

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO RIO  
GRANDE DO SUL - CAMPUS FELIZ

**KELLY FREIBERGER**

**ADAPTAÇÃO E AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DE UMA COLUNA DE  
DESTILAÇÃO DE BANCADA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao curso de  
bacharelado em Engenharia Química.

Orientador: Dr. Matheus Felipe Pedrotti

FELIZ

2022

**KELLY FREIBERGER**

**ADAPTAÇÃO E AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DE UMA COLUNA DE  
DESTILAÇÃO DE BANCADA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao curso de bacharelado em Engenharia Química do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharela em Engenharia Química.

**BANCA EXAMINADORA**

Prof. Ma. Flávia Dagostim Minatto

Prof. Dra. Niceia Chies da Fre

**ORIENTADOR**

Prof. Dr. Matheus Felipe Pedrotti

Feliz, 12 de julho de 2022.

## **AGRADECIMENTOS**

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul, Campus Feliz, pela oportunidade de desenvolver este trabalho.

Ao Prof. Dr. Matheus Felipe Pedrotti, pela disponibilidade, paciência, criatividade e pelo incentivo durante a elaboração deste projeto.

Às professoras participantes da banca examinadora, Nicéia Chies da Fre e Flávia Dagostim Minatto, pelas sugestões de melhora do trabalho.

À Prof. Dra. Alessandra Smaniotto, pelo auxílio na etapa inicial deste projeto.

Ao Felipe, por todo amor, companheirismo e suporte emocional prestados durante a execução deste trabalho.

Aos meus parceiros de trabalho e à minha família, pela amizade e apoio prestados.

## RESUMO

A destilação é um processo clássico da Engenharia Química, que envolve a separação dos componentes de uma mistura líquida homogênea. Existem parâmetros fundamentais de operação e projeto da coluna de destilação, como a quantidade de estágios na torre, a razão de refluxo de operação e a energia fornecida ao sistema. O refluxo é diretamente proporcional a pureza, sendo assim, quanto maior for a sua razão, ou seja, a vazão que retorna para a coluna de destilação, maior é a separação dos componentes, com o enriquecimento do componente mais volátil no destilado, em consequência disso, o volume de destilado é reduzido. Neste trabalho foi realizada a destilação da mistura azeotrópica entre etanol e água utilizando uma coluna de destilação existente no Laboratório de Engenharia Química do IFRS - Campus Feliz, para isso, foi necessário a modificação da coluna para permitir a variação e controle da razão de refluxo baseado no uso de uma válvula solenoide, um controlador lógico programável e uma bomba peristáltica. Após, foi avaliado o efeito da potência no refeedor e da razão de refluxo na pureza e vazão do destilado. Foi observado que o aumento da potência resultou em um aumento na vazão de topo, e que ainda, o aumento da razão de refluxo foi responsável pelo aumento na pureza do destilado, em consequência disso a vazão de destilado reduziu. Com base nos resultados, pode-se concluir que após a modificação da coluna foi possível controlar e ajustar a razão de refluxo, além de que foi possível determinar que a potência igual a 170 W e o refluxo de 0,1 resultaram na maior produtividade de etanol por unidade de energia consumida.

**Palavras-chave:** Coluna de destilação. Razão de refluxo. Equipamento didático.

## ABSTRACT

The distillation is a classical Chemical Engineering process, this process involves the separation of components of a homogeneous liquid mixture. There are fundamental parameters of operation and project distillation column, such as the number of stages in the column, the reflux ratio of operation and the energy supplied to the system. The reflux is directly proportional to the distillate purity, the greater is ratio, the greater the purity of the distillate. As a result, the distillate volume is reduced. In this work, the distillation of the azeotropic mixture between ethanol and water was carried out using a distillation column existing at the Chemical Engineering Laboratory of IFRS - Campus Feliz. The column was modified to allow the variation and control of the reflux rate based on the use of a solenoid valve, a programmable logic controller and a peristaltic pump. After that, the effect of the power in the reboiler and the reflux ratio on the purity and flow rate of the distillate was evaluated. It was observed that the increase in power resulted in an increase in the column overhead flow rate, and that the increase in the reflux ratio was responsible for the increase in the distillate purity, as a result of a lower distillate flow rate. Based on the results, it can be concluded that after the modification of the column it was possible to control and adjust the reflux ratio. In addition to that, it was possible to determine that the power equal to 170 W and the reflux of 0.1 resulted in the highest productivity of ethanol per unit of energy consumed.

**Keywords:** Distillation column. Reflux ratio. Educational equipment.

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	6
2	OBJETIVOS .....	8
2.1	OBJETIVO GERAL.....	8
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	8
3	REVISÃO DA LITERATURA.....	9
3.1	EQUILÍBRIO LÍQUIDO-VAPOR.....	9
3.1.1	PRESSÃO DE VAPOR.....	10
3.1.2	SOLUÇÕES IDEAIS E NÃO IDEAIS .....	11
3.1.3	VOLATILIDADE RELATIVA.....	12
3.1.4	EQUILÍBRIO LÍQUIDO-VAPOR PARA SISTEMAS BINÁRIOS.....	12
3.2	DESTILAÇÃO .....	13
3.2.1	DESTILAÇÃO FRACIONADA.....	15
3.2.1.1	PRATOS E RECHEIOS .....	17
3.2.1.2	NÚMERO DE ESTÁGIOS E RAZÃO DE REFLUXO .....	19
3.3	MISTURA ETANOL-ÁGUA .....	20
4	MATERIAIS E MÉTODOS .....	23
4.1	MATERIAIS E EQUIPAMENTOS .....	23
4.2	MÉTODOS .....	25
4.2.1	PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO DE ETANOL E ÁGUA .....	25
4.2.2	OPERAÇÃO DA COLUNA.....	25
4.2.3	AVALIAÇÃO DO EFEITO DA POTÊNCIA E RAZÃO DE REFLUXO .....	26
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	27
5.1	ADAPTAÇÃO E MODIFICAÇÃO DA COLUNA DE DESTILAÇÃO .....	27
5.2	AVALIAÇÃO DO EFEITO DA POTÊNCIA .....	34
5.3	AVALIAÇÃO DO EFEITO DA RAZÃO DE REFLUXO.....	36
6	CONCLUSÕES.....	43
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	44

## 1 INTRODUÇÃO

A destilação é uma operação unitária amplamente utilizada na indústria petroquímica, alimentícia, farmacêutica, em laboratórios de pesquisa, diferindo de tamanho e geometria, podendo ser fracionada ou simples. A separação dos componentes se dá pela diferença de volatilidade entre eles, onde o vapor gerado entra em contato com o líquido, resultando em uma transferência de calor e massa. A destilação simples é indicada quando os componentes da mistura possuem pontos de ebulição bem distintos, conforme a temperatura de ebulição entre os componentes se aproxima é preferível uma destilação fracionada (PESSOA, 2020).

Os processos de produção através da destilação podem ser classificados em dois tipos, sendo em batelada ou contínuo. Através do processo em batelada, ou em partes, é obtido uma quantidade definida de produtos, sendo definidos a partir da matéria prima utilizada, neste caso as concentrações variam ao longo do tempo. Este é um processo indicado para quando se deseja pequenas vazões de produto. O processo de destilação contínua ou estado estacionário, praticamente não ocorre variação de composição de produtos ou vazões ao longo do tempo e é bastante utilizado quando se deseja altas vazões de produtos (MATOS, 2015).

Um sistema para destilação é composto basicamente de uma coluna, por onde o vapor mais volátil ascenderá, podendo possuir fracionamentos em seu interior, além de uma fonte de aquecimento, um frasco de destilação, onde é inserida a mistura de líquidos ou de sólidos dissolvidos em solvente, um trocador de calor, responsável pela condensação do vapor mais volátil que ascende a coluna e um coletor de destilado (BARBOSA, 2015). A coluna de fracionamento possui em seu interior múltiplos estágios, criando zonas de equilíbrio líquido-vapor em cada um deles, promovendo o enriquecimento do componente mais volátil na fase vapor, diferente de uma destilação simples, que não possui esses estágios (FOUST, 2015).

Cada coluna é projetada de maneira a promover o maior contato entre as fases líquida e vapor, para isso é fundamental determinar o número mínimo de estágios da coluna de fracionamento, outra condição, não menos importante é realizar o retorno de parte do condensado para a coluna de destilação, conhecido como refluxo.

O retorno do refluxo à coluna aumenta a pureza do condensado, no entanto, para que se mantenha uma produção de condensado suficiente para parte deste

retornar a coluna e parte ser coletada para fora do sistema é necessário que o refulvedor gere vapores suficientes para isso, e esse gasto energético é responsável por grande parte do custo envolvido em um processo de destilação (MCCABE, SMITH e HARRIOT, 1993).

Obter um produto de alta pureza é o objetivo principal em uma destilação, melhorar o desempenho da coluna é fundamental para obter tal resultado. Porém, uma boa eficiência nem sempre é conseguida devido a sensibilidade da torre a perturbações ou a condições físicas de operações. É de suma importância o controle das variáveis do processo, como temperatura, pressão, volume de destilado e vazão de refluxo (OLUGIC, 2003).

A razão de refluxo, um desses parâmetros operacionais importantes na destilação, obtida através de uma razão entre a vazão de líquido que retorna para a coluna e a vazão do produto de topo, quanto maior for a razão de refluxo, maior é a pureza do destilado, no entanto, a vazão de destilado produzida será menor (GEANKOPLIS, 1993).

Este trabalho tem como objetivo adaptar um sistema de controle de refluxo na coluna de destilação de bancada disponível no Laboratório de Engenharia Química do IFRS - Campus Feliz. A configuração original da coluna possui um condensador total que não permite a variação ou mesmo a medição da razão de refluxo a qual a coluna opera. Para tanto, o condensador da coluna foi modificado e um sistema composto por uma válvula solenoide de três vias e uma bomba peristáltica, controlados por um CLP, foi utilizado para ajustar a razão de refluxo. Após a modificação, foi avaliado o efeito da potência de aquecimento do refulvedor e a razão de refluxo na pureza e vazão de destilado durante a separação de uma mistura de etanol e água.



## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo geral**

Propor uma estratégia para controlar a vazão de refluxo de uma coluna de destilação estacionária e avaliar os efeitos das condições operacionais na pureza e vazão de destilado.

### **2.2 Objetivos específicos**

- Desenvolver um método para o controle da razão de refluxo;
- Avaliar o efeito da potência do refeedor e da razão de refluxo na pureza e na vazão do destilado;
- Identificar as melhores condições operacionais da coluna.

### 3 REVISÃO DA LITERATURA

Neste capítulo é apresentada uma revisão bibliográfica sobre os efeitos termodinâmicos e físicos envolvidos em um processo de destilação fracionada, utilizando uma mistura azeotrópica de etanol e água.

#### 3.1 Equilíbrio líquido-vapor

A condição para se obter o equilíbrio entre fases é que, para cada espécie, o potencial químico daquela espécie tem que ser o mesmo em todas as fases em que a ela estiver presente (LEVINE, 2009).

Segundo Smith (2016), o equilíbrio é uma condição estática na qual não ocorrem variações das propriedades macroscópicas de um sistema com o tempo, resultando em equilíbrio entre a temperatura, a pressão e a composição.

“O equilíbrio é uma condição na qual não ocorre variações com o tempo das propriedades macroscópicas de um sistema isolado. Nele, todos os potenciais que podem causar variação estão exatamente equilibrados, de tal forma que não há força motriz para qualquer variação no sistema. Um sistema isolado, constituído de fases líquida e de vapor em contato direto, eventualmente atinge um estado final no qual não costumam ocorrer mudanças no seu interior. A temperatura, a pressão e a composição das fases atingem valores finais a partir dos quais permanecem fixos. O sistema está em equilíbrio” (SMITH, 2016, p. 319).

O equilíbrio líquido-vapor pode ser entendido de acordo com critérios termodinâmicos e cinéticos. Para Pilla (2010, p. 15) “[...] a condição de equilíbrio de um sistema heterogêneo, a temperatura e pressão constantes, é a igualdade de potencial químico de cada componente em todas as fases”.

Do ponto de vista cinético, Pilla (2010, p. 15) determina que o equilíbrio líquido-vapor resulta da igualdade de velocidades de dois processos opostos: vaporização e liquefação, “onde o equilíbrio se estabelece quando o número de moléculas recapturadas pelo líquido é igual ao número de moléculas que abandonam a sua superfície”. Esse equilíbrio é observado em cada estágio de uma coluna de destilação fracionada, onde o fornecimento de energia ao sistema resulta na vaporização do fluido e conseqüentemente na condensação ao realizar a troca de calor com superfícies mais frias (GEANKOPLIS, 1993).

### 3.1.1 Pressão de vapor

Para Gauto *et al.* (2016), pressão de vapor é uma propriedade física de um componente químico puro, sendo o resultado da pressão que esse componente exerce a uma determinada temperatura quando ambas as fases de líquido e vapor estão presentes.

A definição do estado físico de uma fase é consequência da exposição à dada temperatura e pressão a que a substância é submetida, suas propriedades físicas podem ser entendidas em termos de teoria cinética, pois o estado de um material depende do movimento e arranjo dos seus átomos e moléculas. No estado líquido, por exemplo, as partículas possuem pouca energia, podendo mover-se e afastar-se pouco umas das outras. O aumento da temperatura do sistema fornece energia às substâncias, atingindo o estado gasoso, onde as moléculas encontram-se livres e afastadas pois possuem grande energia cinética. Essa passagem do estado de fase líquido para o estado de vapor é conhecida como vaporização (FEITOSA, 2016).

O fornecimento de calor a um sistema resulta no processo de ebulição da substância pura, sendo uma propriedade física característica de cada substância. De acordo com Feitosa (2016, p. 73), “o ponto de ebulição é a temperatura a qual um composto químico muda do estado líquido para o estado gasoso”, e também onde a temperatura em que a pressão de vapor do líquido é igual à pressão externa (ATKINS E PAULA, 2014). Durante a mudança de estado físico de líquido para vapor ocorre um equilíbrio termodinâmico entre as fases, onde o vapor gerado exerce uma pressão sobre o líquido conhecida como pressão de vapor (PENHA, 2017).

Quando uma substância líquida possui alta pressão de vapor, conclui-se que suas moléculas são mantidas por forças atrativas fracas, e quando substâncias líquidas possuem baixa pressão de vapor, suas forças intermoleculares são fortes. Sendo assim, a pressão de vapor de um líquido vai depender da facilidade das moléculas em romper a interação intermolecular que as mantém unidas. Por consequência, espera-se que os líquidos cujas moléculas fazem ligações de hidrogênio sejam menos voláteis que outras moléculas cujas interações são governadas por forças intermoleculares mais fracas, como interações do tipo van der Waals (PENHA, 2017).

### 3.1.2 Soluções ideais e não ideais

Uma solução líquida ideal é aquela em que, quando misturadas as substâncias, não haja variação na energia intermolecular na solução, ou seja, o calor gerado durante o processo de mistura de dois componentes puros deve ser zero, assim como a variação de volume durante esse processo (CASTELLAN, 2015; LEVINE, 2014). Portanto, uma solução ideal é aquela que obedece a lei de Raoult em todo o intervalo de concentrações, podendo ser válida e aplicada com duas condições:

- A fase vapor é um gás ideal, a pressões baixas e moderadas;
- A fase líquida é uma solução ideal, ou seja, a mistura entre as espécies deve ser quimicamente similar (SMITH, 2016).

É sabido que a teoria da solução ideal considera que haja semelhança entre as interações moleculares e cruzadas dos componentes da mistura, não ocorrendo alterações no sistema quando são misturadas. Quando existe variação de volume da solução, podendo ser uma expansão ou contração, e os efeitos térmicos podem ser notados e medidos, temos um desvio da idealidade, ou seja, não se pode ignorar a interação entre as moléculas (ATKINS E PAULA, 2014).

Os desvios ocorridos podem ser quantificados através dos excessos. Segundo Matsoukas (2016, p. 428), “Uma propriedade de excesso é a diferença entre a propriedade da solução e a mesma propriedade calculada pelas equações de solução ideal”, assim, é possível considerar esse excesso como uma correção da equação ideal, sendo adicionada a ela.

A utilização do coeficiente de atividade  $y_i$  é considerado quando ocorre o desvio da lei de Raoult em soluções da fase líquida (SMITH, 2016), atuando como um fator de correção do potencial químico e da fugacidade (MATSOUKAS, 2016).

A mistura entre duas substâncias diferentes que, em uma temperatura e composição definidas, possuem um mesmo ponto de ebulição, são conhecidas como misturas azeotrópicas, são soluções que se desviam da idealidade, apresentando pontos de máximo ou de mínimo no diagrama de fases (ATKINS E PAULA, 2014; SILVA, 2019). Quando a composição azeotrópica é alcançada, em uma destilação, por exemplo, não se tem a possibilidade de separar os dois líquidos, pois o líquido condensado tem a mesma composição da solução azeotrópica, como é o caso do sistema etanol-água utilizado neste trabalho (ATKINS E PAULA, 2014).

### 3.1.3 Volatilidade relativa

A constante de equilíbrio de um componente mede a tendência de permanecer na fase vapor, sendo uma função da temperatura, da pressão e da composição da mistura. A volatilidade relativa relaciona as constantes de equilíbrio de uma mistura, medindo a facilidade em separar uma substância da outra. Através dessa medida pode ser determinado o número de estágios na coluna de destilação, quanto maior for a volatilidade relativa, menor será o número de estágios e, conseqüentemente, menor é a razão de refluxo (LOPES, 2011).

Quanto mais próximo de 1 for a razão entre os componentes da mistura, maior é a semelhança nas características da pressão de vapor e mais difícil será a separação dos componentes. Ou seja, o ponto de ebulição dos componentes da mistura é muito próximo (LOPES, 2011).

### 3.1.4 Equilíbrio líquido-vapor para sistemas binários

Em uma equação de equilíbrio de fases, o número de variáveis que pode ser independentemente especificado em um sistema em equilíbrio é a diferença entre o número total de variáveis que caracteriza o estado intensivo do sistema e o número de equações independentes que pode ser escrito relacionando essas variáveis. Smith (2016) explica que para o estado intensivo de sistema PVT, o número máximo de variáveis da regra de fase que deve ser especificado para fixar o estado intensivo do sistema são 3: pressão, temperatura e uma fração molar. (BOCCIA, 2019; SMITH, 2016).

Em 1875, J. Willard Gibbs deduziu, com base em argumentos teóricos, a regra de fases, que fornece o número de parâmetros que podem ser variados independentemente, mantendo o número de fases em equilíbrio para um sistema multifásico. Essa equação é utilizada apenas para sistemas não reativos (SMITH, 2016; LEVINE, 2014; ATKINS E PAULA, 2014).

$$F = 2 - \pi + N \tag{1}$$

O número de graus de liberdade ( $F$ ) é definido como o número de variáveis intensivas independentes necessárias para especificar seu estado intensivo,  $\pi$  refere-se ao número de fases presentes e  $N$  é o número de espécies químicas presentes. As possíveis variáveis para a regra de fases são temperatura, pressão e composição das fases (SMITH, 2016).

### 3.2 Destilação

A destilação é uma importante operação unitária, muito utilizada em processos industriais que necessitam a separação de uma fase sólida, líquida ou gasosa de componentes. Barbosa (2015, p. 12) define o conceito de operações unitárias como sendo “uma série organizada de operações ou blocos individuais que compõem um processamento, no qual ocorrem transformações físicas e ou físico-químicas, realizadas em equipamentos específicos, tanto em escala piloto como industrial”.

A destilação tem como objetivo separar substâncias, que através do aquecimento da mistura são purificadas pela diferença entre seus pontos de ebulição. Essas misturas podem ser entre substâncias no estado líquido-líquido ou gás-líquido. Nas fases líquido e vapor que ocorre o equilíbrio entre essas fases, sendo que a diferença de composição química que constitui a base do processo de destilação (MATOS, 2015).

Destilação envolve a transferência de massa molecular, onde a volatilidade dos compostos é o método físico-químico envolvido. Segundo Matos (2015), essa transferência ocorre devido a um movimento de difusão, onde as partículas do líquido mais volátil se difundem através das partículas do menos volátil.

Gauto (2016) explica que a separação dos componentes da mistura se deve às suas diferentes volatilidades. A separação das fases ocorre com o aquecimento fornecido ao sistema, separando os componentes em fases e concentrando o componente mais volátil no vapor e menos volátil no líquido.

“O líquido e o vapor contêm, em geral, os mesmos componentes, mas em quantidades relativas diferentes. Há transferência de massa simultânea do líquido pela vaporização e do vapor pela condensação, em um típico equilíbrio químico. O efeito final é o aumento da concentração do componente mais volátil no vapor e do componente menos volátil no líquido” (GAUTO, 2016, p. 155).

Os processos de produção envolvidos na destilação podem ser classificados em contínuo ou em batelada. No processo contínuo, a destilação ocorre de forma contínua, a alimentação na coluna bem como a retirada de destilado ocorre de maneira ininterrupta, neste caso as composições de vapor e líquido são constantes, operando em estado estacionário. O processo de destilação contínuo é necessário quando se tem grandes vazões de alimentação e destilado. Já no processo descontínuo ou batelada a produção ocorre por etapas, a coluna é abastecida com matéria prima e o vapor gerado é condensado e coletado, e também, as composições ao longo da coluna variam continuamente, esse processo é utilizado quando envolve pequenas vazões de componentes (MATOS, 2015).

Existem pelo menos seis tipos de destilação utilizados em escala industrial ou laboratorial, sendo que as mais utilizadas são a destilação simples e fracionada. A destilação simples é indicada para separar componentes com pontos de ebulição bem distintos, ou quando apenas um componente é volátil. Neste tipo de separação pode ser ainda utilizado uma bomba de vácuo para reduzir a pressão do sistema, resultando na evaporação do componente a uma temperatura abaixo da normal de ebulição, com pressão atmosférica. A destilação fracionada é indicada para quando os componentes possuem pouca diferença entre suas temperaturas de ebulição. Sua principal característica é a presença de estágios em seu interior, criando obstáculos para os componentes, dificultando a passagem do vapor menos volátil, resultando em uma sequência de destilações simples em cada estágio dessa coluna (BARBOSA, 2015).

Controlar uma coluna de destilação é de fundamental importância, pois promove condições estáveis para a operação, maximiza a recuperação de produtos e minimiza o consumo de energia (KETZER, 2013). Os controles de colunas se baseiam na entrada do produto, no topo e nas retiradas laterais da torre. Existem, pelo menos, oito variáveis possíveis de se manipular, quatro delas são independentes: refluxo, destilado, vazão de refluxo, corrente do fluido do refeedor, corrente de fundo, vazões de saída de destilado, produto de fundo e de retorno ao aquecedor. No topo da coluna retira-se o destilado, sendo que parte retorna para a coluna, importante processo chamado de refluxo. Esse retorno de parte do produto de topo é responsável por atribuir maior pureza ao destilado (MARANGONI *et al.*, 2005).

Não existe uma única estratégia de controle adequada para todo tipo de coluna de destilação, geralmente define-se como mais adequada aquela que resulta em um

melhor controle de composição, melhora na capacidade de inibir distúrbios, redução da não-linearidade, simplicidade do sistema e custo benefício (VASCONCELOS, 2006). Schneider, *et al.* (2013), realizaram testes na coluna de destilação utilizando diferentes variações do refluxo, mantendo a pressão fornecida ao refeedor e a composição da mistura constantes. Através disso foi constatado a influência do refluxo na pureza do destilado, sendo que quanto maior a taxa de refluxo retornada para a coluna, maior era a pureza obtida.

Werle *et al.* (2007) controlou a vazão e ainda conseguiu promover um aumento na mesma. Em seu trabalho, foi aplicado uma perturbação do tipo degrau na vazão de alimentação da coluna, o aumento na potência dissipada pela resistência no refeedor garantiu um aumento no perfil da temperatura, obtendo uma maior razão de refluxo, permitindo a abertura da válvula de retorno em patamares ainda maiores e obtendo maior pureza do destilado.

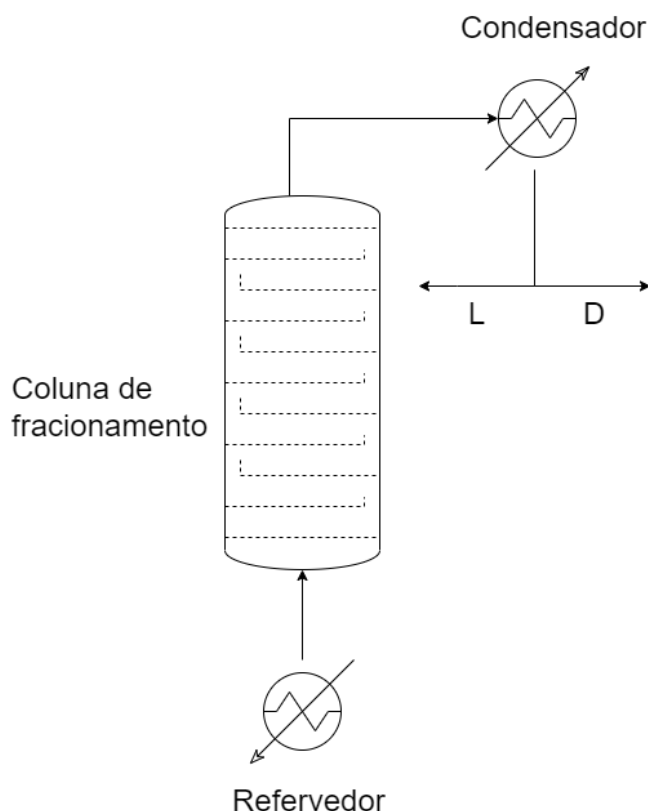
Vasconcelos (2006) também aplicou em sua dissertação a técnica de controle da temperatura do refeedor e da vazão de alimentação, resultando em um volume consideravelmente grande no vaso de refluxo, podendo controlar a vazão de retorno.

### **3.2.1 Destilação fracionada**

A destilação fracionada é muito utilizada na separação entre componentes que possuem pontos de ebulição muito próximos, com diferenças abaixo de 25 °C (MATOS, 2015), sendo utilizada para separar misturas binárias ou multicomponentes. A destilação fracionada ocorre em equipamentos chamados de colunas de fracionamento (FÁBREGA, 2016). Diferente de uma destilação simples, a coluna fracionada possui no seu interior obstáculos que dificultam a passagem dos componentes que eventualmente são arrastados com o vapor mais volátil, garantindo maior pureza do destilado (BARBOSA, 2015). A Figura 1 apresenta um esquema do processo de destilação fracionada em batelada.



Figura 1. Desenho esquemático de uma coluna de destilação batelada com fracionamento. Nesta imagem, o refeedor a coluna e o condensador são aparatos fundamentais do processo e as correntes L e D se referem as correntes de refluxo e de destilado respectivamente.



Fonte: Adaptado de Pessoa (2020, p 614).

Em uma coluna de destilação batelada com fracionamento em seu interior, os compostos a serem destilados são introduzidos no refeedor. Através de uma fonte de aquecimento a mistura entra em ebulição, atingindo o equilíbrio, resultando na vaporização do componente mais volátil que ascende através da coluna de fracionamento. O equilíbrio líquido-vapor é atingido em cada estágio da coluna, através da vaporização e condensação dos componentes, enriquecendo a fração de

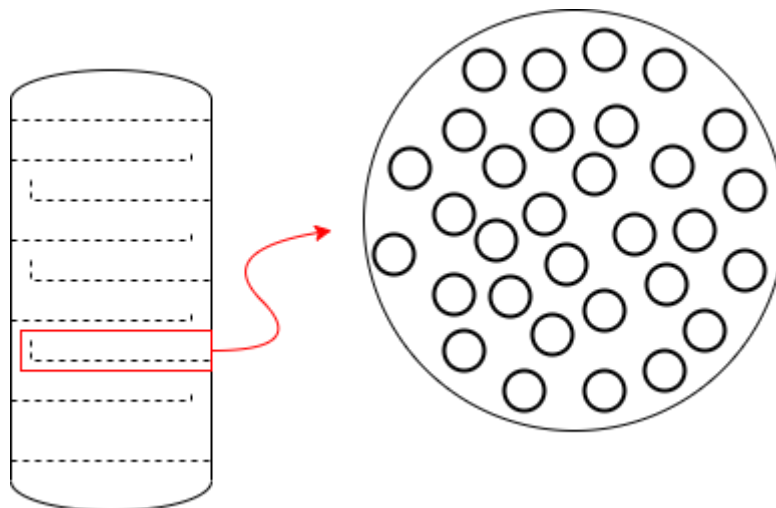
vapor mais volátil. O condensador, localizado no topo da torre, transforma a fração de vapor mais volátil em líquido, parte desse líquido retorna para o processo, sendo chamado de refluxo, o restante do condensado, chamado de destilado é coletado. O refluxo é de suma importância, pois ao retornar, o líquido entra em contato com vapor aquecido, volatilizando e aumentando a pureza do produto destilado (MCCABE, SMITH e HARRIOT, 1993; ROITMAN, 2002).

Em uma destilação fracionada, a mistura é aquecida no refulvedor resultando em um aumento da pressão de vapor dos componentes. O fluxo de vapor que ascende a coluna de destilação é obrigado a passar por orifícios menores, resultando em uma queda de pressão ao passar para o próximo estágio da coluna fracionada, resultando em um aumento na velocidade do vapor. Essa velocidade cria uma mistura espumosa de líquido e vapor que tem uma grande área de superfície para transferência de massa (MCCABE, SMITH e HARRIOT, 1993).

### **3.2.1.1 Pratos e recheios**

Pratos ou bandejas são dispositivos de contato presentes no interior da coluna de destilação com o intuito de aumentar a superfície específica, maximizando as trocas de massa entre o vapor e o condensado, criando zonas de equilíbrio líquido-vapor em cada estágio, enriquecendo ainda mais a fase vapor (KISTER, 1992; PESSOA, 2020). A Figura 2 representa um desenho uma coluna de destilação enfocando um modelo de prato perfurado.

Figura 2. Desenho esquemático de uma coluna de fracionamento de prato perfurado.



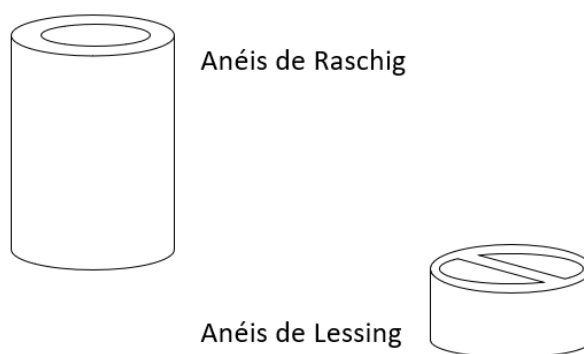
Fonte: Adaptado de Kister (1992, p. 277).

No prato ou bandeja, o vapor passa por entre os orifícios cruzando com o líquido que se encontra na superfície do prato, resultando em um borbulhamento. Neste momento o vapor é enriquecido com o componente mais volátil da mistura, até atingir o equilíbrio líquido-vapor, para assim, o vapor seguir para o prato superior (GEANKOPLIS, 1993).

Para Pessoa (2020), um prato é considerado eficiente quando os componentes permanecem o tempo necessário para que ocorra uma transferência eficiente de massa entre eles. O que pode vir a tornar ineficiente um prato, impedindo o contato íntimo entre vapor e líquido, são: o gotejamento (choro), borbulhas de líquido em excesso, má distribuição do vapor ou inundação (MCCABE, SMITH e HARRIOT, 1993).

Além de pratos, os recheios também são utilizados para aumentar a área de contato entre o líquido e o vapor, além de evitar o alto grau de agitação do líquido (PESSOA, 2020). A Figura 3 apresenta alguns tipos de recheios utilizados em colunas de destilação fracionada.

Figura 3. Exemplos de dois recheios utilizados no interior de colunas de destilação.



Fonte: Adaptado de Roitman (2002, p. 13).

### 3.2.1.2 Número de estágios e razão de refluxo

O número mínimo de estágios para uma separação dos componentes e a razão de refluxo mínimo de operação são dois limites fundamentais de funcionamento em uma coluna de destilação (PESSOA, 2020). Durante o projeto de uma coluna, o número mínimo de estágios é obtido quando a coluna opera com refluxo total, isto é, sem a produção de destilado e sem entrada de alimentação da coluna. Contudo, tal forma de operação da coluna não é praticável pois não há produção de destilado (MCCABE, SMITH e HARRIOT, 1993).

A relação entre quantidade de pratos utilizadas no processo é influenciada pela razão de refluxo, sendo assim, quanto menor a razão de refluxo, maior é quantidade de pratos para o processo. A utilização de refluxo no sistema resulta em maior pureza do produto de topo, no entanto para manter as condições de operação é necessário que os vapores gerados no refeedor sejam suficientes, logo, o volume de refluxo vai depender diretamente do aquecimento fornecido ao sistema. Portanto, o número de estágios é definido a partir de uma condição de compromisso entre pureza do produto de topo e vazão de destilado, sendo a vazão de refluxo influenciada pela carga térmica fornecida ao sistema (MCCABE, SMITH e HARRIOT, 1993).

A razão de refluxo é obtida pela razão entre a vazão de líquido que retorna para a coluna e a vazão do produto de topo, sendo assim, podemos defini-lo através da Equação 2.

$$R = \frac{L}{D} \quad (2)$$

Quando a coluna opera com refluxo total,  $R = \infty$ , e quando opera sem refluxo,  $R = 0$ . Em uma condição operacional em que a vazão de refluxo e de destilado forem equivalentes, por exemplo,  $R$  será igual a 1.

O contato entre o líquido refluxado e o vapor que está ascendendo a coluna é responsável por maior purificação do condensado, sendo assim, quanto maior for a razão de líquido que descende a torre de destilação por quantidade de vapor que ascende a mesma, melhor será a purificação do componente desejado. Para que isso seja possível, é necessário que a potência fornecida durante o aquecimento seja suficientemente grande (CADORE, 2011).

O fracionamento da mistura está diretamente ligado à quantidade de pratos ou estágios de uma coluna de destilação. Um prato ideal é aquele que conserva um maior nível de líquido sobre ele, pois assim, o tempo de contato entre as fases líquido-vapor será maior, resultando em um vapor mais enriquecido com o componente mais volátil (ROITMAN, 2002).

Existem alguns problemas que podem ocorrer em pratos de coluna de destilação como o arraste de vapor, onde o líquido mais pesado é arrastado para o prato superior, por influência do aumento da vazão de vapor. Quando existe pouca vazão de vapor e alta vazão de líquido, pode ocorrer o problema de vazamento do líquido pelos orifícios do prato, onde o vapor deveria passar. E, não menos importante, ocorre também a inundação do prato, percebida quando o nível de bolhas presente na superfície do prato atinge o prato superior (ROITMAN, 2002).

### **3.3 Mistura etanol-água**

Álcool etílico, comumente chamado de etanol, é considerado um dos mais comuns da família dos álcoois, produzido principalmente a partir da fermentação de açúcares provindos de cana-de-açúcar, beterraba, amido, entre outros. É muito utilizado para o consumo humano como combustível, em quantidades moderadas para bebidas e na área industrial (UDOP, 2007; NOVACANA, 2022).

Independente da finalidade ou do meio de produção, geralmente o etanol ( $C_2H_5OH$ ) é obtido em forma de solução aquosa. O método utilizado para purificação vai depender do objetivo final e das impurezas presentes. Em um caso onde a impureza presente é a água, a separação é dificultada devido a formação do

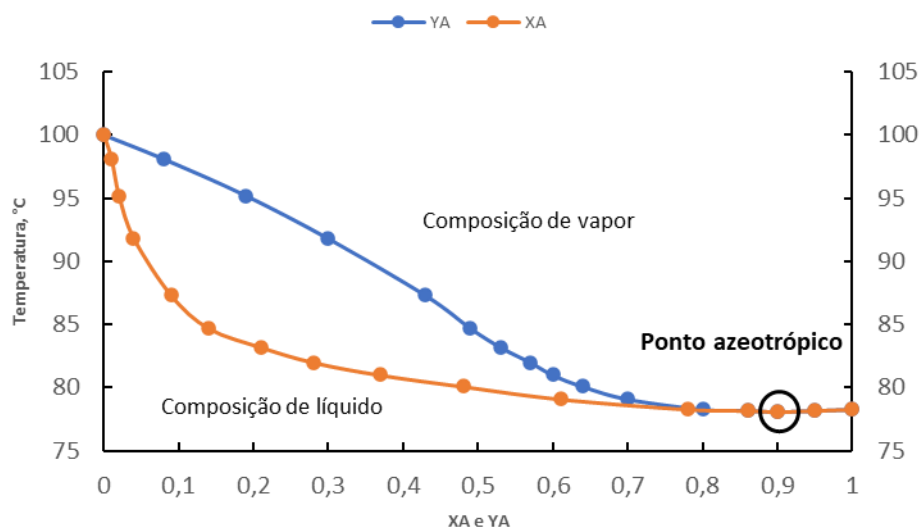
azeótropo formado por esse sistema, com composição mássica de 93,5% de etanol hidratado (NUNES, 2015).

Além da formação de um azeótropo, ocorre também uma contração no volume da solução, em relação ao volume dos componentes puros, e é devido a esses fenômenos que a mistura é classificada como não ideal (CASTELLAN, 2015; LEVINE, 2014).

Quando ocorre a mistura entre etanol e água a 20 °C, percebe-se uma redução no volume da solução, em relação ao volume dos componentes puros, desvio ocorrido e percebido inicialmente pela redução no final da solução. Matsoukas (2016) comenta que esse efeito pode ser explicado pelas diferentes interações entre as moléculas da mistura e as interações cruzadas, pois elas não se assemelham à estrutura da substância pura. Neste caso as moléculas se rearranjam, formando ligações de hidrogênio, alterando sua posição espacial e diminuindo as distâncias entre si.

A Figura 4 apresenta o diagrama de equilíbrio líquido-vapor para uma mistura de etanol e água. Observa-se que o ponto de ebulição da mistura azeotrópica é 78,2 °C, ficando abaixo das temperaturas de ebulição da água (100 °C) e etanol (78,37 °C) puros. Neste caso, não se pode obter etanol puro por destilação convencional, à pressão de 1 atm, pois a composição do vapor é idêntica à do líquido quando o azeótropo é formado, impedindo a purificação além deste ponto (CASTELLAN, 2015).

Figura 4. Diagrama de equilíbrio líquido-vapor para a mistura etanol-água.



Fonte: Adaptado de Geankoplis *et al.* (2018, p. 1681).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

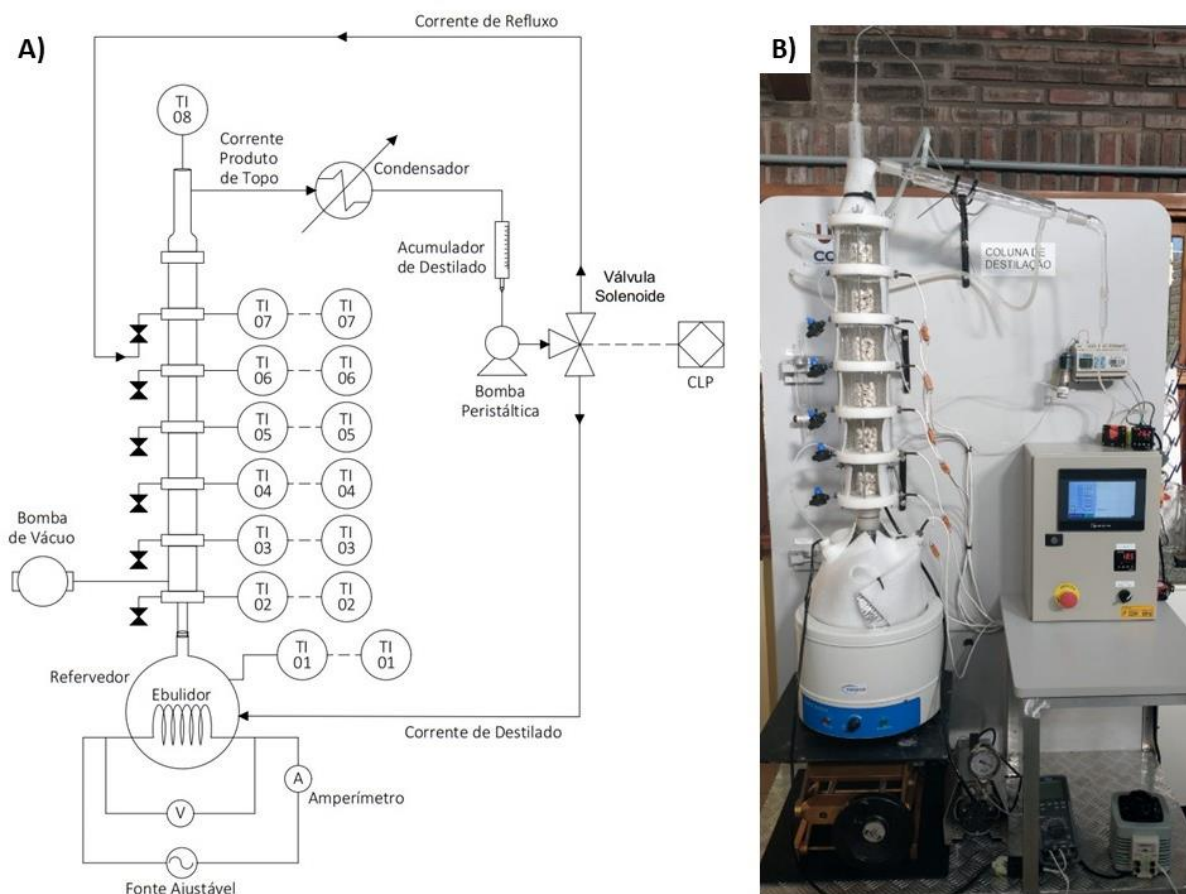
### 4.1 Materiais e equipamentos

Foi utilizada uma coluna de destilação de bancada (UPCONTROL, Brasil), localizada no laboratório de engenharia química do IFRS *campus* Feliz, que pode ser operada em regime de batelada ou em condição estacionária. A coluna possui seis estágios de fracionamento, compostos por tubos de vidro transparente, permitindo a visualização dos fenômenos envolvidos nas fases líquido e vapor. Possui isolamento a vácuo por meio de uma dupla camada de vidro, além de ponto de coleta de amostras em cada estágio da coluna. A coluna de fracionamento tem o tamanho de 1 metro, sendo que cada estágio possui 100 mm, com diâmetro de 50 mm cada. Os estágios são recheados com anéis de Raschig. O aquecimento do refeedor, composto por um balão de fundo redondo de 5 L, é feito através de um ebulidor de imersão. Para a condensação do vapor no topo da coluna, é utilizado um condensador de bolas, refrigerado com água, com operação em contracorrente.

A coluna possui sensores de temperatura, tipo Pt100, em cada estágio, no topo e no refeedor, os quais são apresentados em um quadro de comando. A medida da vazão de produto de topo é feita através de um cilindro graduado posicionado no final do condensador. Para o controle da razão de refluxo, foram utilizadas uma bomba peristáltica e uma válvula solenoide de três vias (100T3-S45, BIO-CHEN). Quando a válvula estava desenergizada, a bomba direcionava o condensado para o balão de destilação, ao passo que quando energizada, enviava para o topo da coluna na forma de refluxo. Através do ajuste da razão entre o tempo em que permanecia ligada e desligada foi possível ajustar a razão de refluxo. Um controlador lógico programável (CLP) foi utilizado para o acionamento da válvula nos tempos determinados (CLIC 02, WEG, Brasil). Um reostato (TDGC2-0.5KVA, JMG, Brasil) foi utilizado para o ajuste da tensão do ebulidor. A tensão e a corrente aplicadas ao ebulidor foram medidas com o auxílio de um multímetro digital (MODEL A6, POLITERM, Brasil). Na Figura 5 pode ser visto o esquema da coluna de destilação utilizada.



Figura 5. Diagrama da coluna de destilação de bancada após as modificações realizadas.



Fonte: Autora (2022).

A concentração de etanol do destilado foi determinada através de um densímetro (DMA6000, Antoon Paar, Áustria), podendo-se obter diretamente a concentração em porcentagem mássica. Uma balança semi-analítica (FA2204B, EVEN, Brasil) foi utilizada para o preparo da solução de etanol e água usada na destilação.

Para a confecção da mistura de etanol e água, com concentração de 20% m m<sup>-1</sup> e massa total de 3 kg, utilizada no processo de destilação, foi utilizado etanol hidratado (96 °GL, ITAJA, Brasil).

## 4.2 Métodos

### 4.2.1 Preparação da solução de etanol e água

Para a preparação da solução de alimentação contendo 20% m m<sup>-1</sup>, pesou-se 0,6 kg de álcool etílico, em uma balança semi-analítica, e 2,4 kg de água. A mistura foi adicionada ao balão de destilação (refervedor) e pérolas de vidro foram adicionados para evitar derramamento do líquido, mantendo o aquecimento uniforme.

### 4.2.2 Operação da coluna

Para o início da operação da coluna, o refervedor foi preenchido com 3 kg da solução alcoólica e o aquecimento foi ligado à potência máxima até que a ebulição se iniciasse. Após isso, a potência foi ajustada de acordo com os valores avaliados.

O tempo que a válvula solenoide de três vias, empregada para o ajuste da razão de refluxo, permaneceu ligada ( $t_{Ligada}$ ) foi calculado através da Equação 3, ao passo que o tempo em que a válvula permaneceu desligada ( $t_{Desligada}$ ), através da Equação 4.

$$t_{Ligada} = \frac{R}{R + 1} \cdot t_{base} \quad (3)$$

$$t_{Desligada} = \frac{1}{R + 1} \cdot t_{base} \quad (4)$$

Em que R corresponde à razão de refluxo e  $t_{base}$  ao tempo escolhido como base, que foi de 4 s. A vazão de topo produzida pela coluna de destilação foi medida com o auxílio de um cilindro graduado posicionado no topo da coluna. A vazão, em mL/min, foi calculada utilizando a Equação 5.

$$Q = \frac{V}{\Delta t} \quad (5)$$

Sendo que o V corresponde ao volume coletado, em mL, no intervalo de tempo  $\Delta t$ , em min. A vazão do destilado foi calculada através da Equação 6, a qual considera a razão de refluxo empregada.

$$D = \frac{Q}{R + 1} \quad (6)$$

A potência elétrica, em W, consumida pelo ebulidor foi calculada através da Equação 7.

$$P = V \cdot I \quad (7)$$

Em que V é a tensão medida em volts e I é a corrente elétrica medida em ampere.

#### **4.2.3 Avaliação do efeito da potência e razão de refluxo**

Em todos os experimentos, a coluna de destilação operou de forma estacionária, isto é, todo o produto de topo retornando para a coluna, seja pelo topo (na forma de refluxo) ou no refeedor (na forma de destilado).

Foram avaliadas as potências de 95, 120, 150, 170, 230, 260 e 380 W. Para cada alteração na potência fornecida ao sistema, foi estabelecido um tempo de 1 h para a estabilização e coleta de dados da coluna de destilação. A razão de refluxo foi avaliada em 0,0, 0,1, 0,25, 0,5, 0,75, 1,0, e refluxo total ( $\infty$ ).

Amostras do produto de topo foram coletadas para posterior determinação do teor alcoólico através da medição da densidade. Para a medição da vazão de produto de topo, a bomba peristáltica de refluxo foi desligada e o tempo necessário para completar um volume 9 mL foi medido com o auxílio de um cronômetro.

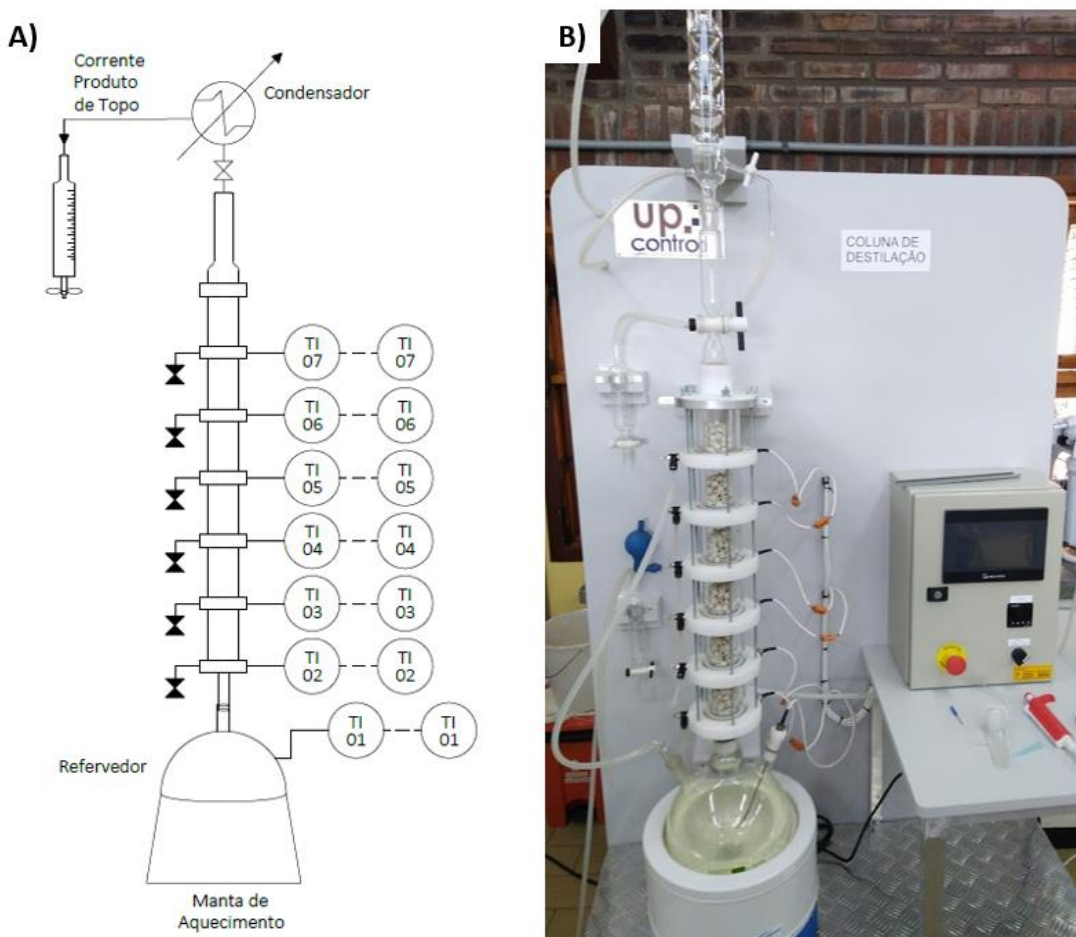
## **5 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Inicialmente, será descrito o processo de adaptação e modificação da coluna de destilação existente. Após isso, serão apresentados os resultados obtidos durante a operação da coluna frente à avaliação de alguns parâmetros operacionais, como razão de refluxo e potência do refeedor.

### **5.1 Adaptação e modificação da coluna de destilação**

Na configuração original, não havia a possibilidade do controle e ajuste da razão de refluxo da coluna, o que é prejudicial para o propósito didático do equipamento. O líquido condensado no topo retornava livremente para a coluna, sendo que somente parte deste era removido como destilado, sem possibilidade de controle pelo usuário. Além disso, a operação da coluna poderia ser estacionária somente na condição de refluxo total, sem a remoção de destilado. Caso parte do destilado fosse removido, a operação se tornava em batelada, a qual apresenta maior dificuldade de controle.

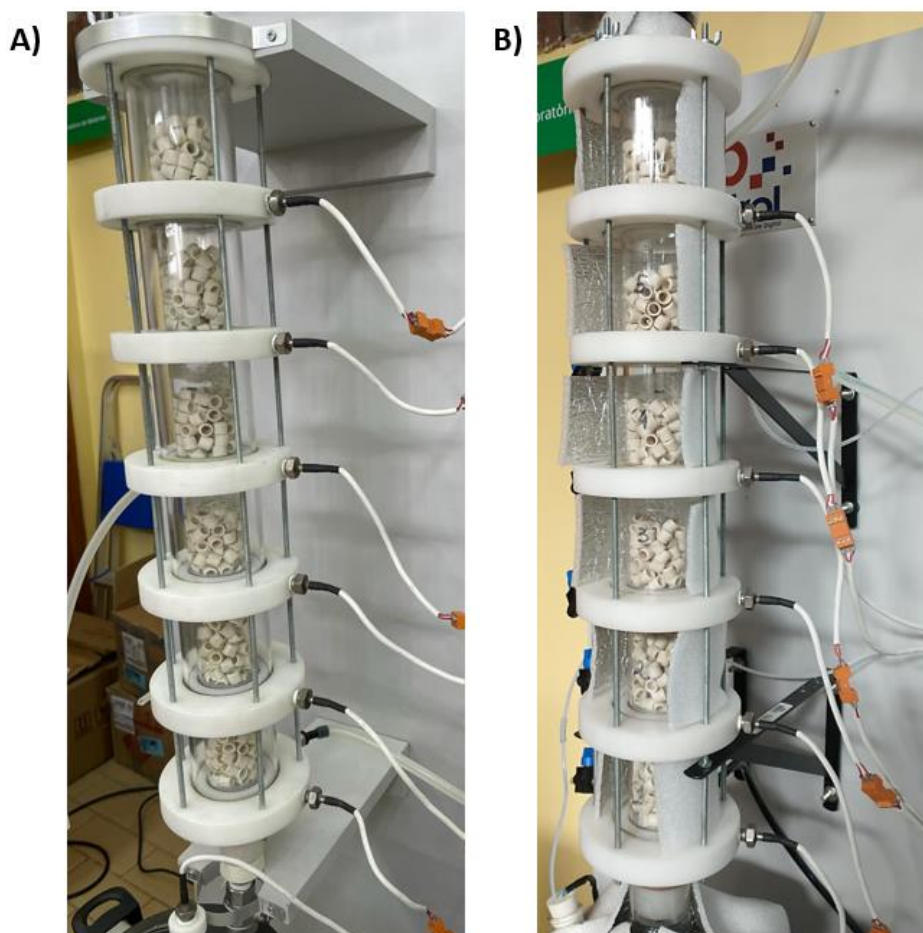
Figura 6. A) Diagrama e B) fotografia da coluna de destilação de bancada antes das modificações.



Fonte: Autora (2022).

Outro problema existente era relacionado à estrutura do equipamento, no qual o peso da coluna de fracionamento e condensador era aplicado diretamente sobre a boca do balão de vidro do destilador, fato que, inclusive, levou ao fraturamento do mesmo. Além disso, para a remoção do refeedor para manutenção, era necessário desmontar o equipamento por completo, fato que tornava a operação laboriosa. Assim, a primeira modificação realizada foi na estrutura de suporte da coluna de fracionamento. Para tanto, foram utilizados suportes em L, tipo mão francesa, com 30 cm de comprimento e confeccionados em aço carbono com pintura eletrostática. A coluna de fracionamento foi fixada no suporte, removendo a carga do refeedor. Na Figura 7 pode ser visto o processo de instalação dos suportes de fixação da coluna de fracionamento.

Figura 7. Coluna de destilação A) antes e B) após a instalação dos suportes de fixação da coluna de fracionamento.

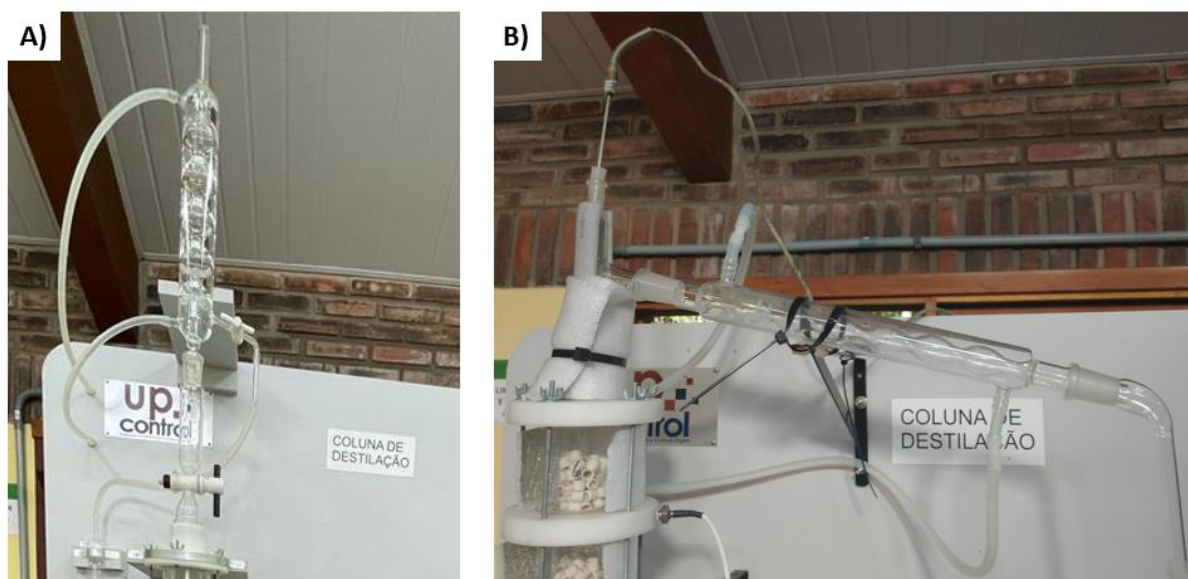


Fonte: Autora (2022).

O retervedor foi posicionado sobre um elevador mecânico, que permite o manuseio e remoção deste sem a remoção da coluna de fracionamento, resultando em uma maior segurança e praticidade de operação.

No local do condensador de topo original da coluna, foi posicionado um adaptador de três vias de vidro com juntas esmerilhadas. Na saída superior foi posicionado um sensor de temperatura tipo Pt100 a fim de permitir a medição da temperatura de topo da coluna, antes inexistente. Na saída lateral foi conectado o condensador do tipo bolas, refrigerado por água. Pode-se observar na Figura 8 que este foi posicionado com inclinação de  $100^\circ$  em relação à vertical, suficiente para que o condensado escoasse em direção ao cilindro graduado de coleta. Um suporte em L também foi utilizado para fixar o condensador no equipamento.

Figura 8. Coluna de destilação A) antes e B) após as modificações no sistema de condensação de topo.

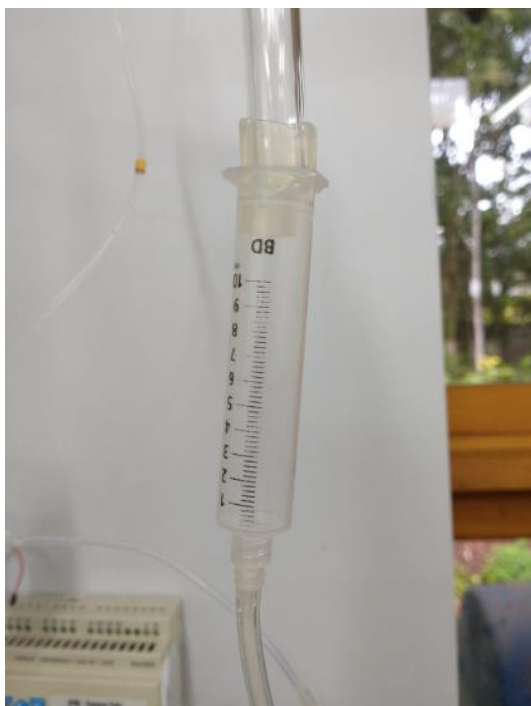


Fonte: Autora (2022).

Com essas modificações, foi possível medir a temperatura de topo da coluna, essencial para monitorar o seu funcionamento. Cabe destacar que na configuração original não existia tal medição, apenas a medição da temperatura do líquido do último estágio de equilíbrio, a qual pode diferir da temperatura do vapor que deixa este estágio frente ao retorno de parte do condensado, em menor temperatura, que perturbava a temperatura do local.

A saída do condensador foi conectada, com o auxílio de um adaptador de vidro esmerilhado, a um frasco coletor graduado para permitir a medição da vazão de produto de topo da coluna, conforme pode ser visto na Figura 9.

Figura 9. Frasco coletor graduado empregado para a medição da vazão de produto de topo da coluna.



Fonte: Autora (2022).

Possibilitar o controle da razão de refluxo foi um dos principais objetivos deste trabalho. Este controle foi obtido através de um sistema composto por uma bomba peristáltica e uma válvula solenoide três vias conectados ao frasco coletor. A bomba peristáltica foi utilizada para impulsionar o produto de topo através de uma válvula solenoide três vias que direcionava para o topo da coluna, na forma de refluxo, ou para o retervedor, na forma de destilado, assim fazendo com que a coluna operasse em estado estacionário. Através do ajuste da fração de tempo que a válvula permanece em cada posição, foi possível controlar a razão de refluxo. Por exemplo, se a razão de refluxo igual a 1,0 fosse desejada, considerado um tempo base de 4 s, a válvula permaneceria ligada por 2,0 s e desligada por 2,0 s. Logo, o produto de topo seria igualmente dividido entre refluxo e destilado. Na Figura 10 é possível observar o sistema de controle de razão de refluxo desenvolvido.



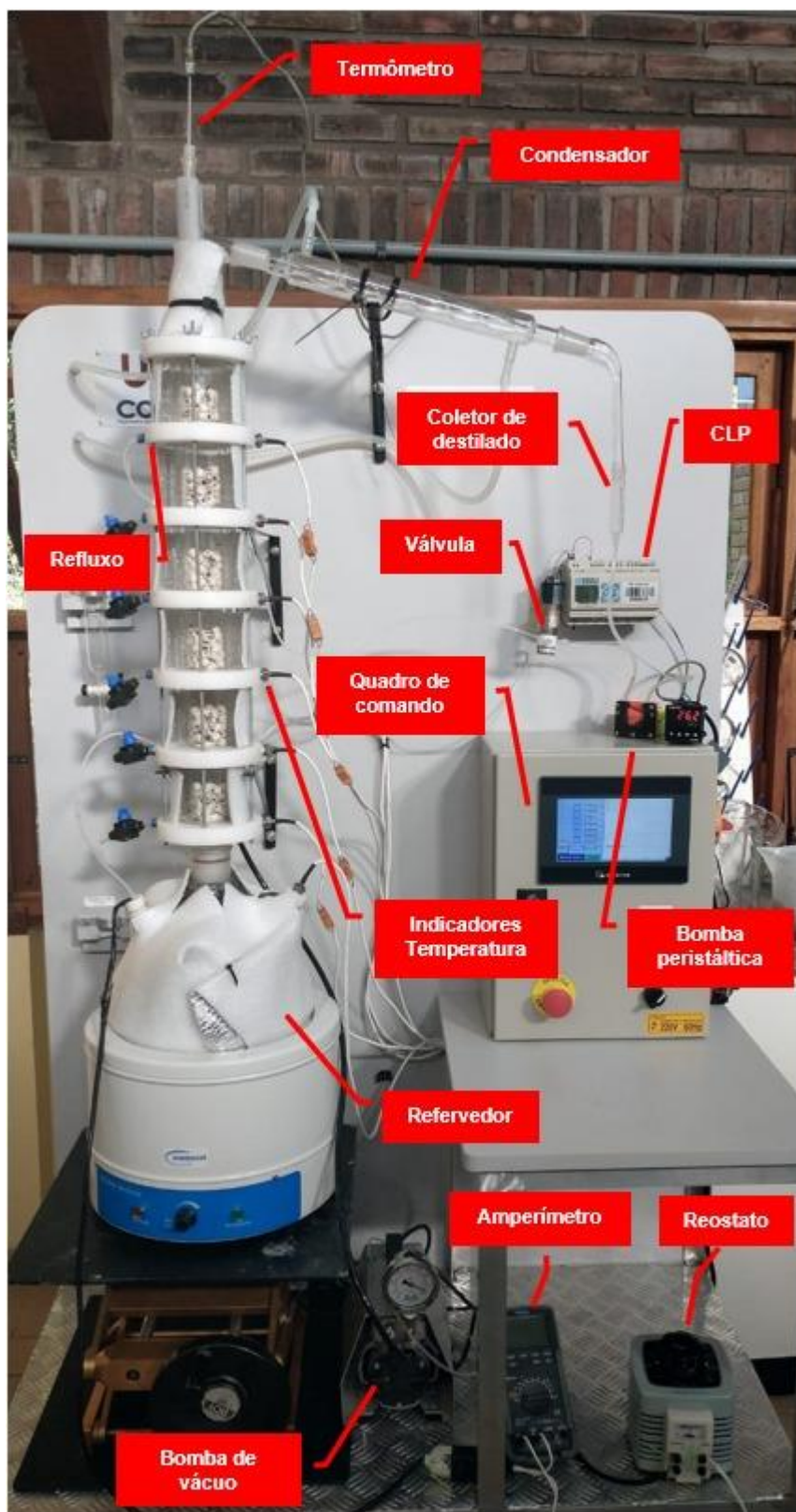
Figura 10. Controlador lógico programável, válvula solenoide e bomba peristáltica utilizados.



Fonte: Autora (2022).

Ao longo dos experimentos realizados, percebeu-se uma grande influência da temperatura ambiente no processo de destilação. Em dias mais frios, foi observada uma maior perda de calor para o ambiente, perturbando a operação do sistema mesmo com o isolamento à vácuo existente. Deste modo, foi necessário acrescentar manta de isolamento térmico em torno da coluna de fracionamento e no refeedor, a fim de minimizar a troca de calor com ambiente. Após essa modificação, foi observada uma operação mais estável da coluna, mesmo com diferentes temperaturas ambientes. Na Figura 11 é possível observar a configuração final do sistema após as modificações realizadas.

Figura 11. Configuração final da coluna de destilação após as modificações realizadas.



Fonte: Autora (2022).

## 5.2 Avaliação do efeito da potência

Inicialmente, foi avaliado o comportamento da coluna de destilação frente à variação da potência fornecida ao refeedor nas condições limites de operação de refluxo, isto é, com razão de refluxo igual a zero e total ( $\infty$ ). Os primeiros experimentos foram realizados com a coluna operando em regime estacionário com refluxo igual a zero, isto é, com todo o produto de topo direcionado ao refeedor. Na Tabela 1 é possível observar os resultados obtidos para a temperatura de topo da coluna em função da potência aplicada ao refeedor.

Tabela 1. Resultados obtidos para a avaliação da potência do refeedor.

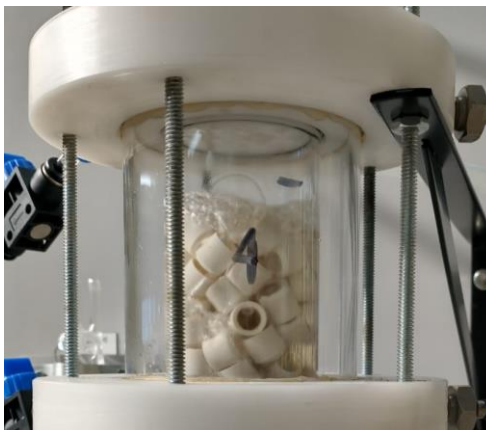
Potência, W	Temperatura no topo, °C	
	R = 0	R = $\infty$
95	23,0	22,4
120	72,0	76,0
150	78,2	77,5
170	78,2	78,0
205	78,4	78,2
230	78,5	78,2
260	80,0	78,2
380	84,0	78,6

Fonte: Autora (2022).

Os resultados mostram que o aumento da potência do refeedor levou a um aumento da temperatura de topo da coluna. Com as menores potências avaliadas, a temperatura de topo não ultrapassou 23 °C, isso porque nesta condição a vazão de vapor de álcool não foi alta o suficiente para atingir o topo da coluna, ou 76 °C, respectivamente. Isto provavelmente ocorreu devido à falta de energia para elevar o álcool a vaporização em todos os estágios da coluna, além de que, possivelmente, ocorreu muita perda de temperatura para o ambiente. Portanto, a temperatura do azeótropo nestas condições de operação (refluxo igual a zero) só foi atingida com as potências na faixa de 150 a 170 W. Foi observado o acúmulo de líquido e bolhas em alguns estágios, importante para o enriquecimento do componente mais volátil na fase vapor que ascende a coluna de destilação (MCCABE, SMITH, HARRIOTT, 1993;

KISTER, 1992). Porém, o acúmulo de líquido em excesso, também chamado de inundação, no estágio número quatro foi observado durante a operação da coluna em condições de potência superiores a 230 W, conforme pode ser observado na Figura 12.

Figura 12. Estágio 4 da coluna de destilação com acumulação de líquido.



Fonte: Autora (2022).

As inundações dos estágios resultam em instabilidades ao longo da coluna, reduzindo a eficiência dos estágios inundados, pois ocorrem arraste de gotículas de líquidos para o estágio superior, além de reduzir a força motriz de concentração na fase vapor (KISTER, 1993; GEANKOPLIS, 1993). Com o aumento da velocidade do vapor, observado quando a potência do refeedor é aumentada, o vapor ascendente não permite que o líquido escoe ao estágio inferior, causando a inundação em forma de espuma, além de uma queda de pressão acentuada (KISTER, 1992). Além da inundação de estágios, nessas condições foi observado que a temperatura no topo ultrapassou a do azeótropo etanol-água (78,15 °C), indicando que a quantidade de água no destilado era elevada e a separação dos componentes não foi efetiva.

Em momentos de alterações na potência, com presença de refluxo, foi observado o gotejamento do líquido, conhecido como *weeping*. O gotejamento associado a ausência de espumas no prato, quando em pequenas quantidades, pode ser tolerado, porém quando esse volume é aumentado resulta na diminuição da eficiência do prato visto que o líquido desce ao estágio inferior sem entrar em contato com o vapor, portanto, o equilíbrio não é estabelecido e com isso a coluna precisa de um tempo maior para estabilizar. Esse gotejamento ocorre quando a vazão de vapor

que ascende a coluna não é alta o suficiente, resultando em uma velocidade baixa do vapor que atravessa os furos do prato, permitindo que líquidos vazem pelos orifícios (MCCABE e SMITH, 1987).

Após a avaliação da potência com refluxo igual a zero, a configuração do sistema foi alterada para operação com refluxo total através do direcionamento do produto de topo ao último estágio da coluna de destilação (dados também apresentados na Tabela 1). É possível observar que a utilização do refluxo alterou o perfil de temperatura de topo da coluna, resultando na produção de destilado quando o vapor no topo atingiu 76 °C. Para estas condições, foi observado a produção de produto de topo antes do esperado. A condensação de vapores abaixo da temperatura de ebulição do azeótropo pode ter ocorrido devido à impurezas presentes na mistura ou a alguma falha no termômetro, e ainda, deve ser levado em consideração a interferência da temperatura do sistema, visto que esses dois experimentos foram realizados em sequência, portanto a coluna de destilação já estava operando. Apesar da potência em 230 W ser suficiente para obter o azeótropo no topo da coluna, observado pela temperatura registrada, ela foi descartada pois a alta vazão de vapor foi responsável pela inundação dos estágios 5 e 6, impedindo o correto funcionamento da coluna. O mesmo efeito de inundação foi observado para as potências de 260 W e 380 W.

Avaliando os resultados obtidos, chegou-se à conclusão que a coluna de destilação opera de maneira satisfatória, com a presença de refluxo, nas potências de 150, 170 e 205 W. Para a determinação destas foi também levado em consideração o gasto energético da coluna de destilação, visto que, quanto maior a potência fornecida ao sistema maior é a vazão de produto de topo obtida.

### **5.3 Avaliação do efeito da razão de refluxo**

Na Tabela 2 estão apresentados os resultados obtidos para a avaliação do efeito da razão de refluxo na temperatura de topo e na vazão de destilado frente às potências avaliadas.

Tabela 2. Resultados obtidos para a avaliação do efeito da razão de refluxo na temperatura de topo e vazão de destilado.

Razão de Refluxo	Potência, W								
	150			170			205		
	Topo, °C	Topo, mL/min	Destilado mL/min	Topo, °C	Topo, mL/min	Destilado, mL/min	Topo, °C	Topo, mL/min	Destilado, mL/min
0,0	78,2	1,25	1,25	78,2	2,54	2,54	78,4	6,59	6,59
0,10	78,2	2,56	2,33	78,2	3,70	3,37	78,8	6,00	5,45
0,25	78,2	2,97	2,38	78,2	4,00	3,20	78,8	6,00	4,80
0,50	78,2	2,54	1,70	78,2	3,72	2,48	78,5	6,12	4,08
0,75	78,2	2,52	1,44	78,2	4,02	2,30	78,2	5,16	2,95
1,0	78,2	2,50	1,25	78,2	3,70	1,85	78,2	5,70	2,85
∞	77,5	2,89	0,96	78,2	4,19	1,40	78,2	5,70	1,90

Fonte: Autora (2022).

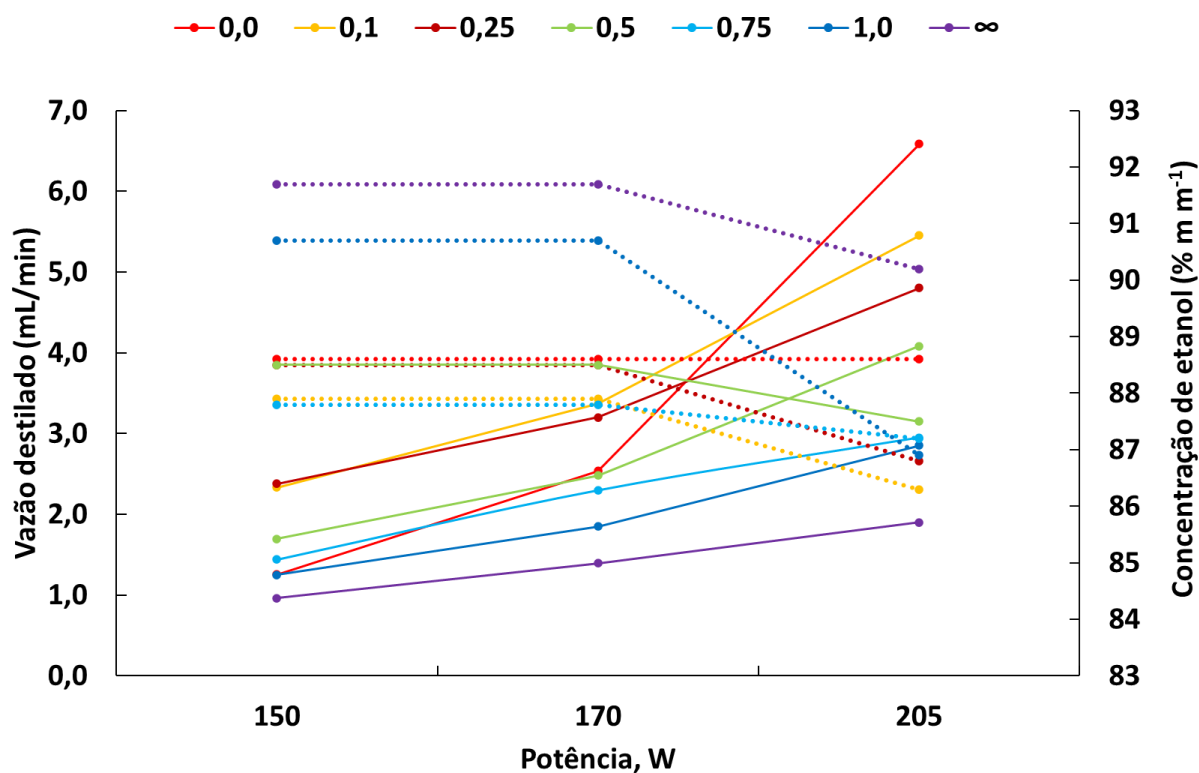
Pode-se observar que para uma mesma potência, o aumento da razão de refluxo resultou em uma redução da vazão de destilado, o que é esperado pois com o aumento do refluxo, diminui a quantidade de líquido que deixa a coluna na forma de destilado. Em contrapartida, observa-se um aumento na pureza do destilado, evidenciado pela temperatura próxima a do azeótropo etanol/água. O mesmo comportamento foi observado em todas as potências avaliadas. Quando comparada as diferentes potências utilizadas com a mesma razão de refluxo, é percebido um aumento na vazão de destilado. Com o aumento da potência elétrica ocorre o aumento da quantidade de vapor produzido no refulvedor, resultando em maior produção de produto de topo. Também é possível observar que o aumento da razão de refluxo não alterou significativamente a vazão de produto de topo. O que se espera com este aumento na razão de refluxo, são maiores concentrações mássicas de álcool no produto de topo, objetivo alcançado, visto que para a razão de refluxo igual a 0,1 obteve-se concentração de 88,6% m m<sup>-1</sup> no destilado, enquanto que para uma razão de refluxo 1 e total (∞) o resultado foi de 90,7% m m<sup>-1</sup> e 91,7% m m<sup>-1</sup> respectivamente.

Foi percebido, após as análises de concentração de etanol, que os resultados não foram concordantes com a composição teórica do azeótropo, ainda que as temperaturas no topo tenham sido relativamente próximas a do azeótropo. Para novas análises de concentração, é indicado maiores controles de armazenamento das amostras bem como é importante definir uma melhor estratégia de coleta de amostras, evitando perturbações ao sistema. Além disso, foi observado que a coluna operava

sob pressão pois, no momento de abertura da válvula de coleta de destilado, a vazão de vapor era aumentada, resultando na variação da temperatura no topo da coluna. Essa ação pode ter resultado no arraste de gotículas de água, influenciando na pureza do destilado.

Na Figura 13 está apresentado o efeito da potência na vazão e na concentração de etanol no destilado. Pode-se observar que quanto maior a potência aplicada, maior a vazão de vapor que ascende a coluna, e maior é a quantidade de destilado produzido. A concentração de etanol foi reduzida com o aumento da potência, considerando uma razão de refluxo constante. No entanto, isso pode ser explicado pelo excesso de calor fornecido à mistura no refeedor, resultando em um aumento na vazão de vapor, reduzindo o tempo de contato líquido-vapor no estágio, impedindo que ocorresse o equilíbrio entre as fases.

Figura 13. Efeito da potência no refeedor na vazão e concentração do álcool no destilado (linha pontilhada).



Fonte: Autora (2022).

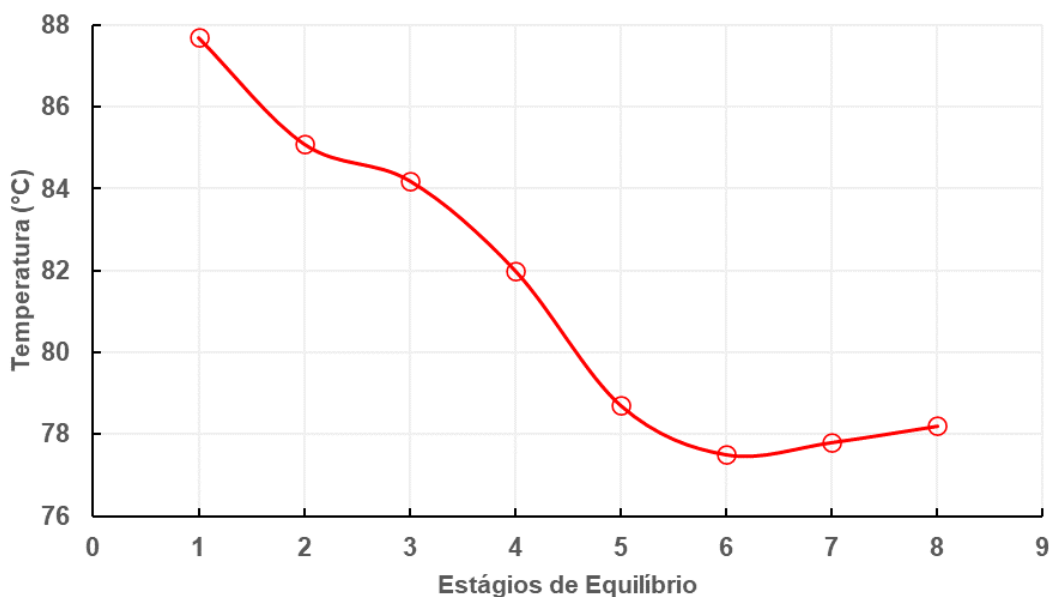
Com o aumento da razão de refluxo, que retorna ao topo da coluna, ocorre o aumento da concentração de etanol no destilado, sendo que a melhor eficiência foi identificada para o refluxo total. Isso é esperado, pois proporciona um aumento de contato do líquido com o vapor no último estágio da coluna, aumentando a concentração de etanol no vapor. Também é observado que a vazão de destilado reduziu significativamente, porém, em contrapartida, a concentração de álcool aumentou. Para um processo industrial, não é interessante operar com baixas vazões de destilado, resultado do aumento da razão de refluxo. Por isso, é importante em cada processo analisar a pureza de destilado coletado, para que se obtenha maiores quantidades de produto com a maior pureza possível, sendo esta uma condição de compromisso de operação da coluna. Logo, a coluna de destilação deve ser eficiente a ponto de destilar o álcool com a maior pureza possível, na maior vazão e ainda, com menor gasto energético possível.

É possível observar que as concentrações de etanol obtidas foram menores do que a composição teórica do azeótropo (95,6% m m<sup>-1</sup>), mesmo que as temperaturas tenham sido semelhantes à do azeótropo (NUNES, 2015). Esta diferença pode estar relacionada à perturbação causada no momento de abertura da válvula para a coleta de amostra, que resultava na variação da temperatura do vapor no topo. Assim, alterando a concentração de etanol na amostra. Outra possibilidade é a absorção da umidade do ar pela solução durante o período de coleta e medição, o levando a concentrações menores do que a esperada. No entanto, cabe destacar que a temperatura observada foi condizente com a do azeótropo.

Na Figura 14 apresenta-se o perfil de temperatura, encontrado para o refluxo de 0,5, ao longo da coluna de destilação para a potência de 170 W, visto que os estágios representados se referem ao refeedor como estágio 1 e a temperatura no topo da coluna como estágio 8.



Figura 14. Perfil de temperatura para a potência de 170 W ao longo da coluna de destilação.



Fonte: Autora (2022).

Ao entrar em ebulição no primeiro estágio a temperatura registrada é acima do ponto de destilação do álcool, vaporizando os componentes mais voláteis. Ao longo dos estágios é percebida uma redução na temperatura, resultado de perdas de calor associado a condensação do vapor ao encontrar superfície mais fria do prato superior. O líquido formado sobre o prato é aquecido com o vapor que ascende a coluna e, após ser estabelecido o equilíbrio, o vapor segue para o próximo estágio enriquecido com o componente mais volátil. A temperatura do azeótropo (78,15 °C) é atingida entre os estágios 5 e 6, concentrando-se nesses pontos. No último estágio é observado uma temperatura abaixo do ponto azeotrópico, indicando que a composição naquele estágio não era a desejada. Vale lembrar que as concentrações obtidas para o destilado nestas condições estavam abaixo da concentração teórica do azeótropo, e isso pode estar relacionado com a redução da temperatura no último estágio, ficando abaixo do ponto do azeótropo.

O termômetro no topo da coluna indica que a temperatura foi 78,2 °C (é importante mencionar que o termômetro possui 3 algarismos significativos, sendo que o último dígito é incerto, resultando em um arredondamento do número decimal). Isso significa que no topo da coluna, o vapor possui a composição do azeótropo. Porém, como citado, não foi encontrada a concentração percentual do azeótropo nas

amostras. Este fato pode estar associado à absorção da umidade do ar pela amostra, o que fez com que o teor de etanol fosse inferior ao esperado. Não menos importante, foi observado um aumento na temperatura do vapor no topo durante a coleta de amostras, podendo ter resultado no arraste de água para o destilado.

Para a definição de melhor potência e razão de refluxo que a coluna de destilação pode vir a atuar, foi realizado um cálculo considerando a densidade do álcool ( $\rho$ ), o teor de etanol no destilado ( $C$ ), a vazão de destilado ( $Q$ ) e a potência aplicada ao refeedor ( $W$ ). Com o auxílio da Equação 8 foi possível definir a quantidade de álcool produzida em relação a potência fornecida ao sistema.

$$E = \frac{\rho * C * Q}{W} \quad (8)$$

Quanto maior o valor de “E” obtido, maior a quantidade de etanol produzida por unidade de energia consumida no refeedor. Os resultados obtidos através do cálculo estão apresentados na Tabela 3, cabe ressaltar que foram realizadas alterações nas unidades de medidas para melhor visualização dos resultados.

Tabela 3 – Resultados obtidos para a determinação da melhor condição de operação da coluna.

Refluxo	Potências		
	150	170	205
	mg álcool/J	mg álcool/J	mg álcool/J
<b>0,0</b>	0,10	0,18	0,39
<b>0,10</b>	0,19	0,24	0,32
<b>0,25</b>	0,19	0,23	0,28
<b>0,50</b>	0,14	0,18	0,24
<b>0,75</b>	0,12	0,16	0,17
<b>1,0</b>	0,10	0,13	0,17
$\infty$	0,08	0,10	0,11

Fonte: Autora (2022).

Com base nos valores obtidos, podemos definir que a potência e o refluxo que resultaram em maior concentração de álcool por unidade de energia consumida foi de 205 W com condição de refluxo igual a 0,0. Cabe mencionar que a coluna sofre

influência da temperatura ambiente, mesmo com o isolamento a vácuo ocorrem condensações do vapor quando em contato com a superfície mais fria dos estágios, fazendo com que ocorra a formação de líquido, e portanto, de refluxo, ao longo da coluna de fracionamento. Assim, mesmo com a razão de refluxo igual a zero, ocorria a retificação do vapor à medida que ascendia pela coluna. Importante destacar que para essa condição de refluxo e potência, a temperatura no topo foi de 78,4 °C, estando acima do ponto de destilação do azeótropo. Se for considerada a temperatura do azeótropo, a melhor condição de operação é com refluxo igual a 0,1 e potência igual a 170 W, resultando em 24 mg álcool/J.

Ainda, para a potência de 170 W podemos perceber que o ponto ótimo de operação é com o refluxo igual a 0,1, pois são encontrados valores de “E” menores, tanto para condições de refluxo abaixo desse valor, bem como acima. Uma condição de maior concentração de álcool produzida por unidade de energia é percebida para a condição de refluxo entre 0,1 e 0,25 para a potência de 150 W, com o intuito de se obter maior volume de destilado, define-se o refluxo em 0,1 como a melhor condição de operação para essa potência.

Com base nos resultados obtidos ao longo deste trabalho, é possível confirmar a eficiência do refluxo no processo de destilação, resultando em uma maior pureza do destilado diante do retorno de parte do produto de topo produzido para o sexto estágio da coluna de destilação.

Como sugestões de trabalhos futuros para dar sequência neste e ou aprimorá-lo, é interessante substituir os pratos existentes na coluna por outros com a presença de *downcomers*, pois estes podem impedir o acúmulo demasiado de líquido sobre o prato. Ainda, é importante a determinação de uma curva de concentração de etanol, considerando o teor alcóolico com a leitura realizada em um refratômetro, pois é importante para as aulas práticas realizadas no laboratório. Por fim, não menos importante, é sugerida a transformação da coluna de destilação para operar em processo contínuo.

## 6 CONCLUSÕES

Neste trabalho foi realizada a adaptação de uma coluna de destilação de bancada para permitir o controle da razão de refluxo de uma coluna de destilação operando em estado estacionário.

Após as modificações, foi avaliado o efeito da potência do refeedor e da razão de refluxo na temperatura de topo, na concentração e na vazão de destilado. Através das avaliações foi percebida a forte influência da temperatura externa, causando instabilidades, neste caso, é indicado o uso contínuo da manta isolante e do sistema à vácuo. Além de que, a influência da potência na vazão de destilado foi bem definida, sendo que quanto maior a energia fornecida ao sistema maior era a vazão de topo. Um efeito contrário foi observado quando aplicado o refluxo no processo, portanto, quanto maior a razão de refluxo, menor é a vazão de destilado obtida.

Ainda, após os testes aplicados, foi encontrado um valor ótimo de operação da coluna de destilação para o sistema etanol-água, definidos em uma condição de refluxo igual a 0,1 e potência igual a 170 W, o qual resultou na maior produtividade de etanol por unidade de energia consumida.

Com as modificações feitas, foi possível controlar e ajustar a razão de refluxo da coluna, fato que permitirá que futuros alunos possam observar o efeito deste parâmetro operacional no funcionamento da coluna.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ATKINS, Peter William. PAULA, Julio de. **Físico-Química 1**. Rio de Janeiro: LTC, 2014. p. 113, 115, 153.
- BARBOSA, Gleisa. P. **Operações da Indústria Química - Princípios, Processos e Aplicações**. São Paulo: Editora Saraiva, 2015. p. 12, 80
- BELTRAN, Maria H. Roxo. Destilação: a arte de “extrair virtudes”. **Química nova na escola**, Destilação. Nº 4, NOVEMBRO 1996.
- BOCCIA, Rodrigo. **Modelagem Termodinâmica do Equilíbrio Líquido-Vapor (ELV) da Mistura Metano-Etanol**. 45 f. Trabalho de conclusão de curso – Tcc2, Bacharelado em Engenharia Mecânica, Departamento Acadêmico de Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná.
- 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.
- CASTELLAN, Gilbert William. **Fundamentos de Físico Química. 1**. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2015. p. 316, 237, 297, 322, 327.
- FÁBREGA, Francine de Mendonça. **Físico-química II**. Londrina: Editora e Distribuidora S.A., 2016. p. 160.
- FEITOSA, E. M. A.; BARBOSA, F. G.; FORTE, C. M. S. **Química Geral I**. 3ª ed. Fortaleza: EdUECE, 2016. p. 73.
- FISPQ - Ficha De Informações De Segurança De Produtos Químicos. Companhia Nacional de Álcool, 2019. Acesso em: 13 de jan 2022. Disponível em: [https://www.cna.ind.br/fispqs/fispq\\_24\\_alcool\\_etilico\\_hidratado\\_zulu\\_hospitalar\\_\\_70\\_inpm\\_codigo\\_431\\_rev00.pdf](https://www.cna.ind.br/fispqs/fispq_24_alcool_etilico_hidratado_zulu_hospitalar__70_inpm_codigo_431_rev00.pdf)
- FOUST, Alan S. et al. **Princípios das Operações Unitárias**. 2ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2015. p. 15.
- GAUTO, Marcelo. A.; APOLUCENO, Daniela.de. M.; AMARAL, Messias. C.; AURÍQUIO, Paulo. C. **Petróleo e Gás: princípios de exploração, produção e refino**. Porto Alegre: Bookman, 2016. p. 18, 155.
- GEANKOPLIS, Christie J. **Transport Process and Unit Operations**. Prentice Hall, 1993. p 584 – 632, 640 – 671.
- GEANKOPLIS, Christie J, HERSEL, A. A., LEPEK, Daniel H. **Transport Process and Separation Process Principles**. 5ª ed. Pearson Education, Inc, 2018. p 1681.

INSTITUTO DE QUÍMICA. Ebulliometria. Material de aula, Físico-Química Experimental. Acesso em: 11 de jan. de 2022. Disponível em: [https://files.cercomp.ufg.br/weby/up/56/o/FQEXP\\_ebuliometria.pdf](https://files.cercomp.ufg.br/weby/up/56/o/FQEXP_ebuliometria.pdf).

KETZER, Felipe. **Modelagem, simulação e Controle de uma coluna de destilação descontínua Adequada à Produção de Etanol em Pequena Escala**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos) – Departamento de Engenharia de Processos, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2013.

KISTER, H. Z. **Distillation Design**. McGraw-Hill, EUA, 1992. p 267 a 290.

LEVINE, Ira N. **Físico-Química 1**. 6ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2014. p. 195,194, 350, 351.

LOPES, Marcia. **Estudo De Caso De Uma Coluna Depropanizadora**. Trabalho de conclusão de curso. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2011.

MARANGONI, Cintia. et al. **Caracterização da Dinâmica de uma Coluna de Destilação Piloto de Derivados de Petróleo Para a Aplicação de Controle Distribuído**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE P&D EM PETRÓLEO E GÁS, 3., 2005, Salvador. 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás. Salvador: Comissão Científica, 2005. v. 3, p. 1-6.

MATOS, Simone.Pires. D. **Operações Unitárias - Fundamentos, Transformações e Aplicações dos Fenômenos Físicos e Químicos**. São Paulo: Editora Saraiva, 2015. p. 53, 76, 77, 123.

MATSOUKAS, Themis. **Fundamentos de Termodinâmica para Engenharia Química**. 1. ed. - Rio de Janeiro: LTC, 2016. p. 428, 442, 444.

MCCABE, W. L. SMITH, J. C. HARRIOTT, P. **Unit Operations of Chemical Engineering**. 5a ed., Editora McGraw-Hill, 1993. p 501, 574, 579.

NOVACANA. Acessado em: 13 de jan. 2022. Disponível em: <http://www.novacana.com/etanol>.

NUNES, Ícaro Cazé. **Procedimentos de Partida Aplicados à uma Coluna de Destilação Extrativa para Obtenção de Etanol Anidro**. Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Campina Grande. Paraíba. 2015.

OLUJIC, Z.; JÖDECKEB, M.; SHILKINB, A.; SCHUCHB, G.; KAIBEL, B. **Equipment improvement trends in distillation**. **Chemical Engineering and Processing**, v. 17, p. 301-309, jul. 2003.

- PENHA, Eduardo Tanoue da. **Físico Química**. - Londrina: Editora e distribuidora Educacional SA. 2017. p. 150,151.
- PESSOA, Adalberto JR.; BEATRIZ VAHAN KILIKIAN. **Purificação de Produtos Biotecnológicos**. Editora Blucher 2020 720 ISBN 978852121947. p 614, 623, 624.
- PILLA, Luiz. Físico-Química II. Equilíbrio entre fases, Soluções Líquidas e **Eletroquímicas**. 2 ed. Porto alegre: Editora da UFRGS, 2010. p. 15.
- ROITMAN, Valter. **Curso de formação de operadores de refinaria: operações unitárias**. PETROBRAS; UnicenP. Curitiba, 2002.
- SANTOS, Valderi Pacheco. Equilíbrio de Fases: Influência das Forças Intermoleculares nos Diagramas de Fases. **Rev. Virtual Quim.**, 2020, V 12, Nº 6, 1541-1558.
- SCHNEIDER, Lara T. et al. Influência da Taxa de Refluxo no Processo de Destilação para Obtenção de Etanol Hidratado. **Revista Brasileira de Energias Renováveis**, 2013, V 3, p. 13-24.
- SILVA, Guilherme Ferreira da. et al. **Separação do Azeótropo de Ebulição Máxima Acetona-Clorofórmio Usando Sulfóxido de Metila, Através do Simulador Prosimplus**. **Braz. J. of Develop.**, Curitiba, v. 5, n. 10, p. 22128-22135, out. 2019.
- SMITH, Joe Mauk. et al. **Introdução à Termodinâmica da Engenharia Química**. Rio de Janeiro: LTC, 2016. p. 22, 251, 261, 264, 265, 268, 319.
- SOUZA, Wagner Leandro Rocha de. **Estudo Do Desempenho De Uma Coluna De Destilação Recheada Na Produção De Etanol Anidro Usando Glicerol Como Solvente**. Dissertação (Mestre em Ciências) -UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO. 2012.
- UDOP. União Nacional da Bioenergia. Acessado em: 13 de jan. 2022. Disponível em: <https://www.udop.com.br/noticia/2007/08/30/alcool-etilico-e-alcool-metilico.html>.
- VASCONCELOS, André Luis Sousa de. **Controle de uma Coluna de Destilação Azeotrópica Não Convencional – Um Estudo de Caso Industrial**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia. 2006.
- VAZ, Ednilson Luiz Silva. Determinação do Teor Alcoólico de Vodcas: Uma Abordagem Multidisciplinar no Ensino da Física, Química e Matemática. **Quím. Nova Esc**, São Paulo, Vol. 35, Nº 4, p. 292-296, NOVEMBRO 2013.

WERLE, Leandro O. et al. **Uso De Aquecimento Distribuido em uma Coluna de Destilação: Efeito da Perturbação na Vazão De Alimentação.** In: Congresso Brasileiro de Pesquisa e Desenvolvimento em Petróleo e Gás, 2007, Campinas. 4º Congresso Brasileiro de Pesquisa e Desenvolvimento em Petróleo e Gás.