

# ANÁLISE DE DESEMPENHO E PADRONIZAÇÃO DE ATIVIDADES DE UMA COLUNA DE DESTILAÇÃO COM RECHEIO

*Performance analysis and standardization of activities in a packed distillation column*

Maria Julia Zambon Rosa<sup>1</sup>

Flávia Fernanda Faccin<sup>2</sup>

Diogo Luiz de Oliveira<sup>3</sup>

## RESUMO

A destilação é o método mais frequentemente utilizado na separação de misturas líquidas homogêneas, surgindo principalmente na etapa de purificação de matérias-primas, na separação dos produtos e no tratamento de efluentes. No presente trabalho testou-se a eficiência de separação de uma coluna de destilação recheada com anéis de rasching frente a perturbações na razão de refluxo, por meio da análise dos perfis de temperatura e composição. Paralelamente foram propostas adequações das atividades operacionais e analíticas, visando facilitar futuros estudos e pesquisas nesse equipamento. A torre foi operada em regime estacionário na separação de uma mistura binária de etanol e água. Os testes foram realizados buscando-se manter a temperatura da base em 92 °C e variando-se a razão de refluxo em três situações: refluxo total, 2:1 e 1:2. Para cada caso foram retiradas amostras de todos os estágios, além do refeedor e do condensador, determinando-se as concentrações de cada corrente por picnometria. As composições mássicas de etanol encontradas na corrente de topo foram de 91%, 90% e 76% para os casos de refluxo total, refluxo 2:1 e refluxo 1:2, respectivamente. Ao longo do experimento foram propostas adequações nas operações do refeedor, do condensador, do sistema de isolamento térmico e da retirada de amostras, além de uma proposta de padronização no procedimento de picnometria. Conclui-se que a coluna de destilação estudada apresenta uma alta eficiência de separação para a mistura e as condições testadas, com resultados coerentes para cada razão de refluxo, estando apta para a realização de futuros estudos.

Palavras-chave: Coluna de destilação. Coluna de recheio. Razão de refluxo. Padronização.

## Abstract

*Distillation is the most widely used method for the separation of homogeneous liquid mixtures, occurring mainly in the process of purification of raw materials, separation of products and effluents treatment. In this work the separation efficiency of a distillation column filled with rasching rings subjected to perturbations in the reflux ratio was tested by analyzing the temperature and composition profiles. At the same time, operational and analytical activities were proposed to facilitate future studies and research on this equipment. The tower was operated on steady state in the separation of a binary mixture of ethanol and water. The tests were performed at an average base temperature of 92 °C and the reflux ratio was varied in three situations: total reflux, 2: 1 and 1: 2. For each case samples of all the stages were taken, determining the concentrations of each current by pycnometry. The bulk ethanol compositions found in the top stream were 91%, 90% and 76%, for the cases of total reflux, reflux 2: 1 and reflux 1: 2, respectively. During the work, operational adaptations were proposed in the boil up, in the condenser, in the thermal insulation system and in the samples remove, besides a proposal of standardization in the pycnometry procedure. It is concluded that the studied distillation column presents a high separation efficiency for the mixture and the conditions tested, with coherent results for each reflux ratio, being able to carry out future studies.*

*Keywords: Distillation column. Packed column. Reflux ratio. Standardization.*

Recebido em 23 de abril de 2019

Aceito em 28 de maio de 2019

<sup>1</sup> Graduanda em Engenharia Química pela Universidade do Oeste de Santa Catarina; majuzambon77@gmail.com

<sup>2</sup> Graduada em Engenharia Química pela Universidade do Oeste de Santa Catarina; flaviafaccin@hotmail.com

<sup>3</sup> Mestre em Engenharia Química pela Universidade Federal de Santa Catarina; Graduado em Engenharia Química pela Universidade Federal de Santa Catarina; Professor na Universidade do Oeste de Santa Catarina; diogo.oliveira@unoesc.edu.br

## 1 INTRODUÇÃO

As operações de separação são de grande importância nos processos químicos, sendo encontradas em diversos segmentos industriais, como nas indústrias petroquímica, farmacêutica, alimentar, cosmética, de reciclagem, entre outras. Esses processos surgem principalmente na etapa de purificação de matérias-primas, na separação dos produtos e no tratamento de efluentes industriais, sendo a destilação uma das operações mais utilizadas para esse propósito (CARMIGNOTTO; SIGAKI, 2011).

Segundo Lima, Soares e Mendes (2009), a destilação é uma operação unitária em que um líquido, pelo aquecimento, passa para a fase gasosa, voltando, logo após, ao estado líquido por meio do resfriamento. No caso de uma mistura de líquidos imiscíveis, o destilado contém o líquido que possui o ponto de ebulição mais baixo. Com líquidos miscíveis, há uma mistura dos vapores destilados, mas com predominância do de maior volatilidade. Em muitos casos, dois líquidos podem ser separados por esse processo, desde que não formem uma mistura azeotrópica.

A destilação multiestágios vem sendo bastante empregada na separação de compostos presentes em misturas, especialmente quando se deseja alcançar um elevado grau de recuperação de um determinado produto. Em virtude da larga aplicação industrial e da busca pelo aumento dos lucros, as colunas de destilação devem ser projetadas de modo a se obter a concentração desejada dos produtos com o menor gasto possível. Uma torre ou coluna de destilação é um equipamento constituído de um tubo cilíndrico, possuindo uma série de andares que promovem progressivamente o enriquecimento dos componentes presentes em seu interior. A torre é constituída internamente por pratos ou recheios, com o intuito de promover um melhor contato entre as fases e, conseqüentemente, transferências de calor e de massa mais efetivas entre o líquido e o vapor em contracorrente. A coluna de destilação também é composta por um condensador em sua parte superior, com a função de condensar o líquido do topo da coluna e originar a corrente de refluxo que será retornada para a coluna, e por um refeedor (ou revaporizador) em sua base, que promove a vaporização dos componentes (SILVA, 2015).

Nas colunas com recheios a fase líquida é dispersa no topo através da corrente de refluxo, escoando internamente na forma de um filme líquido pela superfície dos elementos que compõem o recheio. A seção transversal da coluna é completamente ocupada por esses elementos, formando um leito poroso através do qual o líquido (descendente) e o gás (ascendente) escoam em contracorrente, promovendo o contato líquido-gás de maneira contínua. Os recheios mais utilizados são os randômicos e os estruturados. Os anéis de raschig fazem parte dos recheios randômicos, que são os mais utilizados atualmente, sendo pequenas peças de diferentes formas dispostas aleatoriamente. Eles podem ser metálicos (aço inoxidável ou aço carbono), cerâmicos ou plásticos (MOTA, 2008).

O estudo da destilação em colunas é um clássico exemplo da aplicabilidade das diferentes áreas de conhecimento da Engenharia Química, uma vez que, na modelagem matemática de uma coluna de destilação multiestágios, diversas áreas de concentração abordadas ao longo do curso de graduação devem ser aplicadas simultaneamente, como balanços de massa e energia, fenômenos de transporte, hidrodinâmica e equilíbrio líquido-vapor.

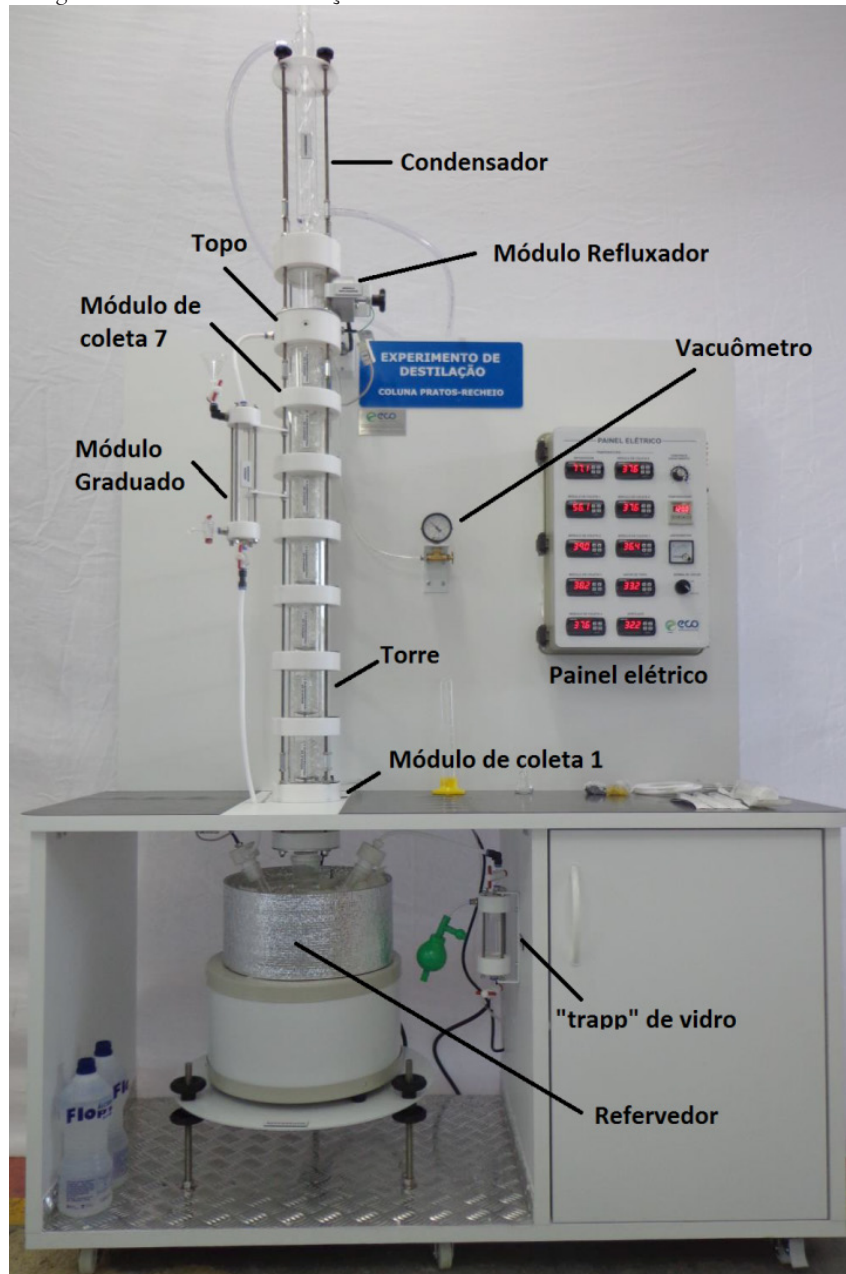
Nesse contexto, o Curso de Engenharia Química da Unoesc Joaçaba adquiriu um módulo didático concebido e projetado para estudos dos mecanismos nos processos de destilação, em coluna de recheio com anéis de raschig, podendo ser operada em regimes de batelada ou em condição estacionária, utilizando-se misturas binárias ou multicomponentes. Embora o fabricante do equipamento tenha disponibilizado um roteiro com sugestões de operação e práticas experimentais, são necessários diversos testes para se encontrarem os parâmetros ótimos de operação da coluna.

Assim, este trabalho tem por objetivo readequar o roteiro experimental do módulo didático operacional da bancada de destilação, propondo adaptações que permitam a realização das atividades propostas de forma clara e objetiva, além de padronizar as atividades operacionais e analíticas da bancada de modo a garantir um procedimento válido e eficaz. Paralelamente serão realizados testes na eficiência de separação da coluna, utilizando uma mistura binária de etanol e água, diante de perturbações na razão de refluxo.

## 2 METODOLOGIA

O equipamento estudado neste trabalho é uma coluna de recheio com anéis de raschig, modelo MD020, da ECO Educacional, conforme ilustrado na Fotografia 1, que pode ser operada em regime de batelada ou em condição estacionária, operando na separação de misturas binárias ou multicomponentes. A coluna é totalmente transparente para proporcionar a visualização dos fenômenos fluidodinâmicos envolvidos nas fases líquida e de vapor, além de possuir isolamento térmico a vácuo, sistema de retiradas de amostras e de monitoramento de temperaturas ao longo dela.

Fotografia 1 – Bancada de destilação



Fonte: Eco Educacional (2016).

A torre é composta por sete estágios de destilação transparentes, com diâmetro interno de 50 mm e altura de 100 mm, preenchidas com anéis de raschig de 8 mm. Possui, também, isolamento térmico a vácuo por meio de uma dupla camada de vidro, pontos de coleta de amostra e monitoramento de temperatura em cada um deles, totalizando 10 sensores de temperatura com indicador, sendo sete nos módulos de coleta de cada estágio de destilação, um no balão volumétrico do refeedor, um no fluxo de vapor de topo e um no ponto de retirada de destilado.

A coluna contém, ainda, um módulo refluxador temporizado; um refeedor tipo parcial formado por uma manta aquecedora com controle de potência; um balão volumétrico específico de 5 litros; um condensador de vidro tipo total; um módulo de coleta de vidro graduado para o destilado; um módulo de coleta de vidro para amostra de fundo; uma bomba de vácuo de duplo estágio com potência de 1/4 CV, para vácuo na camisa; um vacuômetro do tipo bourdon, para medição do vácuo na camisa (isolamento térmico); e um painel elétrico de comandos contendo indicadores de temperatura e um amperímetro, construído conforme NBR 5410.

O experimento foi realizado com uma mistura binária atóxica de etanol e água, visando testar a eficiência de separação da coluna em diferentes razões de refluxo, além de buscar padronizar e otimizar todos as atividades operacionais inerentes ao processo.

A primeira etapa consistiu na preparação da mistura a ser destilada, sendo necessários aproximadamente 4,5 litros de uma solução aquosa de concentração volumétrica entre 15 e 20% com álcool etílico concentrado (92,8°INPM) dentro do balão. A medição da concentração volumétrica foi realizada por picnometria, sendo necessário um estudo para padronização dessa *técnica e adaptações específicas para este trabalho*.

Uma vez preparada a mistura, iniciou-se a operação da coluna de destilação com uma taxa de refluxo total (1:0). Ajustou-se o fornecimento de água fria para o condensador no topo, e na sequência, foi ligado o controle de potência do refeedor, inicialmente para um valor de aproximadamente 500 W, monitorando a temperatura da solução no refeedor até aproximadamente 50 °C, quando a potência foi novamente ajustada para um valor médio de 700 W. Observou-se a variação das temperaturas registradas no painel elétrico, desde o início do aquecimento da solução binária no refeedor até ebulição da solução e estabilização das temperaturas aferidas, momento em que foi possível iniciar a retirada das amostras.

Foram retiradas amostras do topo, da base e dos estágios intermediários da coluna com o auxílio de uma seringa com agulha. Transferiu-se o conteúdo de cada seringa para uma proveta, tampou-se e resfriou-se a amostra entre 20 e 25 °C, sendo feita a análise da composição de cada amostra por picnometria.

Com o objetivo de estudar o desempenho da coluna em diferentes regimes de operação, repetiu-se o procedimento descrito anteriormente, para as razões de refluxo 2:1 e 1:2.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os primeiros experimentos foram realizados com o objetivo de compreender o funcionamento da coluna e padronizar suas atividades operacionais e analíticas. Uma das dificuldades encontradas foi na retirada de amostras laterais utilizando-se uma seringa, em alguns estágios específicos. No decorrer da retirada observou-se certa resistência na sucção em razão do estado vapor dos componentes naquele estágio. Observou-se que a posição da agulha e sua integridade influenciam no êxito e na eficiência da coleta. Desse modo, para os casos em que se encontrou dificuldade na sucção, realizou-se inserção ou remoção parcial da agulha fixada de modo a acessar a amostra líquida no módulo. Para os casos em que a agulha não apresentava vedação eficiente na conexão com a seringa fez-se necessário sua substituição.

Para a determinação da composição das amostras optou-se por utilizar o método da picnometria, uma técnica que permite determinar a densidade relativa de líquidos e, posteriormente, sua composição. Baseia-se na utilização de picnômetros, pequenos frascos de vidro que podem ser cheios sucessivas vezes com volumes de líquidos exatamente iguais. Por ser um método sensível, acarretando erros de medição consideráveis caso não realizado de maneira correta, fez-se necessário um estudo para padronização dessa atividade.

O picnômetro *não serve para determinar a massa volumétrica de um líquido, mas, sim, a sua densidade relativa (d)*. Sendo o volume do líquido em estudo e do padrão de comparação (água) exatamente iguais, podendo ser utilizada a Equação (1):

$$d = \frac{m_{\text{picnometro+liquido}} - m_{\text{picnometro}}}{m_{\text{picnometro+agua}} - m_{\text{picnometro}}} \quad (1)$$

A capacidade do picnômetro *não é conhecida com exatidão, o que significa que não pode ser usado para determinar a massa específica pela razão massa/volume*. Desse modo, para determinação da densidade relativa de um líquido por picnometria sugere-se seguir o seguinte procedimento:

1. Medir a massa do picnômetro vazio e seco. Registrar o valor  $m_{\text{picnômetro}}$ ;
2. Encher totalmente o picnômetro com o líquido em estudo, evitando a formação de bolhas de ar no interior;
3. Secar o exterior do picnômetro usando o papel absorvente;
4. Medir a massa do picnômetro com o líquido. Registrar o valor  $m_{\text{picnômetro+líquido}}$ ;
5. Esvaziar o picnômetro e lavar convenientemente;
6. Repetir os passos 2 e 3 utilizando água;
7. Medir a massa do picnômetro com água. Registrar o valor de  $m_{\text{picnômetro+água}}$ ;
8. Determinar a densidade relativa (d) pela Equação 1, neste caso numericamente igual à massa volumétrica.

Outro cuidado importante é garantir que a amostra a ser analisada permaneça isolada (para evitar a evaporação do etanol) e que ela atinja uma temperatura específica (optou-se por 20 °C), antes de iniciar sua análise pelo método da picnometria. Para garantir essa situação, montou-se um aparato com uma proveta tampada e acoplada a um termômetro que indica o momento correto para a realização das medições.

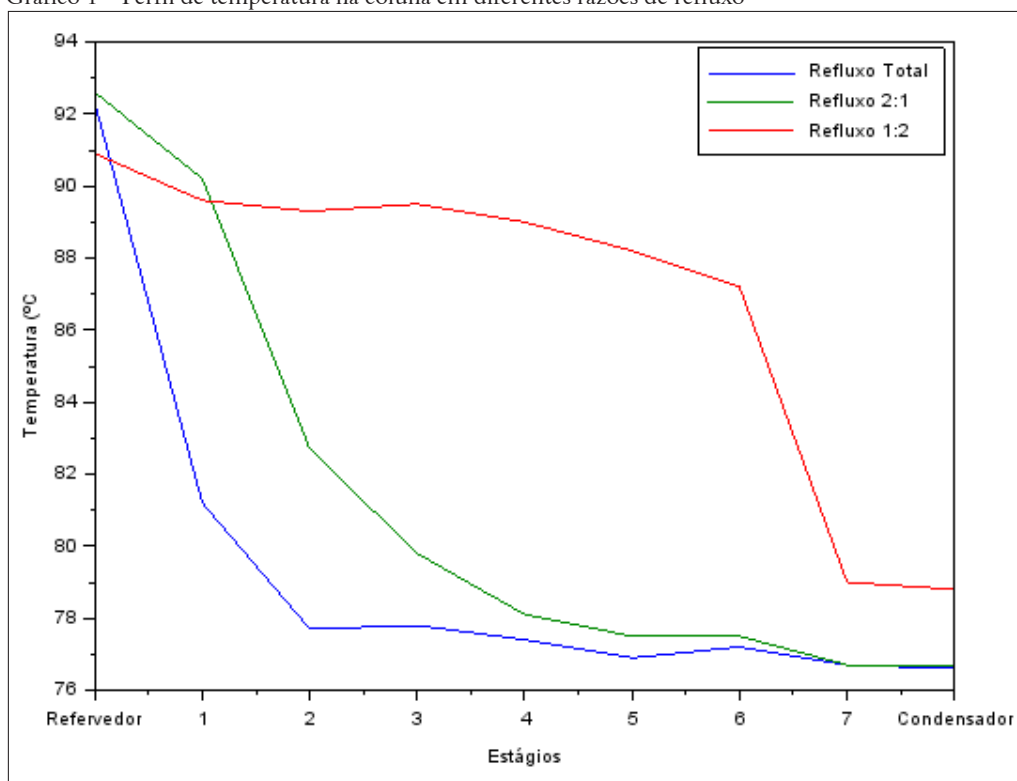
A retirada de calor padrão de colunas de destilação ocorre por meio de um condensador no topo. No equipamento em estudo esse processo ocorre com o fornecimento de água fria proveniente da rede, sendo sua vazão regulada manualmente por meio de uma válvula. Observou-se que não é possível trabalhar com vazões de água de resfriamento muito elevadas, visto que pode ocorrer o rompimento da mangueira de entrada do condensador. Sugere-se que se inicie o experimento com uma vazão baixa e, após a coluna entrar em regime de operação, regular manualmente esse fluxo para atingir a temperatura desejada na corrente de destilado, sempre cuidando para não operar com vazões muito elevadas.

Uma manta aquecedora com controle de potência é responsável pelo fornecimento de calor na base da coluna. O experimento deve ser iniciado com um fornecimento moderado de calor para evitar a quebra do balão volumétrico por choque térmico. Sugere-se regular inicialmente o amperímetro em 2,3 A (aproximadamente 500 W) e, após a temperatura da solução no refeedor atingir 45 °C, aumentar para cerca de 3,2 A (aproximadamente 700 W). O valor final exato deve ser regulado manualmente em função da temperatura desejada para a solução no balão volumétrico.

A coluna possui um sistema de isolamento térmico a vácuo, realizado por uma bomba situada em sua base. Entretanto, por problemas identificados pelo fabricante, uma das válvulas responsáveis por manter o vácuo na coluna foi retirada. Dessa forma, é preciso conferir periodicamente a medição do vácuo na camisa, sendo necessário o religamento da bomba quando os valores não estiverem dentro do desejado.

O desenvolvimento da destilação é influenciado por determinadas condições chamadas de variáveis reais, pois o processo é dependente dos valores destas. Este estudo testou a eficiência da separação da coluna diante de diferentes razões de refluxo (razão entre a vazão de líquido que desce e a razão de vapor que sobe na coluna de destilação). Quanto mais líquido descer na torre por unidade de massa de vapor que sobe, melhor será a separação, pois a finalidade é reter os compostos menos voláteis (água) contidos nos vapores (álcool). No Gráfico 1 é possível observar o perfil de temperatura na coluna para cada razão de refluxo estudada.

Gráfico 1 – Perfil de temperatura na coluna em diferentes razões de refluxo

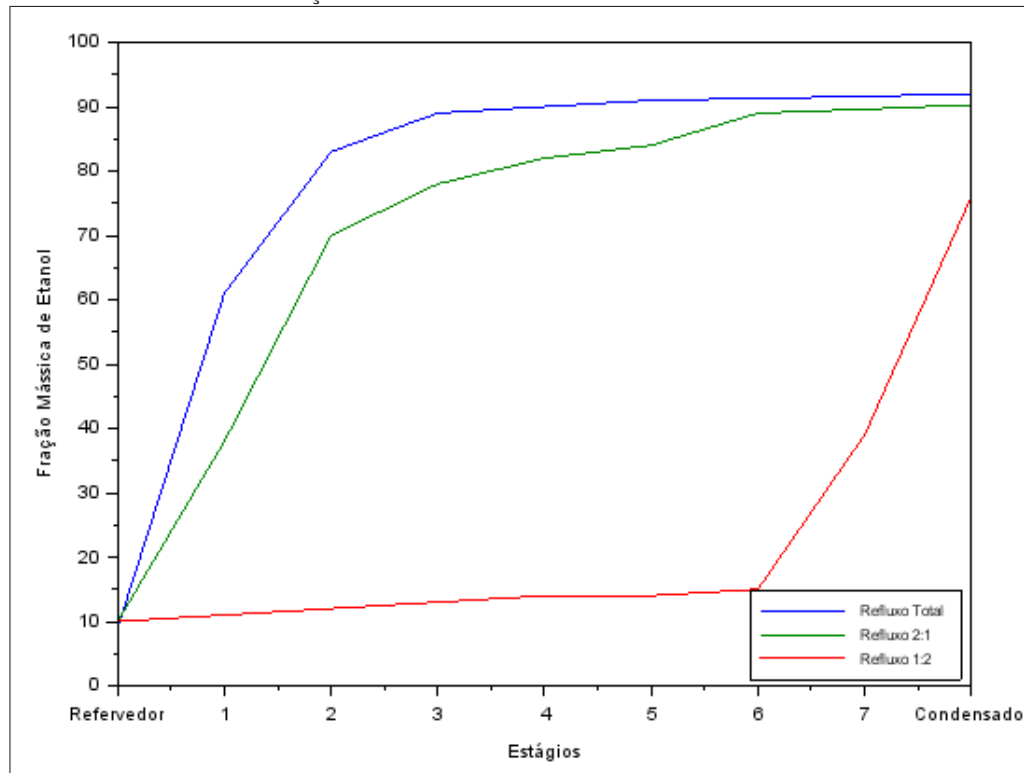


Fonte: os autores.

Observou-se que as temperaturas registradas apresentaram o mesmo comportamento decrescente para todas as taxas de refluxo na extensão da torre de destilação, sendo que quanto menor a razão de refluxo, maiores são as temperaturas internas, mostrando que o refluxo também atua resfriando a coluna. No caso do refluxo total é possível perceber que o resfriamento da coluna é bastante acentuado, atingindo temperaturas menores que 80 °C até no segundo estágio. Para o caso de refluxo 2:1, percebe-se um resfriamento para valores inferiores a 80 °C no terceiro estágio, enquanto no refluxo 1:2 isso só ocorre no sétimo estágio.

No Gráfico 2 é possível visualizar o perfil de concentração de etanol nas correntes de topo, de base e em cada estágio da coluna de destilação. Como esperado, a melhor separação ocorre na operação com refluxo total, obtendo-se uma corrente de destilado com cerca de 91% em massa de etanol. O refluxo 2:1 também apresentou uma eficiência de separação bastante elevada, com uma corrente de topo com composição de 90% em massa de etanol. A razão de refluxo 1:2 teve o pior desempenho, com uma composição de 76% em massa de etanol na corrente de destilado.

Gráfico 2 – Perfil de concentração mássica de etanol na coluna em diferentes razões de refluxo



Fonte: os autores.

É possível analisar a influência da temperatura na eficiência de separação da mistura comparando os Gráficos 1 e 2. Os casos de refluxo total e 2:1 promovem um bom resfriamento da coluna, apresentando valores próximos a 78 °C (temperatura de ebulição do etanol) na maioria dos estágios (acima do estágio 2 no refluxo total e acima do estágio 3 no refluxo 2:1). Analisando o Gráfico 2 também é possível observar que, para esses dois casos, em razão do resfriamento na coluna ocorrer na maioria dos estágios, a fração mássica de etanol é elevada até nas regiões próximas ao refervedor (ultrapassando 80% em massa de etanol no segundo estágio para refluxo total e no quarto estágio para o refluxo 2:1). No caso de refluxo 2:1, o resfriamento só age eficientemente até o sexto estágio, fazendo com que apenas a partir dessa posição ocorra um aumento na fração mássica de etanol.

Essa relação entre a eficiência na separação e o perfil de temperatura da coluna pode ser explicada pelo fato de que, nos estágios que apresentam uma temperatura menor que a temperatura do ponto de bolha da mistura, existe maior dificuldade na liberação do vapor, produzindo um maior refluxo interno e, conseqüentemente, fazendo com que o vapor suba ao condensador com maior graduação alcoólica.

#### 4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A primeira etapa deste trabalho consistiu na realização de experimentos preliminares na coluna de destilação, visando adaptar e padronizar todas as atividades operacionais. Deste modo, foram propostas adaptações no procedimento de retirada de amostras e na regulagem de temperaturas da base e do topo por meio da retirada/fornecimento de calor no condensador e no refervedor. Também foi possível perceber a falta de uma válvula de retenção de vácuo do sistema de isolamento térmico, sendo necessário monitorar constantemente o vacuômetro a fim de religar manualmente a bomba de vácuo sempre que necessário. Por fim, foi proposto um procedimento padronizado para a realização das medições de composição das amostras pelo método da picnometria.

Na análise de desempenho da coluna de destilação em diferentes razões de refluxo foram observados resultados extremamente coerentes, obtendo-se uma composição de 91% em massa de etanol no topo para operação com refluxo total, 90% para refluxo 2:1 e 76% para refluxo 1:2. Na análise do perfil de temperatura em cada estágio foi possível

perceber que maiores razões de refluxo proporcionam melhor resfriamento da coluna e, conseqüentemente, melhor separação da mistura.

De modo geral, conclui-se que a coluna de destilação apresentou resultados extremamente coerentes de perfil de temperatura e composição nas condições testadas. Além disso, a readequação e padronização das atividades operacionais facilitará futuras pesquisas e experimentos didáticos que venham a ser realizados nesse equipamento.

## REFERÊNCIAS

CARMIGNOTTO, G. P.; SIGAKI, P. T. A. **Estudo do Uso de Energia em Colunas de Destilação - Exergia**. Trabalho de Conclusão de Curso – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011. Disponível em: <http://sites.poli.usp.br/p/agosto.neiva/TCC/arquivos/1320068035.pdf>. Acesso em: 10 dez. 2018.

ECO EDUCACIONAL. **Roteiro Didático Destilação: Regime Estacionário – Coluna com Recheios**. São José: [s.n.], 2016.

LIMA, A. C.; SOARES, R. B.; MENDES, M. F. Estudo de uma Coluna Recheada para Produção de Etanol Anidro. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 7., 2009. **Anais** [...] Uberlândia, MG, 2009.

MOTA, M. F. B. **Implantação de um sistema de destilação atmosférica de petróleo no Labpetro-UFES e estudos quimiométricos de frações**. 2008. Dissertação – Programa de Pós-Graduação em Química do Centro de Ciências Exatas, Universidade Federal do Espírito Santo, ES, 2008.

SILVA, M. G. **Modelagem e Simulação de uma Coluna de Destilação para Separação dos Componentes Reacionais do Biodiesel em Matlab**. 2015. Trabalho de Conclusão de Curso – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, 2015.