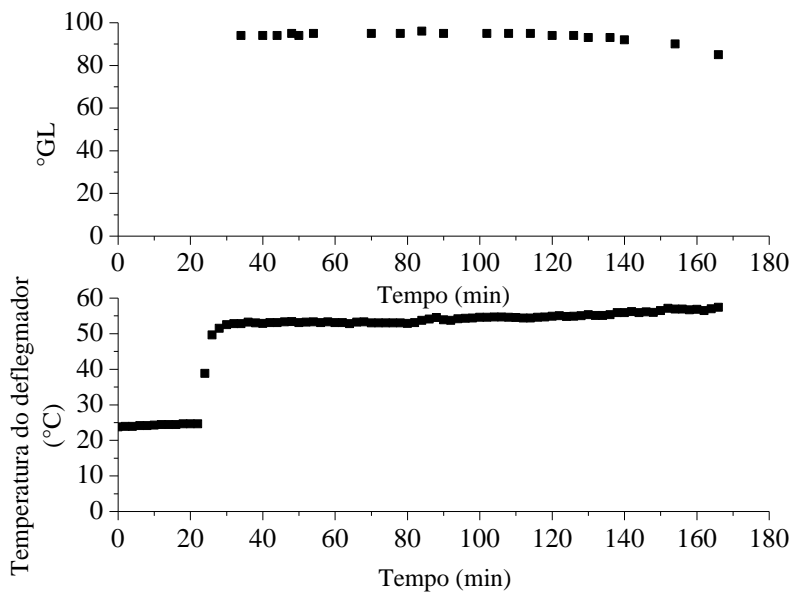


Figura 4: Perfil de pureza do produto de topo (°GL) e perfil de temperatura do deflegmador durante o teste 3.

Na Figura 4, observa-se o comportamento da temperatura do deflegmador durante o teste 3. Como no teste 1, a temperatura se manteve abaixo de 60 ° C, menor que o ponto de bolha da mistura, resultando na formação de produto de graduação alcoólica elevada.

Analisando esses resultados percebe-se a influência da temperatura do deflegmador durante os processos.

Conclusão

Valores apresentados durante o teste 2 nos mostram que as condições operacionais testadas neste não são as de maior eficiência durante o processo de destilação, não fornecendo o produto de interesse.

O teste 1, feito com taxa de refluxo de $\frac{3}{4}$ comprovou a influencia deste durante o processo, onde quanto maior a taxa de refluxo, maior a purificação do etanol, avaliar o tempo de start-up, volume de bioetanol produzido e o gasto energético.

Os testes 1 e 3 apresentaram valores muito parecidos de volume de produto, 14 litros de bioetanol retirados durante o teste 1, e 16 litros durante o teste 3, entretanto, em tempos deferentes. Encerrou-se o teste 3 com 25 minutos a mais do que o teste 1.

Sendo assim, o que tem de ser avaliado é o gasto energético para a retirada de apenas mais dois litros de etanol em 25 minutos.

Referências Bibliográficas

1. FILETI, A. M. F. Controle em destilação batelada: controle adaptativo e controle preditivo com modelo baseado em redes neurais artificiais. 1995. 216 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) Universidade Estadual de Campinas, Campinas. 1995.
2. GOUVÊA, P. E. M. Simulação e análise de configurações alternativas de colunas de destilação: meta e para-destilação. 1999. 150 f. Tese (Mestrado em Engenharia Química) Universidade Estadual de Campinas, Campinas. 1999.
3. JUNIOR, M. S. J. R. Obtenção de álcool etílico hidratado, com graduação alcoólica para uso automotivo: validação de um processo em batelada. 2010. p 146. Tese (Pós-graduação em Engenharia de processos). Universidade Federal de Santa Maria. Santa Maria- RS. 2010.
4. SOARES, C. Avaliação Experimental dos Coeficientes de Transferência de Massa e Calor em uma Coluna com Pratos Perfurados. Dissertação. (Mestrado em Engenharia Química) Faculdade de Engenharia Química – Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP. Campinas, 2000.
5. WERLE, L. O. Minimização dos transientes através de aquecimento distribuído em uma coluna de destilação. 2007. 167 f. Tese (Pós-graduação em Engenharia Química) Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2007.
6. CADORE, I. R. Eficiência de torres de destilação. 2011. 46 f. Tese (Graduação em Engenharia Química) Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2011.
7. STEINMACHERI, F. R; MARANGONI, C; MACHADO, R.A. F; ARAUJO, H. H. Implementação de uma Estratégia de Controle com Ação Distribuída em uma coluna de Destilação. Florianópolis, SC. P 04. 2005.
8. SCHRÖDER, A. Controle Ótimo no Tempo de Colunas de Destilação. Tese. (Doutorado em Engenharia Química). Faculdade de Engenharia Química da Universidade Estadual de UNICAMP. Campinas, 1999.