



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE**

**CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA**

**COORDENAÇÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE PARTIDA DE UM  
SISTEMA DE COLUNAS DE DESTILAÇÃO  
TERMICAMENTE ACOPLADAS PARA A OBTENÇÃO DO  
ETANOL ANIDRO**

**Angela Lucínia Urtiga Vasconcelos**

Campina Grande – PB

2015

**Angela Lucínia Urtiga Vasconcelos**

**DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE PARTIDA DE UM  
SISTEMA DE COLUNAS DE DESTILAÇÃO  
TERMICAMENTE ACOPLADAS PARA A OBTENÇÃO DO  
ETANOL ANIDRO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Campina Grande como parte dos requisitos exigidos à obtenção do título de Doutora em Engenharia Química.

**Orientador:**

Prof. Romildo Pereira Brito

Campina Grande – PB

Agosto, 2015

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

- V331d Vasconcelos, Angela Lucinia Urtiga.  
Desenvolvimento e avaliação de partida de um sistema de colunas de destilação termicamente acopladas para a obtenção do etanol anidro / Angela Lucinia Urtiga Vasconcelos. – Campina Grande, 2015.  
103 f. : il. color.
- Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia.
- Orientação: Prof. Dr. Romildo Pereira Brito.  
Referências.
1. Destilação Extrativa. 2. Processos Químicos - Operação de Partida. 3. Colunas de Destilação. I. Brito, Romildo Pereira. II. Título.

CDU 66.048.62(043)

**Angela Lucínia Urtiga Vasconcelos**

**DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE PARTIDA DE UM  
SISTEMA DE COLUNAS DE DESTILAÇÃO  
TERMICAMENTE ACOPLADAS PARA A OBTENÇÃO DO  
ETANOL ANIDRO**

Tese apresentada em \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

Banca Examinadora:

---

Romildo Pereira Brito (Orientador)

---

Fernando Fernandes Vieira (Examinador)

---

Heleno Bispo da Silva Júnior (Examinador)

---

Michel François Fossy (Examinador)

---

Sidinei Kleber da Silva (Examinador)

## **Agradecimentos**

Agradeço primeiramente a Deus, pela presença constante em minha vida e por estar me ajudando a concretizar mais um projeto.

Aos meus pais, Luis Vasconcelos e Azuilda Vasconcelos, por me proporcionar a melhor educação e por sempre estarem ao meu lado, me apoiando e incentivando meus estudos.

Aos meus irmãos, pela amizade e companheirismo.

Ao orientador, Romildo Pereira Brito, pelo incentivo, orientação e cobrança nos momentos certos.

À Marcella Figueirêdo, pelas contribuições, sugestões e auxílio.

À Wagner Brandão, pela contribuição no início do desenvolvimento do trabalho.

Aos familiares e amigos.

À CAPES, pelo suporte financeiro.

## Resumo

As operações de processos químicos periodicamente são interrompidas para realização de procedimentos de manutenção preventiva e/ou corretiva nos equipamentos que fazem parte do processo. Após a parada e as etapas do comissionamento dos equipamentos, dá-se início a operação de partida. A operação de partida dos processos químicos, em especial das colunas de destilação, é uma das etapas mais complexas observadas na prática industrial. O procedimento de partida de uma coluna de destilação pode levar desde algumas horas até dias para atingir o estado estacionário. Quanto maior o tempo necessário para que a operação da coluna alcance o regime estacionário, maior será a quantidade de produtos fora de especificação e maior será o consumo de energia, o que eleva os custos da operação. Embora a operação de partida seja uma etapa de extrema importância nas plantas químicas, ainda é pouco o número de pesquisas realizadas com relação a esse tema. Além disso, não foi encontrado na literatura consultada nenhum trabalho sobre a operação de partida dos sistemas de colunas de destilação termicamente acopladas. O sistema estudado consiste de duas colunas de destilação interconectadas por duas correntes, uma corrente no estado vapor e outra no estado líquido, onde uma das colunas é do tipo extrativa, utilizada para a separação da mistura azeotrópica etanol-água, e a outra é uma coluna de recuperação do solvente etilenoglicol. O presente trabalho teve por objetivo o desenvolvimento de procedimento de partida para o sistema de destilação extrativa termicamente acoplado estudado. Foi avaliado o comportamento dinâmico do sistema durante a operação de partida, bem como o efeito da variação do perfil da vazão do vapor de aquecimento no refeedor sobre o tempo total da partida, do efeito da composição da corrente de alimentação da coluna de recuperação sobre o tempo total da partida e do efeito do instante de alimentação do solvente na coluna extrativa sobre o tempo total da partida. A partir dos resultados e das análises realizadas, foi observado que a coluna de recuperação é quem demanda mais tempo para que a operação de partida do sistema seja concluída, logo quanto menor a quantidade de etanol que é alimentada na coluna de recuperação, menor o tempo total da partida do sistema. Foi observado também, que o solvente deve ser alimentado desde o início da operação de partida, pois quanto mais tardia a alimentação do solvente na coluna extrativa, maior é o tempo total da partida.

**Palavras-chave:** partida, destilação extrativa, termicamente acoplada, simulação, dinâmica.

## Abstract

Preventive and/or corrective maintenance procedures in equipment's process operations provoke periodically shut down in the plants. After the maintenance and commissioning step conclusions, initiate the equipment's startup operation. The start-up operation of chemical processes, in particular distillation columns, is one of the most complex operations in industrial practice. The start-up procedure of a distillation column occurs in few hours or can wait days to reach steady state. The longer the time required for the operation of the column reaches the steady state, the greater the amount of off-spec product and greater energy consumption. Therefore, the starting operation has a significant impact on operating costs. Although the startup operation is a step of great importance in chemical plants, still is little the number of researches performed with respect to this subject. Moreover, the literature focuses on startup conventional distillation columns. To fill this gap, this work focused startup distillation column thermally coupled. The system studied consists of two distillation columns. One of the columns is extractive distillation type used for separating the azeotropic mixture ethanol-water. The other is a solvent recovery column. The two column is interconnected by two streams. A stream is in vapor phase, and the another stream is in liquid phase. The dynamic behavior of the system was evaluated during the startup operation in a reference configuration. Then was studied the effect of varying the heating steam flow profile in the reboiler, the effect of the feed stream composition of the recovery column and the effect of the start solvent feed extraction column in the total startup time. From the results obtained, it was observed that the recovery column is responsible for most of the time required for completion of the starting. The smaller the amount of ethanol fed to the recovery column, the lower the total time of system startup. It was also observed that the solvent should be fed since the beginning of the start-up operation, because the later the feed of the solvent in the extractive column, the greater the total start-up time.

**Keywords:** start-up, extractive distillation, thermally coupled, simulation, dynamics.

## Lista de Figuras

Figura 2.1 - Fluxograma simplificado de um processo de destilação extrativa para separação de etanol e água. ....	24
Figura 2.2 - Três esquemas de acoplamento térmico entre colunas de destilação para separação de misturas ternárias. ....	28
Figura 2.3 Sistema de colunas de destilação extrativa termicamente acoplada (TCEDS-SR). ....	30
Figura 2.4 Sistema de destilação extrativa convencional. ....	30
Figura 3.1 - Esquema de um prato utilizado na modelagem matemática da coluna. ....	45
Figura 3.2 - Esquema utilizado na representação matemática do prato perfurado. ....	47
Figura 3.3 - Especificação dos componentes no Aspen Plus. ....	48
Figura 3.4 - Fluxograma do Processo ....	49
Figura 3.5 - Configuração de Controle Padrão. ....	54
Figura 3.6 – Fluxograma do processo com os controladores. ....	55
Figura 3.7 - Parâmetros do controle COL1_CondPC. ....	55
Figura 3.8 - Parâmetros do controle COL2_CondPC. ....	56
Figura 3.9 - Parâmetros dos controles FC e FSC. ....	56
Figura 3.10 - Parâmetros do controle FV. ....	57
Figura 3.11 - Parâmetros do controle TC. ....	57
Figura 3.12 - Parâmetros do controle COL2_SumpLC. ....	58
Figura 3.13 - Controle de pressão COL1_CondPC. ....	59
Figura 3.14 - Controle de pressão COL2_CondPC. ....	59
Figura 3.15 - Controles de (a) nível COL1_DrumLC, (b) COL1_SumpLC, (c) COL2_DrumLC e (d) COL2_SumpLC. ....	60

Figura 3.16 - Controles de vazão (a) FC, (b) FSC e (c) FV. ....	60
Figura 3.17 - Controle de temperatura TC. ....	60
Figura 4.1 - Determinação do Tempo Total da Partida Para o PP1.....	67
Figura 4.2 - Vazão de Líquido nos estágios da COL1 para o PP1. ....	68
Figura 4.3 - Vazão de vapor nos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1. ....	68
Figura 4.4 - Vazão de líquido nos orifícios dos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1.....	69
Figura 4.5 - Holdup líquido dos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1.....	70
Figura 4.6 - Densidade molar do líquido nos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1.....	70
Figura 4.7 - Temperatura dos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1.....	71
Figura 4.8 - Pressão dos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1.....	72
Figura 4.9 - Comportamento dinâmico da pressão em alguns estágios da COL1 nos primeiros instantes da partida. ....	72
Figura 4.10 - Fração mássica do líquido no vaso de refluxo da COL1 para o PP1.....	73
Figura 4.11 - Holdup total, do líquido e do vapor no vaso de refluxo da COL1 para o PP1. ..	74
Figura 4.12 - Holdup líquido dos componentes no vaso de refluxo da COL1 para o PP1.....	74
Figura 4.13 - Fração mássica do líquido no vaso de refluxo da COL1 para o PP1.....	75
Figura 4.14 - Comportamento dinâmico da fração molar do líquido e da fração molar do vapor em alguns estágios da zona de retificação da COL1. ....	76
Figura 4.15 - Comportamento dinâmico da fração molar do líquido e da fração molar do vapor em alguns estágios da zona de esgotamento da COL1.....	77
Figura 4.16 - Fração molar dos componentes na fase líquida ao longo dos estágios da coluna no estado estacionário.....	78

Figura 4.17 - Fração molar dos componentes na fase líquida ao longo dos estágios durante o procedimento de partida .....	79
Figura 4.18 - Comportamento dinâmico da (a) Temperatura e da (b) Pressão dos estágios da COL2. ....	80
Figura 4.19 - Perfil da temperatura no estágio 24 da COL1.....	80
Figura 4.20 - Comportamento dinâmico da (a) Vazão do Vapor e da (b) Vazão do Líquido dos estágios da COL2. ....	81
Figura 4.21. Comportamento dinâmico do Holdup Líquido dos estágios da COL2. ....	82
Figura 4.22 - Comportamento dinâmico da fração molar do líquido e da fração molar do vapor nos estágios 2 e 5 da COL2. ....	82
Figura 5.1 - Perfis da vazão de vapor de aquecimento para os procedimentos PP1, PP2 e PP3. ....	85
Figura 5.2 - Tempo total da partida para os procedimentos PP1, PP2 e PP3.....	86
Figura 5.3 - Fração mássica da corrente VAP para os procedimentos PP1, PP2 e PP3.....	87
Figura 5.4 - Comportamento dinâmico da fração molar na corrente de destilado da COL2 para o PP2.....	88
Figura 5.5 - Comportamento dinâmico da fração molar na corrente de destilado da COL2 para o PP3.....	88
Figura 5.6 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto TOPS-1 e BOTTOM-1 da COL1 e na corrente TOPS2-1 da COL2 para o PP2.....	89
Figura 5.7 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto TOPS-1 e BOTTOM-1 da COL1 e na corrente TOPS2-1 da COL2 para o PP3.....	90
Figura 5.8 - Fração mássica da corrente VAP para os procedimentos PP1, PP4 e PP5.....	92
Figura 5.9 - Tempo total da partida para os procedimentos PP1, PP4 e PP5.....	93
Figura 5.10 - Perfil da temperatura de alguns estágios da COL1 para os procedimentos PP1, PP4 e PP5. ....	93

Figura 5.11 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto da COL1 e da COL2 para o PP4.....	94
Figura 5.12 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto da COL1 e da COL2 para o PP5.....	94
Figura 5.13 - Instantes da alimentação do solvente para os procedimentos PP1e PP6. ....	95
Figura 5.14 - Tempo total da partida para os procedimentos PP1 e PP6. ....	96
Figura 5.15 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto da COL1 e da COL2 para o PP6.....	96
Figura 5.16 - Novo fluxograma para o sistema de colunas de destilação termicamente acopladas. ....	97
Figura 5.17 - Vazão mássica das correntes de alimentação da COL2 para o PP7. ....	98
Figura 5.18 - Tempo total da partida para os procedimentos PP7.....	99
Figura 5.19 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto da COL1 e da COL2 para o PP7.....	99

## **Lista de Tabelas**

Tabela 2.1 - Solventes líquidos comumente usados na destilação extrativa. ....	26
Tabela 3.1 - Especificações das correntes FEED e SOLVENT. ....	50
Tabela 3.2 - Condições operacionais das colunas 1 e 2.....	51
Tabela 3.3 - Características geométricas das colunas 1 e 2.....	52

# Nomenclatura

$A$  - área de superfície ativa do estágio [ $\text{m}^2$ ]

$a$  - componente a [-]

$b$  - componente b [-]

$D$  - diâmetro do prato [m]

$F$  - Vazão da alimentação [kmol/h]

$g$  - aceleração da gravidade [ $\text{m/s}^2$ ]

$h$  - entalpia do líquido [kJ/kmol]

$H$  - entalpia do vapor [kJ/kmol]

$h_{ow}$  - altura de líquido acima da altura do vertedor [m]

$h_t$  - altura total de líquido [m]

$h_w$  - altura do vertedor [m]

$K$  - constante do equilíbrio [-]

$K_{dh}$  - constante do orifício [-]

$L$  - Vazão de líquido [kmol/h]

$L_w$  - comprimento do vertedor [m]

$M$  - Holdup [kmol/h]

$MT$  - diferença entre a temperatura de estado estacionário de alguns pratos e seus valores medidos [ $^{\circ}\text{C}$ ]

$P^0$  - pressão de vapor do componente puro [bar]

$Q_L$  - vazão volumétrica de líquido [ $\text{m}^3/\text{h}$ ]

$Q_L$  - vazão volumétrica de vapor [ $\text{m}^3/\text{h}$ ]

$S_{ab}$  - seletividade [-]

$T$  - temperatura [°C]

$T^{ss}$  - temperatura do estado estacionário [°C]

$V$  - Vazão do vapor [kmol/h]

$W$  - Vazão do produto [kmol/h]

$x$  - fração molar na fase líquida [-]

$y$  - fração molar na fase vapor [-]

## **Letras Gregas**

$\alpha_{ab}$  - volatilidade relativa [-]

$\gamma$  - coeficiente de atividade [-]

$\rho_l$  - densidade molar do líquido [kmol/m<sup>3</sup>]

$\rho_v$  - densidade molar do vapor [kmol/m<sup>3</sup>]

## **Subscritos**

F - Alimentação

i - índice dos componentes

j - índice do prato ou estágio

L - Líquido

V - Vapor

## **Siglas e Definições**

COL1 – coluna 1

COL2 – coluna 2

ELV - Equilíbrio Líquido-Vapor

MESH – Conjunto de equações de balanço de massa (M), relações de equilíbrio (E), somatório das frações molares (S), balanços de energia (H).

NRTL - Non-Random Two Liquid, modelo para o cálculo do coeficiente de atividade

PP1 – procedimento de partida 1

PP2 – procedimento de partida 2

PP3 – procedimento de partida 3

PP4 – procedimento de partida 4

PP5 – procedimento de partida 5

PP6 – procedimento de partida 6

PP7 – procedimento de partida 7

# Sumário

<b>Capítulo 1 – Introdução .....</b>	<b>17</b>
1.1 Definição do Problema .....	17
1.2 Objetivos .....	18
1.3 Contribuições .....	19
1.4 Organização da Tese .....	20
<b>Capítulo 2 – Revisão Bibliográfica.....</b>	<b>23</b>
2.1 Destilação Extrativa .....	23
2.2 Destilação Termicamente Acoplada .....	26
2.3 Operação de Partida .....	30
2.4 Estudos da Operação de Partida.....	34
2.4.1 Colunas de destilação convencionais .....	34
2.4.2 Colunas de destilação em batelada.....	36
2.4.3 Colunas de destilação reativas .....	37
2.4.4 Colunas de destilação extrativas .....	38
2.4.5 Colunas de destilação com integração térmica .....	39
<b>Capítulo 3 – Modelagem Matemática .....</b>	<b>42</b>
3.1 Modelagem Dinâmica.....	43
3.2 Modelo Matemático da Coluna de Destilação .....	44
3.2.1 No estado estacionário .....	44
3.2.2 No regime transiente .....	45
3.3 Construção do Modelo.....	47

3.3.1	Construção do modelo no Aspen Plus .....	48
3.3.2	Construção do modelo no Aspen Plus Dynamics .....	53
<b>Capítulo 4 – Desenvolvimento do Procedimento de Partida .....</b>		<b>63</b>
4.1	Procedimento Base para a Operação de Partida de uma Coluna de Destilação.....	63
4.2	Procedimento de Partida Desenvolvido para o Sistema Estudado .....	64
4.3	Comportamento Dinâmico do Sistema Durante a Operação de Partida .....	67
4.3.1	Comportamento dinâmico da COL1 .....	67
4.3.2	Comportamento dinâmico da COL2 .....	80
<b>Capítulo 5 – Avaliação do Tempo de Partida .....</b>		<b>84</b>
5.1	Efeito do Perfil de Variação da Vazão do Vapor de Aquecimento no Refervedor.....	84
5.2	Efeito da Composição do Vapor de Alimentação da Coluna de Recuperação.....	90
5.3	Efeito do Instante da Alimentação do Solvente.....	95
5.4	Desenvolvimento de um Procedimento de Partida Baseado na Análise dos Resultados.....	97
<b>Capítulo 6 – Conclusões .....</b>		<b>101</b>
<b>Sugestões para Trabalhos Futuros.....</b>		<b>121</b>
<b>Referências Bibliográficas .....</b>		<b>122</b>
<b>Apêndice I.....</b>		<b>128</b>
<b>Apêndice II.....</b>		<b>127</b>

# Capítulo 1

---

## Introdução

# Capítulo 1 – Introdução

## 1.1 Definição do Problema

A operação de uma coluna de destilação periodicamente é interrompida para que se possam realizar procedimentos de manutenção. Segundo Tavares e Silva Filho (2000), o processo de manutenção tem por objetivo gerar condições operacionais para que equipamentos, instalações e serviços funcionem adequadamente. Após a manutenção, dá-se início a operação de partida até que o processo contínuo alcance o estado estacionário desejado.

A operação de partida de uma coluna de destilação, dependendo do operador ou das próprias características do processo, pode levar algumas horas até dias para atingir o estado estacionário (STEINMACHER et al, 2005). Quanto maior o tempo necessário para que a operação da coluna alcance o estado estacionário, maior será a quantidade de produtos fora de especificação e maior será o consumo de energia, o que diminui o rendimento do processo e eleva os custos da operação.

A operação de partida dos processos químicos e, em particular, das colunas de destilação é muito complexa devido às mudanças simultâneas em diversas variáveis relevantes ao processo. A complexidade da operação pode ser observada pelo comportamento dinâmico da coluna de destilação durante a operação de partida. Este comportamento dinâmico é observado durante um período de tempo que vai do estado inicial da partida a um estado pseudo-estacionário, que é obtido quando a composição definida de um produto é observada.

A destilação é uma das operações químicas mais utilizadas como processo de separação na indústria química, embora tenha como desvantagem o alto consumo de energia exigido. Com o intuito de diminuir o alto consumo de energia, vários pesquisadores vêm apresentando novas abordagens para a destilação. Uma das novas abordagens apresentadas é o sistema de colunas de destilação termicamente acopladas. O sistema de colunas de destilação termicamente acopladas é obtido através da implementação de correntes que fazem a interconexão entre as colunas, uma corrente na fase vapor e outra corrente na fase líquida. Cada interconexão substitui um condensador ou um refeedor de uma das colunas. Esta

configuração pode resultar numa redução no consumo de energia de até 30% em relação à configuração convencional (GUERRA, 2008).

Embora a destilação seja um dos processos de separação mais estudados no meio acadêmico em termos de projeto, controle e otimização, ainda é muito pouco o número de pesquisas que foram realizadas com relação ao procedimento de partida desse processo, a não ser para o caso da destilação descontínua onde ainda é possível encontrar um número maior de pesquisas nesta área. Além disso, não foram encontrados na literatura consultada, trabalhos que abordam a operação de partida de um sistema de colunas de destilação termicamente acopladas.

Sendo assim, a principal motivação deste trabalho é contribuir com o estado da arte da operação de partida de colunas de destilação, em especial, do sistema de colunas de destilação termicamente acopladas através da modelagem e simulação da operação de partida do sistema proposto. E a partir da simulação, apresentar um estudo do comportamento dinâmico desta operação e propor um procedimento de partida adequado e satisfatório para o sistema.

O uso da modelagem e simulação para a determinação dos procedimentos realizados na operação de partida se torna uma ferramenta fundamental para operadores e projetistas de plantas. Portanto, através dessa ferramenta os operadores se tornam mais preparados para diagnosticar e lidar com muitos problemas operacionais além de obter informações sobre os efeitos das diferentes ações tomadas durante a operação de partida. Da mesma forma, os projetistas podem utilizar essa ferramenta como fonte de informação para ajudá-los na triagem de alternativas de projetos, bem como evitar o maior número possível de problemas operacionais e de controle (RUIZ; CAMERON; GANI, 1988).

## **1.2 Objetivos**

O trabalho tem por objetivo o estudo do comportamento dinâmico de um sistema de colunas de destilação termicamente acopladas durante a operação de partida e, baseado neste estudo, propor um procedimento de partida apropriado para o sistema. O sistema estudado consiste de uma coluna de destilação extrativa, utilizada para separar a mistura azeotrópica etanol-água com o solvente etilenoglicol, termicamente acoplada a uma coluna de recuperação do solvente. A modelagem e simulação do sistema estudado foram realizadas no pacote computacional Aspen Plus.

Os objetivos específicos são:

1. Desenvolver o modelo do sistema de colunas de destilação termicamente acopladas estudado, no regime estacionário, no Aspen Plus e exportar para o Aspen Plus Dynamics;
2. Desenvolver o modelo da partida, a partir de um estado frio e vazio, para o sistema de colunas destilação termicamente acopladas no Aspen Plus Dynamics;
3. Analisar o comportamento dinâmico do sistema durante a operação de partida;
4. Analisar o efeito da vazão do vapor de aquecimento durante a operação de partida sobre o tempo total da partida do sistema;
5. Analisar o efeito da composição da corrente de alimentação da coluna de recuperação do sistema sobre o tempo total da partida;
6. Analisar o efeito do instante de alimentação do solvente sobre o tempo da partida;
7. Desenvolver um procedimento padrão de partida adequado para o sistema.

### **1.3 Contribuições**

O desenvolvimento de um procedimento de partida para um sistema de colunas de destilação termicamente acopladas não foi encontrado na literatura pesquisada, desta forma, esse trabalho contribui, principalmente, com o estado da arte relativo a esse tema. Além do desenvolvimento de um procedimento de partida, o presente trabalho apresenta algumas avaliações do efeito de importantes variáveis sobre o tempo da partida, o que permitiu a proposta de um procedimento em que esta operação é realizada em um tempo menor. Portanto as contribuições deste trabalho são:

- Avaliação do comportamento dinâmico de variáveis durante a operação de partida do sistema de colunas de destilação termicamente acopladas;
- Desenvolvimento de um procedimento de partida para o sistema estudado;
- Avaliação do efeito de variação da vazão do vapor de aquecimento sobre o tempo total da partida;

- Avaliação do efeito da composição do vapor de alimentação da coluna de recuperação, COL2, sobre o tempo total da partida;
- Avaliação do efeito do instante de alimentação do solvente sobre o tempo total da partida;
- Desenvolvimento de uma nova configuração para o sistema, através da inclusão de uma nova corrente de alimentação para a coluna de recuperação, que permite a redução no tempo de partida total do sistema.

## 1.4 Organização da Tese

A tese está organizada conforme os seguintes capítulos:

- **Capítulo 2:** Este capítulo apresenta uma revisão bibliográfica a respeito do tema abordado neste trabalho, apontando algumas pesquisas realizadas sobre a partida de colunas de destilação convencionais, extrativas, reativas, batelada e com integração térmica.
- **Capítulo 3:** Este capítulo apresenta a fundamentação teórica sobre a modelagem matemática dinâmica utilizada pelo pacote computacional Aspen Plus Dynamics. Além disso, são apresentadas as etapas para a construção do modelo do sistema de colunas de destilação termicamente acopladas estudado no Aspen Plus, no estado estacionário, e no Aspen Plus Dynamics, no regime transiente.
- **Capítulo 4:** Neste capítulo, é apresentada a sequência de ações que constitui o procedimento de partida desenvolvido para o sistema estudado, bem como o estudo do comportamento dinâmico do sistema de colunas de destilação termicamente acopladas estudado durante a aplicação do procedimento de partida desenvolvido no capítulo 5.
- **Capítulo 5:** No capítulo 5, são apresentados os resultados da análise do efeito da variação do perfil da vazão do vapor de aquecimento no refeedor, do efeito da variação da composição da corrente de alimentação da coluna de recuperação e do efeito do instante de alimentação do solvente na coluna extrativa sobre o tempo total da partida são apresentados. Além disso, é apresentada uma nova configuração para o sistema que permitiu a redução do tempo total da partida.

- **Capítulo 6:** No capítulo 10, são apresentadas as conclusões obtidas a partir do desenvolvimento do procedimento de partida para o sistema estudado e sugere possíveis propostas para trabalhos futuros.
- **APÊNDICE I:** Apresentação de um arquivo “*task*”, que corresponde às sequências de ações realizadas no procedimento de partida PP1, desenvolvido no pacote computacional Aspen Plus Dynamics.
- **APÊNDICE II:** Apresentação dos artigos publicados no transcurso do desenvolvimento do trabalho.

## **Capítulo 2**

---

# **Revisão Bibliográfica**

## Capítulo 2 – Revisão Bibliográfica

### 2.1 Destilação Extrativa

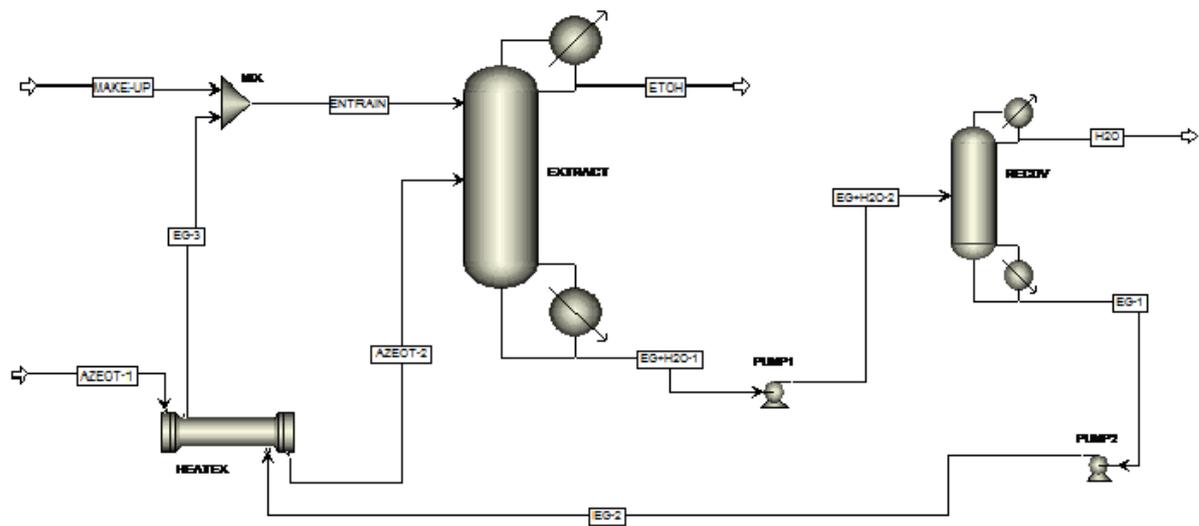
A separação de misturas não-ideais, como é o caso da mistura etanol-água, é feita através de métodos “especiais” de destilação, que empregam um componente adicional à mistura original, chamado de solvente, *entrainer* ou agente separador. Dependendo da volatilidade do composto adicionado, a destilação é classificada como azeotrópica ou extrativa (SOUZA, 2012).

Até pouco tempo este tipo de destilação só era utilizado quando os métodos convencionais eram impraticáveis ou impossíveis, como no caso da separação de misturas azeotrópicas. Todavia, hoje em dia a destilação extrativa é muito utilizada para separar componentes com volatilidades muito próximas, o que pelos métodos convencionais requer muitos estágios e razões de refluxo elevadas. Este método requer menos energia e muitas vezes o que se economiza paga o equipamento de recuperação do solvente (GOMIDE, 1988). A destilação extrativa é um processo de vaporização parcial, que ocorre na presença de um agente de separação não-volátil e de alto ponto de ebulição, que é adicionado a uma mistura azeotrópica para alterar a volatilidade relativa do componente chave sem a formação de um novo azeótropo (PERRY et al., 1992).

Geralmente, o solvente é alimentado na parte superior da coluna, acima do estágio de alimentação da mistura azeotrópica e mantém-se em uma concentração considerável na fase líquida ao longo da coluna (GIL et al., 2009). Conseqüentemente, o agente separador será recolhido pelo fundo da coluna extrativa. A corrente rica em solvente é encaminhada para a coluna de recuperação visando à reutilização do agente separador. Ele é facilmente recuperado por destilação comum, já que tem alto ponto de ebulição (SOUZA, 2012). Na Figura 2.1 é mostrada uma ilustração simplificada do processo.

Apenas pequenas quantidades de solventes são perdidas na operação. Alimenta-se a mistura azeotrópica de etanol e água na primeira coluna, chamada coluna extrativa, da qual o componente mais volátil sai pelo topo, o solvente é alimentado próximo ao topo dessa coluna e “arrasta” o componente água para a base, de onde a mistura água + solvente segue para o *stripper* de solvente, que promove a separação da água e do solvente (GOMIDE, 1988).

**Figura 2.1 - Fluxograma simplificado de um processo de destilação extrativa para separação de etanol e água.**



Fonte: Figueirêdo (2013)

A escolha do solvente é uma etapa muito importante da concepção do processo. As principais características que um composto deve apresentar para ser considerado um solvente atrativo para um processo são (SOUZA, 2012):

- Não reagir com nenhuma das espécies da mistura a ser destilada;
- Não ser corrosivo;
- Não ser tóxico;
- Permitir uma separação fácil na coluna de recuperação, a fim de que seja reciclado;
- Baixo custo;
- Baixo calor de vaporização;

O solvente escolhido tem o objetivo de modificar o equilíbrio líquido-vapor do sistema inicial. Na destilação extrativa, o mecanismo deste fenômeno está relacionado com a interação preferencial das moléculas do solvente com um dos constituintes do sistema. Isto permite que uma determinada separação seja atingida com um número de estágios menor do que os necessários numa destilação comum, além de promover o deslocamento e a “quebra” de azeótropos (SOUZA, 2012).

Os solventes mais comuns usados na destilação extrativa são: os glicóis, o glicerol, a gasolina. E para os casos da destilação extrativa salina, sais inorgânicos e acetato tais como: cloreto de cálcio, cloreto de alumínio, nitrato de potássio, carbonato de potássio (GIL, 2009).

A facilidade da separação de uma mistura com os componentes chaves  $a$  e  $b$  é dada pela volatilidade relativa:

$$\alpha_{ab} = \frac{y_a/x_a}{y_b/x_b} = \frac{\gamma_a P_a^0}{\gamma_b P_b^0} \quad (2.1)$$

Onde,  $x$  é a fração molar na fase líquida,  $y$  é a fração molar na fase vapor,  $\gamma$  é o coeficiente de atividade e  $P^0$  é a pressão de vapor do componente puro (LEI et. al, 2003). O solvente é introduzido para mudar a volatilidade relativa. Desde que a razão  $P_a^0/P_b^0$  é constante para pequenas mudanças de temperatura, a única forma de a volatilidade relativa ser afetada é pela introdução de um solvente que mude a razão  $\gamma_a/\gamma_b$ . Esta razão, na presença do solvente é chamada de seletividade,  $S_{ab}$ .

$$S_{ab} = \left( \frac{\gamma_a}{\gamma_b} \right) \quad (2.2)$$

Em alguns casos, uma mudança significativa na pressão de operação e, portanto, de temperatura, muda  $\alpha_{ab}$  o suficiente para eliminar o azeótropo. Além de alterar a volatilidade relativa, o solvente deve também ser facilmente separado dos produtos da destilação, isto é, é desejável que o solvente tenha um alto ponto de ebulição em relação aos componentes a serem separados. Outros critérios, tais como corrosão, preços, e fontes também devem ser levados em consideração. No entanto, a volatilidade relativa é mais importante.

Quando os solventes são classificados com relação à volatilidade relativa, o solvente que apresenta a maior volatilidade relativa é sempre considerado como sendo o solvente mais promissor para a separação pretendida. Isto pode indicar que, do ponto de vista econômico, a utilização do solvente com a maior volatilidade relativa dará sempre o menor custo anual total para o processo de destilação extrativa (LEI et al., 2003).

A Tabela 2.1 ilustra alguns exemplos de solventes líquidos simples comumente usados na destilação extrativa.

Tabela 2.1 - Solventes líquidos comumente usados na destilação extrativa.

<b>Componentes a serem separados</b>	<b>Solventes</b>
<b>Álcool (etanol, isopropanol, tert-butanol) e água</b>	Etilenoglicol
<b>Acido acético e água</b>	Tributilamina
<b>Acetona e metanol</b>	Água, etilenoglicol
<b>Metanol/ acetato de metila</b>	Água
<b>Propileno e propano</b>	Acetonitrila
<b>Hidrocarbonetos C4</b>	Acetona, acetonitrila, N-dimetilformamida (DMF), N-metil Pirrolidona (NMP), N-formil Morfolina (NFM)
<b>Álcool (etanol, isopropanol) e água</b>	DMF
<b>Hidrocarbonetos C5</b>	DMF
<b>Aromáticos e não-aromáticos</b>	DMF, NMP, NFM

Fonte: Lei et al. (2003)

## 2.2 Destilação Termicamente Acoplada

A destilação, provavelmente, é a unidade de operação mais estudada da engenharia química, pois é a técnica de separação mais utilizada nas indústrias químicas. A principal desvantagem desta operação é o alto consumo de energia exigido. Portanto, a destilação é um dos processos mais abordados com o objetivo de alcançar uma economia de energia (CABALLERO, 2009; GUERRA, 2008). A maioria das modificações e pesquisas realizadas foi destinada, principalmente, a aumentar a integração térmica dentro da unidade de destilação; algumas feitas diretamente nos dispositivos de aquecimento, enquanto outras têm sido realizadas nas colunas de destilação principais (RIVERO e ANAYA, 1990).

A integração térmica dos processos é bem sucedida na redução do consumo de energia na destilação convencional. No entanto, a possibilidade de integração térmica de colunas de destilação convencionais com o restante do processo é muitas vezes limitada (TRANTAFYLLOU e SMITH, 1993). Essa limitação levou muitos pesquisadores a desenvolverem novas estratégias de destilação não-convencionais como, por exemplo, o sistema de colunas de destilação termicamente acopladas. Do ponto de vista da necessidade

de energia, as colunas de destilação convencionais (uma única corrente de alimentação com duas correntes de produtos, condensador e refeedor) apresentam uma ineficiência inerente produzida pela irreversibilidade termodinâmica durante a mistura das correntes na alimentação, no topo e na base da coluna (efeito remixing) (CABALLERO, 2009).

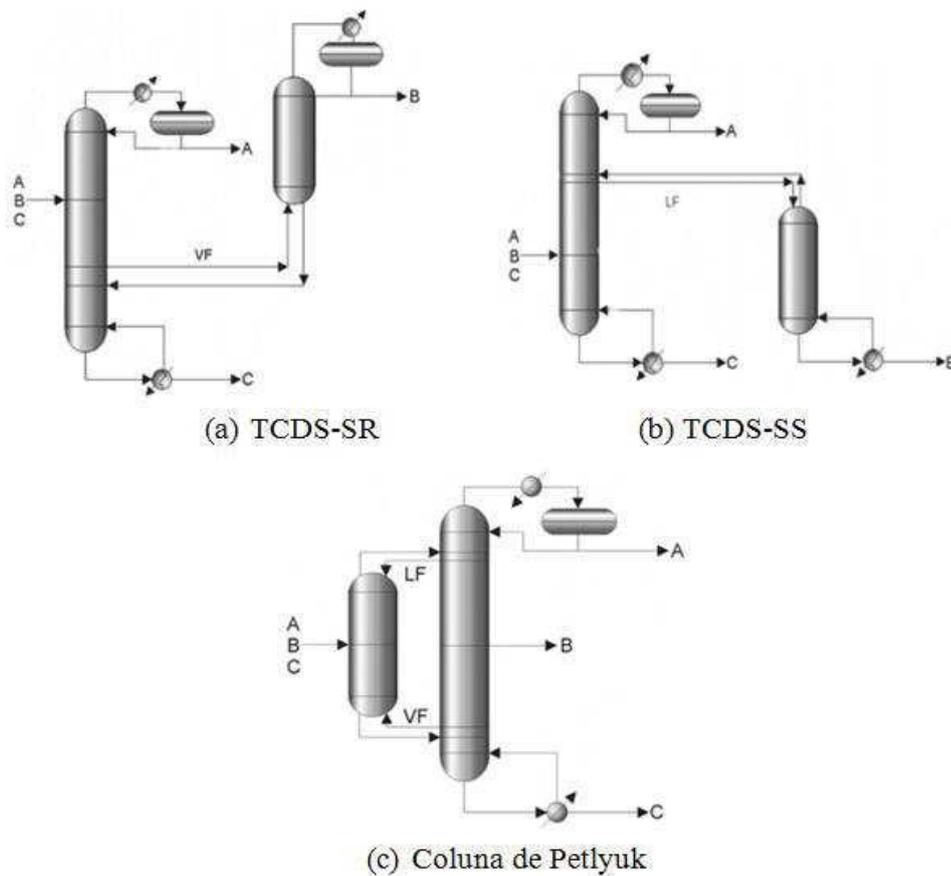
O efeito remixing ocorre em qualquer tipo de separação que apresente um componente com ponto de ebulição intermediário e pode ser generalizado a uma mistura de N componentes. Estudos teóricos desenvolvidos por Petlyuk et al. (1965), mostraram que a ineficiência pode ser melhorada ao remover alguns trocadores de calor e introduzir um acoplamento térmico entre as colunas (CABALLERO, 2009). Em contrapartida, Brito (2014) mostrou que o efeito remixing aumenta com o uso do acoplamento térmico entre colunas, além disso, afirmou que a sequência convencional apresenta maiores eficiências termodinâmicas.

Nos últimos anos, o uso de colunas de destilação com acoplamento térmico tem recebido uma atenção considerável, especialmente, para o caso de problemas de separação de misturas ternárias. Os sistemas de colunas de destilação termicamente acopladas (TCDS) são obtidos através da implementação de correntes de interligação (uma na fase vapor e outra na fase líquida) entre duas colunas (GUERRA, 2008).

Cada interligação substitui um condensador ou um refeedor de uma das colunas, proporcionando assim uma economia nos custos de capital de investimento. Além disso, através de uma adequada seleção dos valores das vazões das correntes de interligação do TCDS, pode-se obter uma economia de energia significativa em relação à destilação convencional (GUERRA, 2008).

Para o caso de misturas ternárias, o acoplamento térmico entre colunas pode incluir um stripper lateral (TCDS-SR), que pode ser visualizado na Figura 2.2a, um retificador lateral (TCDS-SS), como mostra a Figura 2.2b, o acoplamento térmico total entre as colunas (esquema de Petlyuk) como observado na Figura 2.2c, entre outros (SEGOVIA-HERNÁNDEZ et al., 2006).

**Figura 2.2 - Três esquemas de acoplamento térmico entre colunas de destilação para separação de misturas ternárias.**



Fonte: Segovia-Hernández et al. (2006)

Na Figura 2.2(a), a interligação entre as colunas eliminou o refeedor da coluna lateral stripper. Na Figura 2.2(b), a interligação entre as colunas eliminou o condensador da coluna lateral retificadora. Na Figura 2.2(c), as interligações entre as colunas eliminaram o condensador e o refeedor da segunda coluna, tornando o sistema totalmente termicamente acoplado.

Existe uma quantidade considerável de pesquisas que analisam as vantagens relativas ao TCDS para separações ternárias com modelos que consideram o equilíbrio e o não-equilíbrio dos estágios (TRIANTAFYLLOU e SMITH, 1992; ANNAKOU e MIZSEY, 1996; HERNÁNDEZ e JIMÉNEZ, 1996; DÜNNEBIER e PANTELIDES, 1999; YEOMANS e GROSSMANN, 2000; REV et al., 2001; EMTIR et al., 2003; ABAD-ZARATE et al., 2006; GERRA, 2008). A maior parte dessas pesquisas mostrou que o sistema de colunas de

destilação termicamente acopladas é capaz de reduzir o consumo de energia em torno de 30% em relação ao sistema de destilação convencional.

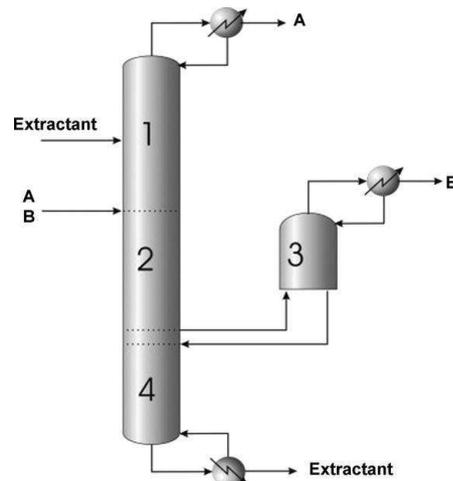
Long e Lee (2013) mostraram que a utilização do sistema de coluna de destilação extrativa termicamente acoplada para separar a mistura azeotrópica acetona-metanol com o solvente água obteve uma redução de 13,36 % de energia em relação à sequência de destilação extrativa convencional. Para separar a mistura azeotrópica heptano-tolueno com o solvente anilina obteve uma redução de 32,03% de energia.

Em contrapartida, Errico et al. (2013) mostraram que a presença do acoplamento térmico entre a coluna extrativa e a de recuperação do solvente não reduz o consumo de energia, mas reduz ligeiramente o custo de capital total. Segundo Delgado-Delgado et al. (2014), múltiplos estados estacionários podem ocorrer com a otimização do consumo de energia para a sequência de destilação termicamente acoplada e, portanto, é importante detectar todas as regiões operacionais, uma vez que elas podem diferir significativamente em relação ao consumo de energia.

Guerra et al. (2008), apresentaram uma nova maneira de usar o sistema de colunas de destilação termicamente acopladas que é utilizado na separação de misturas de hidrocarbonetos. Eles estudaram a purificação de várias misturas diferentes usando um sistema de coluna de destilação extrativa termicamente acoplada a um retificador lateral (TCEDS-SR), como pode ser observado na Figura 2.3. A principal diferença entre a forma de utilização anterior e a nova maneira é a adição de uma nova corrente de alimentação (*Extractant*) a coluna de destilação principal.

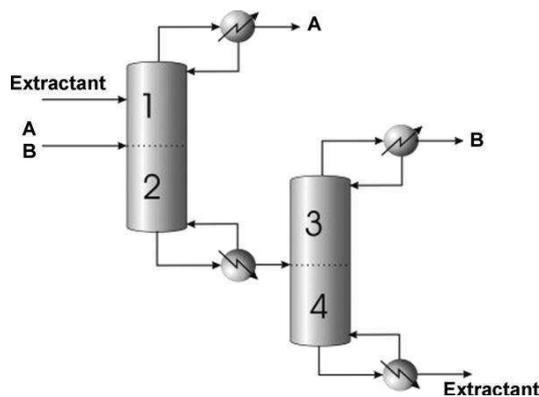
Guerra et al (2008), desenvolveram o sistema TCEDS-SR a partir de uma interligação térmica na fase vapor no sistema de destilação extrativa convencional com sequência direta mostrado na Figura 2.4. A interligação térmica permitiu eliminar o refeedor da segunda coluna do sistema convencional, além disso, a seção 4 da coluna foi movida para a base da primeira coluna do sistema convencional.

**Figura 2.3** Sistema de colunas de destilação extrativa termicamente acoplada (TCEDS-SR).



Fonte: Guerra et al. (2008)

**Figura 2.4** Sistema de destilação extrativa convencional.



Fonte: Guerra et al. (2008)

## 2.3 Operação de Partida

A operação de partida é um dos processos mais complicados observados na prática industrial devido à mudança simultânea de diversas variáveis relevantes ao processo (KRUSE, 1996). Além disso, esta operação apresenta uma natureza de transição de fase, longo tempo de resposta e uma forte interação entre as variáveis (WOZNY e LI, 2002). Como este período de transição é considerado um período não produtivo, muitas pesquisas têm sido realizadas com o objetivo de apresentar novas políticas de partida que minimizem o tempo de partida, o consumo de energia ou a quantidade de resíduos (ELGUE et al., 2004).

A partida de uma coluna de destilação é uma prática industrial que necessita de dezenas de horas para ser realizada, resultando em uma grande quantidade de produtos fora de especificação. Muitos fatores apresentam impactos sobre o desempenho da operação de partida e não existem regras gerais para o desenvolvimento de estratégias de partida para todos os tipos de colunas de destilação (WOZNY e LI, 2002).

O comportamento dinâmico complexo de uma coluna de destilação durante a operação de partida torna a simulação desta operação um problema de modelagem muito desafiador. Este comportamento dinâmico é observado durante um período de tempo que vai do estado inicial da partida a um estado pseudo-estacionário, que é obtido quando a composição definida de um produto é observada (ELGUE et al., 2004). Através de simulações e medições experimentais tem-se observado que a operação de partida envolve comportamentos dinâmicos complexos e transientes nas variáveis hidráulicas e termodinâmicas, originando um comportamento altamente não-linear nas composições do produto (EDEN et al., 2000).

É necessário ter um bom conhecimento do comportamento dinâmico do sistema durante a operação de partida para o desenvolvimento de uma política de partida adequada. Os procedimentos pelos quais essa política pode ser determinada podem servir como uma ótima ferramenta para os operadores e projetistas de plantas. Para os operadores, essa ferramenta iria melhor prepará-los para diagnosticar e lidar com muitos possíveis problemas operacionais como também forneceria um conhecimento do efeito das diferentes ações tomadas durante a operação de partida. Para os projetistas, essa ferramenta poderia ajudar enormemente na triagem de alternativas bem como evitar muitos problemas de operabilidade e controle (RUIZ et al., 1988).

A maior parte das ações no começo da operação de partida consiste na abertura e fechamento de válvulas. Durante este período, algumas variáveis variam do valor zero para valores diferentes de zero e em seguida retornam ao valor zero, por exemplo, a vazão de líquido através dos orifícios dos pratos e a vazão do vapor através dos *downcomers*. Enquanto isto, variáveis como, por exemplo, queda de pressão e vazão de líquido através dos *downcomers* variam do valor zero para valores diferentes de zero.

No começo desta operação, variáveis termodinâmicas (por exemplo, temperatura dos pratos, pressão dos pratos, composição dos pratos, etc) apresentam o mesmo valor em todos os pratos enquanto que variáveis hidráulicas (por exemplo, vazões de líquido e vapor, queda de pressão nos pratos, etc) apresentam valores zero e diferentes de zero, dependendo do

procedimento de partida empregado. Nos instantes seguintes, podem ocorrer mudanças bruscas nas variáveis. Quando a coluna está muito próxima do estado estacionário desejado o sistema de controle projetado para manter a coluna em torno deste estado pode ser empregado (RUIZ et al., 1988).

Com base no comportamento dinâmico, a operação de partida pode ser dividida em três fases:

1. Fase descontínua: Esta é a fase inicial da partida, onde os pratos estão gotejando e o aquecimento está em progresso. Bombas e fluxos são iniciados. O controle de variáveis secundárias tais como níveis, vazões e temperatura de alimentação são aplicados e o tempo necessário para o aquecimento inicial é definido (EDEN et al., 2000). Esta fase, apesar de curta, é um período em que grandes variações ocorrem, por exemplo, na vazão e na pressão da coluna. A duração deste período não é afetada pelo procedimento de partida adotado. Durante este período, as variáveis hidráulicas sofrem grandes variações, os orifícios dos pratos são vedados pelo vapor ascendente na coluna, os *downcomers* são selados pelo fluxo de líquido descendente e as variáveis termodinâmicas começam com valores constantes em todos os pratos ou estágios da coluna e gradualmente formam perfis de variação (RUIZ et al., 1988);
2. Fase semi-contínua: Esta fase é iniciada no fim da fase descontínua. Durante este período, as variáveis termodinâmicas, pressões e temperaturas, sofrem grandes variações e apresentam um comportamento dinâmico altamente não-linear, mas não descontínuo. As variáveis hidráulicas sofrem pequenas variações e quase atingem seus valores de estado estacionário ao final deste período. As composições lentamente se aproximam dos valores desejados, mas são muito sensíveis a alterações em outras variáveis do processo;
3. Fase contínua: Durante esta fase final do procedimento de partida, as variáveis estão em torno do estado estacionário e sujeitas a pequenas perturbações. Assim, o sistema de controle desenvolvido para manter a operação da coluna em um estado estável deve ser operado de modo a alcançar a vizinhança do estado estacionário desejado.

Os três procedimentos de partida mais comuns para a destilação convencional são (STAUDT, 2007):

- Convencional: no procedimento convencional, a coluna inicia a partida de um estado vazio e frio com a alimentação da mistura a ser separada. Os controladores são colocados em modo automático com os setpoints das variáveis ajustados nos valores do estado estacionário e espera-se até que o sistema alcance o estado estacionário desejado;
- Refluxo total: neste procedimento, a coluna parte de um estado vazio e frio e a alimentação é iniciada. Quando o nível no refeedor alcança o set point, o fornecimento de calor é iniciado e o vapor produzido no refeedor começa a ascender na coluna. Quando o vapor atinge o condensador, a coluna começa a operar em refluxo total, ou seja, todo o vapor condensado retorna a coluna e não há retirada de destilado no topo da coluna. Em um determinado momento, as variáveis controladas são ajustadas em seus valores do estado estacionário, isto é, os controladores são colocados em modo automático, e a unidade evolui para o estado estacionário;
- Destilado total: durante este procedimento, a coluna é operada sem refluxo e o destilado é totalmente removido. Em determinado tempo, os controladores são colocados no modo automático com seus *setpoints* ajustados nos valores do estado estacionário e a coluna atinge esse estado.

O procedimento de partida convencional necessita, geralmente, de um longo período de tempo até alcançar o estado estacionário (WOZNY e LI, 2002). Durante os procedimentos refluxo total e destilado total existe um momento em que ocorre a mudança de refluxo total para o valor do refluxo no estado estacionário e de destilado total para o valor do destilado no estado estacionário, respectivamente. Este momento é conhecido como tempo de mudança. O tempo de mudança do refluxo total ou destilado total para seus valores de estado estacionário é determinado pelo critério proposto por Yasuoka, Nakanisshi e Kunugita (1987), como mostra a Equação 2.3.

$$MT(t) = \sum_{j=1}^N |T_j(t) - T_j^{ss}| \quad (2.3)$$

De acordo com esta equação, a mudança ocorre no instante de tempo em que a diferença entre a temperatura de estado estacionário de alguns pratos e seus valores medidos alcançam um mínimo. Como a partida da coluna é influenciada por muitos fatores tais como estrutura da coluna, tipo de pratos e recheio, propriedades dos componentes da mistura bem

como as especificações dos produtos de topo e da base, o uso dessa equação empírica é aconselhável apenas para alguns casos (WOZNY e LI, 2002).

Segundo Wang et al. (2003), o procedimento de partida refluxo total não é a estratégia de operação utilizada na prática industrial, desde que ele leva um longo tempo até que a coluna de destilação alcance o estado estacionário. O destilado é normalmente extraído muito antes, ou seja, quando a composição do destilado alcança sua especificação. Isto significa que esta ação deve ser realizada antes do estado estacionário ser alcançado, e isto somente pode ser feito com base em um modelo de partida apropriado. Em contrapartida, segundo Kruse et al (1996), o procedimento de partida com refluxo total é um dos mais comuns e geralmente uma das técnicas de partida menos problemáticas. Este tipo de procedimento pode apresentar problemas, especialmente, para substâncias sensíveis a altas temperaturas. Durante a operação em refluxo total, o tempo de residência pode ser tão longo que pode levar a uma decomposição térmica dos produtos.

O processo de aquecimento do refeedor é um fator chave importante sobre o período de partida. Na operação convencional, a energia fornecida é manipulada pelo operador e aumenta gradualmente, com o controlador no modo manual, durante todo o período de partida. Esta operação é chamada de operação em malha aberta. Outra forma de operação é quando o controlador de temperatura da coluna é aplicado em algum momento durante o processo de partida, ou seja, é colocado em modo automático. Este tipo de operação é chamado de operação em malha fechada (WENG e LEE, 2014).

## **2.4 Estudos da Operação de Partida**

### **2.4.1 Colunas de destilação convencionais**

Ruiz et al. (1988) estudaram e analisaram o comportamento dinâmico de colunas de destilação durante a operação de partida e propuseram um procedimento para determinar uma política de partida apropriada baseado na análise do seu comportamento dinâmico. De acordo com eles, a política de partida final consiste de três estratégias que correspondem aos três estágios característicos da operação de partida. A habilidade do modelo dinâmico prever, pelo menos qualitativamente, um comportamento dinâmico razoavelmente correto durante as operações de partida das colunas de destilação foi confirmada.

De acordo com os autores citados acima, a análise dos resultados simulados indicou uma tendência no comportamento dinâmico que permite a representação desta operação em três estágios característicos. O primeiro estágio, chamado de descontínuo, é caracterizado pelo curto período de tempo e pela natureza descontínua de todas as variáveis. O segundo estágio, chamado de estágio semi-contínuo é caracterizado pelo comportamento não-linear e transiente das variáveis e a aproximação das variáveis hidráulicas de seus valores do estado estacionário. O período de tempo desse estágio é maior do que o primeiro estágio. O terceiro estágio, chamado de estágio contínuo, é caracterizado pela resposta linear e transiente de todas as variáveis. No final desse estágio, todas as variáveis alcançam seus valores de estado estacionário.

Ainda com base em Ruiz et al. (1988), o procedimento proposto para a obtenção de políticas de partida apropriadas foi testado com sucesso. O método de solução empregado para determinar as estratégias para os três estágios foram considerados satisfatórios do ponto de vista da estabilidade numérica e em termos de robustez. O tempo computacional, no entanto, mostrou-se bastante longo. Neste trabalho, concentrou-se nesta área e, especialmente, na redução do tempo computacional durante a fase descontínua.

Kruse et al. (1996), desenvolveram uma nova estratégia de partida de colunas de destilação. Eles realizaram estudos experimentais em uma coluna de destilação em escala de laboratório para demonstrar a economia de tempo que é conseguida quando a operação é realizada sem refluxo por certo período (método modificado) em comparação com o método convencional (destilado removido imediatamente a uma razão de refluxo constante). A operação sugerida para o procedimento de partida é também aplicada para mudança de produto que corresponde à mudança de alimentação.

Com base nos estudos experimentais de Kruse et al (1996), afirmações qualitativas sobre o tempo necessário para os procedimentos de partida da coluna e mudança de produto puderam ser feitas. Os resultados mostraram claramente a redução de tempo necessário para alcançar o estado estacionário com a sugestão da nova estratégia de partida e de mudança de produto. A economia de tempo foi atingida em uma operação de dois passos através dos cálculos da mudança da operação sem refluxo para a operação com a razão de refluxo no estado estacionário, usando um algoritmo de temperatura simples. O tempo necessário para alcançar o estado estacionário foi reduzido em 70% de acordo com estudos do comportamento da partida usando o novo procedimento em comparação com a estratégia convencional. Com

o método modificado, o tempo necessário para a operação de mudança de produto alcançar um novo estado estacionário pôde ser reduzido em torno de 80% em comparação com o método convencional.

Wozny e Li (2004), consideraram o problema da otimização da operação de partida, que segundo eles representa uma das operações dinâmicas mais complicadas da indústria química. Eles usaram uma abordagem sistemática incluindo modelagem, validação do modelo, otimização e implementação em uma planta real. A otimização baseada no modelo de equilíbrio detalhado foi utilizada para pesquisar políticas de partida com tempo ótimo.

Segundo os autores citados acima, o modelo foi inicialmente validado e, em seguida, utilizado para o desenvolvimento de políticas de partida. Políticas de partida com refluxo e carga térmica do refeedor foram pesquisadas para uma variedade de plantas pilotos. Os perfis de temperatura dos pratos da coluna foram medidos para observar o desempenho de diferentes estratégias de partida. O tempo de partida foi significativamente reduzido com a implementação da política ótima em comparação a estratégia de partida convencional. Os resultados experimentais demonstraram a aplicabilidade dos resultados da modelagem e da otimização, comprovando que eles podem ser aplicados na partida das colunas industriais.

#### **2.4.2 Colunas de destilação em batelada**

Wang et al. (2003), propuseram um modelo para descrever o processo de partida de colunas de destilação em batelada a partir do estado frio e vazio. Nesse modelo, cada prato é descrito inicialmente como uma fase que não está no equilíbrio, na qual só ocorre a transferência de massa e energia. Em determinado instante, cada prato passa a ser descrito como uma fase em equilíbrio, na qual o equilíbrio líquido/vapor é alcançado. O ponto de comutação entre essas duas fases é determinado pela temperatura de ponto de bolha na pressão de operação. O estado de equilíbrio é alcançado prato a prato a partir da base para o topo da coluna, enquanto que o holdup líquido nos pratos aumenta na direção oposta, ou seja, do topo para a base da coluna.

Segundo os autores citados acima, a dificuldade em resolver as equações do modelo foi que o número de variáveis dos pratos não é o mesmo quando o estado muda de uma fase para outra. Para lidar com esse problema, equações triviais foram adicionadas ao modelo. A plataforma utilizada para a simulação foi o gPROMS. Nesta plataforma foi simulada a partida de

uma coluna de destilação batelada de três componentes com o modelo proposto e os resultados foram comparados com os resultados produzidos com um modelo de equilíbrio. O modelo proposto foi verificado através de experimentos em uma planta piloto batelada com uma coluna de pratos providos com campânulas para separar uma mistura de metanol e água.

Ainda segundo Wang et al. (2003), os resultados obtidos na simulação foram satisfatórios em comparação aos dados medidos. A significância deste trabalho está no fato de que se pôde desprezar o tedioso método tentativa e erro para encontrar um estado pseudo-inicial para estudar a destilação batelada. Baseado no modelo desenvolvido, foi possível realizar a otimização de colunas de destilação batelada a partir do estado vazio e frio como o estado inicial. Além disso, este modelo pode ser estendido para as colunas de destilação contínuas.

### **2.4.3 Colunas de destilação reativas**

Fuente e Tlacuahuac (2007) abordaram a operação de partida de uma coluna de destilação reativa como um problema de otimização dinâmica visto que esta operação industrial é uma etapa de alto consumo de energia. Os autores utilizaram um modelo bandeja-bandeja detalhado que considera o sistema hidráulico da bandeja, mas despreza a dinâmica do vapor para a realização dos cálculos. Eles utilizaram a técnica da otimização dinâmica simultânea para a resolução do problema. No trabalho foi demonstrado que com a utilização desta técnica foi possível reduzir os tempos de operação da partida quando comparado com as políticas de partida empíricas.

Reepmeyer et al. (2003), apresentaram a simulação de um modelo desenvolvido para o processo de partida de uma coluna de destilação reativa a partir do estado frio e vazio. O modelo rigoroso foi validado com os dados experimentais de uma planta piloto. Um exemplo de reação foi a transesterificação do éster metílico de ácido graxo com isopropanol. O modelo validado foi usado para calcular o tempo de partida de dois processos diferentes, um de transesterificação e o outro de esterificação, utilizando estratégias de partida desenvolvidas a partir da destilação convencional e sem reação.

Os autores citados acima demonstraram que estas estratégias não produzem economias significativas de tempo de partida. A estratégia de refluxo total, que é favorecida industrialmente, leva a um maior tempo de partida para a destilação reativa. Portanto,

estratégias alternativas para reduzir o tempo de partida foram desenvolvidas. A análise destas estratégias mostraram que uma economia de cerca de 82% do tempo de partida para o processo de acetato de etila foi alcançada, quando a coluna foi inicialmente carregada com o produto de topo. Cerca de 23% do tempo de partida foi reduzido, quando a coluna foi inicialmente carregada com o educto de baixo ponto de ebulição.

O reciclo do produto de base reduziu em cerca de 12% o tempo de partida enquanto que o reciclo do produto de topo não apresentou nenhuma economia de tempo. Em contrapartida, a transesterificação não mostrou redução significativa no tempo de partida para o carregamento inicial da coluna com produto de topo. As volatilidades relativas dos componentes, assim como a constante cinética são fundamentais para a escolha correta das estratégias de partida de colunas de destilação reativas.

#### **2.4.4 Colunas de destilação extrativas**

Weng et al. (2014), estudaram o processo de desidratação do álcool isopropil para demonstrar a operação de partida do sistema de destilação extrativa. Neste estudo, foram considerados os procedimentos de partida refluxo total e destilado total para investigar o tempo de partida do sistema. Em cada procedimento, a seleção do tempo de mudança entre refluxo/destilado e a carga térmica do refeedor para cada coluna foram pontos chave. O tempo de mudança entre as operações em refluxo total para refluxo especificado e destilado total para destilado especificado foram determinados pela função MT. Além disso, dois tipos de operação para o aquecimento do refeedor foram considerados, a operação em circuito aberto e a operação em circuito fechado.

Segundo os autores citados, foi observado que o procedimento refluxo total com a operação em circuito fechado apresentou o melhor comportamento dinâmico e resposta mais rápida para completar todo o período de partida do que outros casos. Este melhor procedimento de partida pode reduzir o tempo total da partida em aproximadamente 99% em relação ao procedimento de partida destilado total com operação em circuito aberto. Além disso, o consumo de energia no período da partida também foi reduzido em 169,6%.

#### 2.4.5 Colunas de destilação com integração térmica

Wendt et. al (2003) realizaram um estudo consistindo de modelagem, simulação, otimização e verificação experimental para desenvolver estratégias operacionais ótimas de um sistema de colunas de destilação com integração térmica de forma a reduzir seu tempo de partida. Segundo os autores, características como múltiplas variáveis e dinâmica complexa torna a operação da partida de colunas de destilação com integração térmica difícil.

De acordo com os autores citados acima, as variáveis de controle, a estrutura da coluna e as propriedades dos componentes da mistura apresentam efeitos sobre o desempenho da partida. Portanto, é impossível desenvolver regras gerais para a operação de partida de sistemas comuns de colunas com integração térmica. A experiência pode trazer melhorias para a partida, mas para uma operação ótima é necessária uma investigação sistemática. Neste trabalho, um sistema de colunas de destilação piloto foi considerado para um estudo teórico e experimental sobre as estratégias de partida. Um modelo consistindo de fatores influentes diferentes foi usado.

Ainda, segundo Wendt et. al (2003), a otimização matemática foi realizada para desenvolver políticas operacionais ótimas para o sistema. No estudo experimental, diferentes estratégias de partida foram testadas e a partir dos resultados verificaram a estratégia ótima. A partir deste trabalho, a seguinte política de operação simples pode ser sugerida para a partida do sistema com arranjo em paralelo: a divisão da alimentação para as duas colunas pode ser ajustada com o valor do estado estacionário desejado. Um valor de 1,2 vezes o valor do estado estacionário para a vazão do refluxo e para a carga térmica do refeedor pode ser implementado no primeiro período para acelerar a partida.

Segundo Wendt et. al (2003), quando a temperatura do refeedor aproxima-se do valor do estado estacionário, todas as variáveis de controle devem ser mudadas para seus valores de estado estacionário, permitindo que a coluna alcance o estado estacionário desejado. Deve-se notar que esta estratégia é derivada principalmente para minimizar o tempo de partida e que o consumo de energia pode ser maior do que o necessário. Caso a minimização do consumo de energia seja escolhida como função objetivo do problema de otimização, pode-se esperar diferentes trajetórias para as variáveis de controle.

Eden et al. (2000) demonstraram o uso do conhecimento qualitativo do processo para gerar procedimentos para a operação de partida. O procedimento foi ilustrado em um sistema

de colunas de destilação com integração térmica. Dois procedimentos diferentes foram investigados. Além disso, demonstraram como o sistema de controle foi utilizado para facilitar a operação da planta durante a partida. No entanto, devido às condições operacionais durante a partida serem muito diferentes das condições de produção, só foi possível controlar a pressão da coluna após um longo período de tempo de partida. Por isso, esta variável deve estar sob uma vigilância cuidadosa, especialmente quando a bomba de calor for iniciada. Este comportamento é resultante da integração de energia da planta, onde a bomba de calor é usada como um atuador para controlar a pressão da coluna e a vazão do vapor, durante a operação normal.

Segundo os autores citados acima, o procedimento de partida foi dividido em cinco fases. Nas fases I e II, ocorre o aquecimento do condensador do refeedor e da bomba de calor. Na fase III, a fonte de energia é interrompida e a pureza desejada é estabelecida. Na fase IV, o processo é levado à forma operacional desejada. Na fase V, o controle de supervisão é acionado. A quantidade total de tempo necessário antes que as condições de produção fossem alcançadas foi de aproximadamente 3,7 horas, onde cerca de 75-80% desse tempo foi utilizado para o aquecimento inicial do condensador e da bomba de calor, independentemente do procedimento de partida escolhido. Portanto, se o tempo de partida for reduzido ainda mais, o aquecimento inicial do sistema seria mais rápido. No entanto, deve-se enfatizar que o aquecimento mais rápido do condensador e da bomba de calor, isto é, se as fases I e II fossem mais rápidas, poderia resultar numa fase III mais longa, desde que os efeitos da energia transiente seriam mais aparentes nesta fase. O efeito da energia transiente poderia tornar mais difícil a obtenção do perfil apropriado da coluna.

## **Capítulo 3**

---

# **Modelagem Matemática**

## Capítulo 3 – Modelagem Matemática

A modelagem matemática e simulação do sistema de colunas de destilação termicamente acopladas estudado foram realizadas no software comercial Aspen Plus. O Aspen Plus é uma ferramenta computacional, utilizada na simulação de processos químicos, que permite prever o comportamento do processo através do uso das relações básicas da engenharia, tais como balanços de massa e de energia, equilíbrio de fases e químico e da cinética de reação. Ao fornecer dados termodinâmicos confiáveis e condições operacionais realistas, juntamente com os modelos rigorosos dos equipamentos, é possível simular o comportamento real da planta. Dessa forma, o Aspen Plus pode ser útil no projeto de plantas ótimas e no aumento da rentabilidade das instalações existentes.

Para modelar as colunas de destilação do sistema escolheu-se o modelo RadFrac. A coluna RadFrac é um modelo rigoroso para simular todos os tipos de operações de fracionamento líquido-vapor com múltiplos estágios. Estas operações incluem:

- Destilação ordinária;
- Absorção;
- Absorção com refeedor;
- Estripagem;
- Estripagem com refeedor;
- Destilação extrativa e azeotrópica.

O modelo RadFrac é adequado para:

- Sistema de duas fases;
- Sistema de três fases (somente no modo de equilíbrio);
- Sistemas estreitos e de grande ebulição;
- Sistemas que apresentam uma forte não-linearidade na fase líquida.

No Aspen Plus Dynamics, o RadFrac modela a queda de pressão através de cada estágio, devido a quantidade de líquido e a resistência do fluxo de vapor, e a hidráulica dos estágios. O modelo RadFrac assume:

- Fluxo uni-direcional;
- Mistura perfeita;
- Todas as fases estão em equilíbrio a menos que a eficiência seja especificada.

### 3.1 Modelagem Dinâmica

As plantas químicas nunca operam no estado estacionário. As condições de um processo sofrem, continuamente, variações devido aos distúrbios nas correntes de alimentação, distúrbios causados pelas condições ambientais, perda de calor por incrustação, degradação do catalisador, dentre outros. Portanto, o comportamento transiente de um processo é melhor estudado através de uma ferramenta de simulação dinâmica.

O projeto e a otimização de um processo químico envolve o estudo dos comportamentos no estado estacionário e no estado dinâmico. Os modelos no estado estacionário permitem a realização de balanços de massa e energia e a avaliação de diferentes cenários para as plantas. Um engenheiro de projeto pode utilizar a simulação no estado estacionário para otimizar o processo, reduzir os custos de equipamentos e capital e ao mesmo tempo maximizar a produção.

A partir da simulação dinâmica, é possível confirmar se a planta pode produzir o produto desejado de forma segura e de fácil operação. Ao definir as especificações detalhadas dos equipamentos na simulação dinâmica, pode-se verificar se os equipamentos funcionam como esperado na situação atual das plantas. A simulação dinâmica off-line permite a otimização do controlador sem afetar negativamente a rentabilidade ou a segurança da planta.

Na simulação dinâmica é possível projetar e testar uma variedade de estratégias de controle, antes de escolher uma que seja adequada para a implementação no processo. Além disso, é possível avaliar a resposta dinâmica a partir de distúrbios aplicados ao sistema, otimizar e sintonizar os controladores. A análise dinâmica fornece um feedback para melhorar o desempenho do modelo no estado estacionário, identificando áreas específicas de um processo que possuem uma maior dificuldade em alcançar os objetivos do estado estacionário.

A partir da simulação dinâmica é possível investigar:

- A otimização de processos;

- A otimização dos controladores;
- A avaliação da segurança;
- As transições entre as condições operacionais;
- As condições da partida e parada dos processos.

O modelo dinâmico, no Aspen Plus Dynamics, compartilha os mesmos pacotes de propriedades físicas do modelo no estado estacionário, no Aspen Plus. O modelo dinâmico simula os comportamentos térmicos, de equilíbrio e reativo do sistema químico de forma semelhante ao modelo no estado estacionário.

Por outro lado, o modelo dinâmico utiliza um diferente conjunto de equações de conservação que levam em conta as mudanças que ocorrem ao longo do tempo. As equações dos balanços de massa, de energia e de componentes incluem um termo adicional que representa o “acúmulo”, que é diferenciado em relação ao tempo. Equações diferenciais não-lineares podem ser formuladas para aproximar os princípios da conservação, no entanto, não existe um método analítico de solução para essas equações. Dessa forma, a integração numérica é utilizada para determinar o comportamento do processo em diferentes intervalos de tempo. Quanto menor o intervalo de tempo, maior a aproximação entre a solução calculada e a solução analítica. No entanto, este ganho no rigor é compensado pelo tempo de cálculo adicional necessário para simular a mesma quantidade de tempo real decorrido. Uma solução razoável é alcançada ao utilizar o maior tamanho do passo possível, mantendo um grau aceitável de precisão sem torna-la instável.

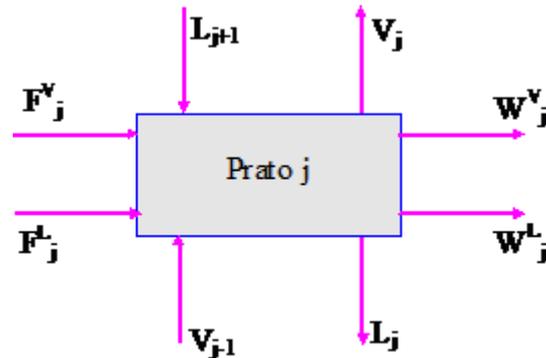
## **3.2 Modelo Matemático da Coluna de Destilação**

### **3.2.1 No estado estacionário**

O modelo matemático da coluna de destilação é descrito por um conjunto de equações básicas: balanços de massa (M), as relações de equilíbrio (E), o somatório das frações molares (S) e balanços de energia (H). Estas equações são normalmente designadas de equações MESH (BRITO, 1997).

A Figura 3.1 mostra o esquema de um prato pertencente a uma coluna de destilação.

Figura 3.1 - Esquema de um prato utilizado na modelagem matemática da coluna.



Fonte: Brito (1997)

Segundo Brito (1997), as funções discrepâncias obtidas a partir dos balanços e das relações de equilíbrio são:

#### Balanço de massa para o componente $i$ no prato $j$

$$F_{i,j}^1 = L_{j+1} \cdot x_{i,j+1} + V_{j-1} \cdot y_{i,j-1} - L_j \cdot x_{i,j} - V_j \cdot y_{i,j} + F_j^L \cdot x_{i,j}^F + F_j^V \cdot y_{i,j}^F - W_j^V \cdot y_{i,j} - W_j^L \cdot x_{i,j} \quad (3.1)$$

#### Balanço global de energia no prato $j$

$$F_j^2 = L_{j+1} \cdot h_{j+1} + V_{j-1} \cdot H_{j-1} - L_j \cdot h_j - V_j \cdot H_j + F_j^L \cdot h_j^F + F_j^V \cdot H_j^F - W_j^V \cdot H_j - W_j^L \cdot h_j \quad (3.2)$$

#### Relações de equilíbrio

$$F_{i,j}^3 = y_{i,j} - K_{i,j} \cdot x_{i,j} \quad (3.3)$$

### 3.2.2 No regime transiente

O comportamento dinâmico de uma coluna de destilação é descrito por um modelo matemático composto de equações diferenciais ordinárias e equações algébricas. No modelo prato-a-prato, as equações diferenciais são provenientes do balanço global de massa e energia em cada prato, balanço global de energia no refeedor e do balanço parcial para cada

componente em cada prato. As equações algébricas são obtidas das relações de equilíbrio e hidráulica (BRITO, 1997).

Considerando a Figura 3.1, as equações diferenciais para o modelo prato-a-prato completo e rigoroso são descritas da seguinte forma:

**Balanco global para o prato j**

$$\frac{d}{dt}(M_j) = L_{j+1} + V_{j-1} - L_j - V_j + F_j^L + F_j^V - W_j^V - W_j^L \tag{3.4}$$

**Balanco de massa para o componente i no prato j**

$$M_j \frac{d}{dt}(x_{i,j}) = L_{j+1} \cdot x_{i,j+1} + V_{j-1} \cdot y_{i,j-1} - L_j \cdot x_{i,j} - V_j \cdot y_{i,j} + F_j^L \cdot x_{i,j}^F + F_j^V \cdot y_{i,j}^F - W_j^V \cdot y_{i,j} - W_j^L \cdot x_{i,j} - x_{i,j} \frac{d}{dt}(M_j) \tag{3.5}$$

**Balanco global de energia no prato j**

$$M_j \frac{d}{dt}(h_j) = L_{j+1} \cdot h_{j+1} + V_{j-1} \cdot H_{j-1} - L_j \cdot h_j - V_j \cdot H_j + F_j^L \cdot h_j^F + F_j^V \cdot H_j^F - W_j^V \cdot H_j - W_j^L \cdot h_j - h_j \frac{d}{dt}(M_j) \tag{3.6}$$

**Relações de equilíbrio**

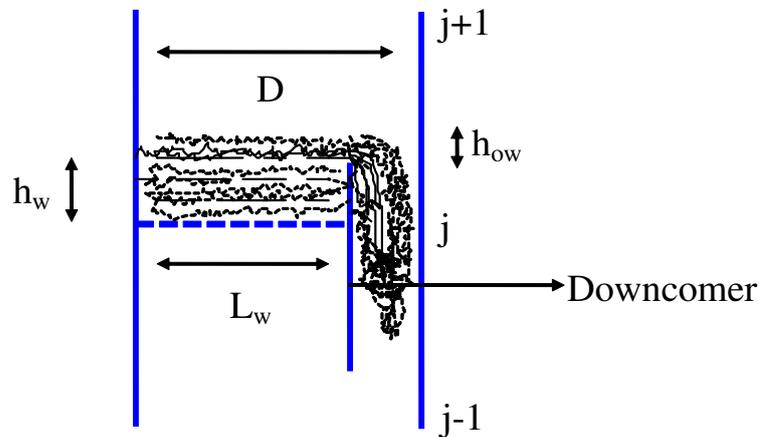
$$F_{i,j} = y_{i,j} - K_{i,j} \cdot x_{i,j} \tag{3.7}$$

A Figura 3.2 mostra o esquema utilizado na modelagem da hidráulica do prato da coluna de destilação. A especificação do prato é conseguida através da fixação da altura do vertedor,  $h_w$ , comprimento do vertedor,  $L_w$  e diâmetro do prato,  $D$ . De acordo com Brito (1997), a variável  $h_{ow}$  representa a altura de líquido acima da altura do vertedor e é diretamente responsável pela vazão de líquido que deixa o prato. O *holdup* líquido molar no estágio j é representado por:

$$M_j = h_t \cdot A \cdot \rho_{l,j} \tag{3.5}$$

Onde  $h_t$  é a altura total de líquido,  $A$  é área de superfície ativa do estágio e  $\rho_{l,j}$  é a densidade do líquido no estágio  $j$  (WITTGENS e SKOGESTAD, 2000).

Figura 3.2 - Esquema utilizado na representação matemática do prato perfurado.



Fonte: Brito (1997)

Para os modelos que consideram o *holdup* da fase líquida variável, a vazão de líquido é calculada pela equação de Francis (BRITO, 1997):

$$Q_{L,j} = L_{w,j} \cdot 1.839 \cdot h_{ow}^{1.5} \quad (3.8)$$

Como citado por Brito (1997), quando a pressão em cada prato varia com o tempo, o balanço global de energia está na forma diferencial e não pode ser utilizado para calcular a vazão de vapor que deixa o prato. Desta forma, a vazão de vapor é calculada a partir da perda de carga quando o prato está vazio e da perda de carga causada pela altura de líquido no prato:

$$P_{j-1} - P_j = \rho_{l,j} \cdot g \cdot (h_{w,j} + h_{ow,j}) + K_{dh,j} \cdot \rho_{v,j-1} \cdot Q_{V,j}^2 \quad (3.9)$$

$$V_j = Q_{V,j} \cdot \rho_{v,j} \cdot A \quad (3.10)$$

### 3.3 Construção do Modelo

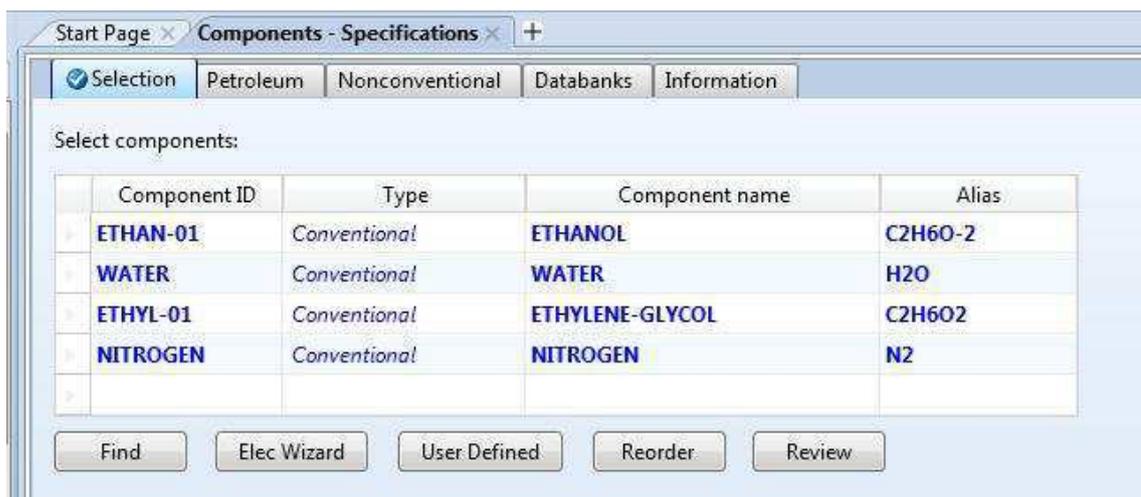
O modelo foi primeiramente construído no Aspen Plus no estado estacionário. Após alcançada a convergência esse modelo foi exportado para o Aspen Plus Dynamics onde os

procedimentos de partida foram desenvolvidos. Portanto o resultado da simulação do processo no Aspen Plus serviu como ponto inicial para construção do modelo no Aspen Dynamics.

### 3.3.1 Construção do modelo no Aspen Plus

Inicialmente o modelo foi construído no Aspen Plus, ou seja, no estado estacionário. A primeira etapa consiste em especificar os componentes químicos que fazem parte do sistema simulado. Neste trabalho os componentes químicos utilizados na simulação foram o etanol, a água, o etilenoglicol e o gás inerte nitrogênio, como podem ser observados na Figura 3.3. O nitrogênio deve ser especificado nessa etapa, mas só será utilizado no Aspen Plus Dynamics como gás inerte.

Figura 3.3 - Especificação dos componentes no Aspen Plus.



Na próxima etapa, o método das propriedades físicas é especificado. A escolha do método apropriado é geralmente um fator chave decisivo para determinar a precisão dos resultados da simulação. O método das propriedades é uma coleção de métodos e modelos que o Aspen Plus utiliza para calcular as propriedades termodinâmicas e de transporte.

As propriedades termodinâmicas calculadas são:

- Coeficiente de fugacidade (valor K);
- Entalpia;
- Entropia;

- Energia livre de Gibbs;
- Volume

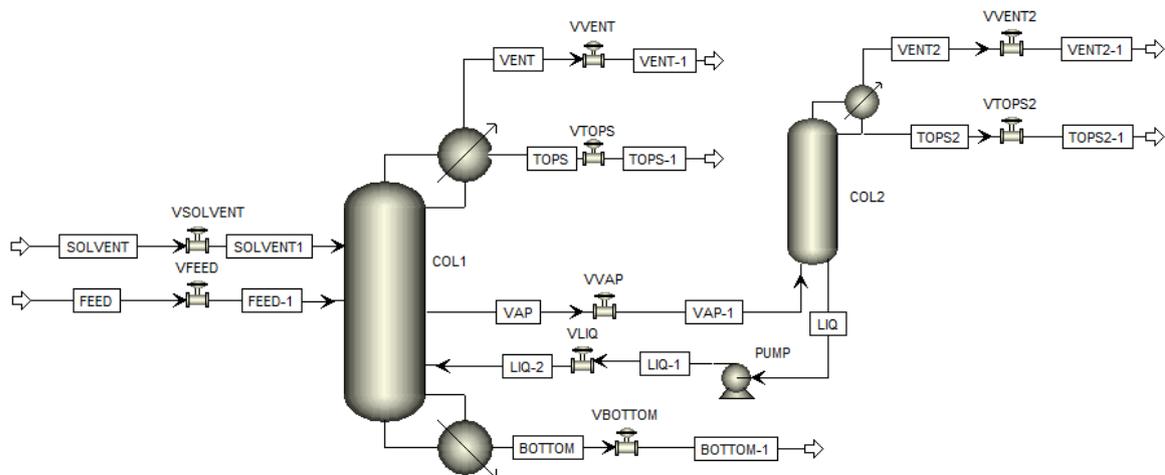
As propriedades de transportes calculadas são:

- Viscosidade;
- Condutividade térmica;
- Coeficiente de difusão;
- Tensão superficial.

O método escolhido para o cálculo das propriedades físicas nesse trabalho foi o NRTL, que é recomendado para separações de misturas azeotrópicas e de alcoóis. Depois de definido e executado o método das propriedades físicas, a próxima etapa consiste em construir o fluxograma do processo.

Para definir o fluxograma do processo é necessário selecionar os blocos das unidades operacionais e localizá-los na janela Flowsheet do Aspen Plus. Em seguida os blocos devem ser conectados pelas correntes. O fluxograma do sistema estudado é composto de duas colunas de destilação conectadas por duas correntes, uma corrente na fase vapor e uma corrente na fase líquida como pode ser observado na Figura 3.4.

**Figura 3.4 - Fluxograma do Processo**



Para poder exportar o modelo construído no Aspen Plus para o Aspen Plus Dynamics é necessário adicionar ao fluxograma válvulas e bombas, de forma que, o sistema esteja devidamente pressurizado. As correntes VENT e VENT2 foram adicionadas ao fluxograma com o objetivo de realizar a purga do gás inerte nitrogênio no Aspen Plus Dynamics.

As correntes denominadas FEED e SOLVENT correspondem a alimentação da mistura azeotrópica e do solvente, respectivamente, da coluna de destilação 1 (COL1). As correntes VAP, na fase vapor, e LIQ, na fase líquida, formam o *link* entre as duas colunas. As correntes TOPS-1 e BOTTOM-1 representam as correntes de produto de topo e de base da coluna 1, respectivamente. A corrente TOPS2-1 é a corrente de produto da coluna 2 (COL2).

Após a construção do fluxograma é necessário especificar as propriedades físicas das correntes de alimentação, as condições operacionais das colunas de destilação e as especificações das válvulas e da bomba. As especificações das propriedades físicas das correntes de alimentação e as condições operacionais das colunas de destilação foram baseadas no trabalho de Brito (2014). As especificações das correntes FEED e SOLVENT podem ser visualizadas na Tabela 3.1.

**Tabela 3.1 - Especificações das correntes FEED e SOLVENT.**

<b>Propriedades</b>	<b>Correntes</b>	
	<b>FEED</b>	<b>SOLVENT</b>
<b>Temperatura (°C)</b>	40	40
<b>Pressão (bar)</b>	7	3
<b>Vazão Mássica (kg/h)</b>	4186,1	5586,16
<b>Fração mássica do etanol</b>	0,935	0
<b>Fração mássica da água</b>	0,065	0
<b>Fração mássica do etilenoglicol</b>	0	1
<b>Fração mássica do nitrogênio</b>	0	0

Fonte: Brito (2014)

Os blocos COL1 e COL2 são colunas de destilação do tipo RadFrac. A COL1 é uma coluna de destilação extrativa utilizada para separar a mistura azeotrópica etanol-água e tem como solvente o etilenoglicol. A COL2 é uma coluna de recuperação e tem como produto de

topo a água. As colunas 1 e 2 estão termicamente acopladas a partir do *link* constituído pelas correntes VAP, na fase vapor, e LIQ, na fase líquida. Devido à conexão entre as correntes o refeedor da segunda coluna é eliminado. As condições operacionais das colunas 1 e 2 foram especificadas de acordo com os dados da Tabela 3.2.

**Tabela 3.2 - Condições operacionais das colunas 1 e 2.**

	<b>Coluna 1 (COL1)</b>	<b>Coluna 2 (COL2)</b>
<b>Número de estágios</b>	29	5
<b>Estágio de alimentação do solvente</b>	4, 16, 25	5
<b>Pressão no topo (bar)</b>	1	0,6
<b>Queda de pressão (bar)</b>	0,2	0,1
<b>Razão de refluxo</b>	0,6	1,14
<b>Vazão mássica do produto de base (kg/h)</b>	5587,8	303,165

Fonte: Brito (2014)

O número de estágios especificado na Tabela 3.2 inclui o condensador e o refeedor na coluna 1 e o condensador na coluna 2. A numeração dos estágios das colunas é realizada de cima para baixo. O solvente etilenoglicol é alimentado na coluna 1 através do estágio 4. A mistura azeotrópica etanol-água alimenta a coluna 1 através dos estágio 16. O vapor é retirado da coluna 1 a partir do estágio 24 e é alimentado na coluna 2 a partir do estágio 5. A corrente líquida que retorna a coluna 1 proveniente do estágio 5 da coluna 2 entra no estágio 25 da coluna 1.

As válvulas são especificadas com a pressão de saída da válvula. A bomba é especificada com a pressão de descarga. Após a especificação das condições operacionais de todos os blocos pertencentes ao fluxograma, a simulação está pronta para ser executada. Ao alcançar a convergência os resultados obtidos devem ser analisados. Como o modelo será exportado para o Aspen Dynamics, é necessário especificar as configurações dinâmicas do condensador, do refeedor, as características geométricas do vaso de refluxo e da base da coluna e as características hidráulicas dos pratos da coluna.

Os condensadores das colunas 1 e 2 foram especificados com a opção de transferência de calor utilizando a abordagem da diferença de temperatura média logarítmica (LMTD em

inglês), onde a temperatura do fluido de resfriamento, a água, foi especificada em 20°C. A diferença entre a temperatura do fluido do processo e a temperatura de saída da água de resfriamento foi especificada em 10°C. Esta opção de transferência de calor foi escolhida para que a variável vazão da água de resfriamento estivesse disponível no Aspen Dynamics durante a escolha da variável manipulada do controle de pressão.

O refeedor da coluna 1 foi especificado com a opção de condensação do meio de aquecimento, ou seja, do vapor de água. Esta opção de transferência de calor foi escolhida com o intuito de tornar disponível a vazão do fluido de aquecimento como variável manipulada do controle de temperatura da coluna no Aspen Dynamics. As características geométricas das colunas foram especificadas de acordo com a Tabela 3.3.

**Tabela 3.3 – Características geométricas das colunas 1 e 2.**

	<b>Coluna 1 (COL1)</b>	<b>Coluna 2 (COL2)</b>
<b>Comprimento do vaso de refluxo (m)</b>	2	2
<b>Diâmetro do vaso de refluxo (m)</b>	1	1
<b>Altura da base (m)</b>	2	1,9
<b>Diâmetro da base (m)</b>	2	0,936
<b>Diâmetro dos pratos (m)</b>	2	0,936
<b>Altura do vertedor (m)</b>	0,05	0,05
<b>Comprimento do vertedor (m)</b>	1,45	0,68

Após a definição das configurações dinâmicas do modelo e da reexecução da simulação o modelo já está pronto para ser exportado para o Aspen Dynamics. Existem duas formas de exportar um modelo do Aspen Plus para o Aspen Dynamics:

- Flow Driven;
- Pressure Driven.

Em uma simulação no estado estacionário no Aspen Plus, as pressões das correntes de saída e as vazões dos blocos são determinadas a partir das condições de entrada e das especificações dos blocos. As pressões das correntes de saída e as vazões não são afetadas pela pressão dos blocos a jusante. Esta abordagem é chamada de simulação Flow Driven.

Na simulação dinâmica a abordagem Flow Driven funciona da mesma maneira que as simulações no Aspen Plus. Para cada modelo, regras fixas são utilizadas para determinar as vazões e pressões de saída, dadas as condições de entrada do bloco. Em alguns casos, as vazões das correntes de saída são determinadas pelos controladores de nível ou de pressão que são automaticamente adicionados quando uma simulação dinâmica é criada.

A abordagem Flow Driven é bem utilizada para uma vasta gama de aplicações da simulação dinâmica. De fato, essa abordagem faz a suposição do controle de fluxo perfeito. Isso é muitas vezes uma boa suposição, particularmente quando a modelagem envolve apenas sistemas líquidos. Para os líquidos, as dinâmicas de pressão/fluxo são muito rápidas, e a suposição do controle de fluxo perfeito é geralmente precisa.

Em algumas simulações, é necessário levar em conta o efeito das pressões a jusante sobre as vazões das correntes. Por exemplo, considere dois tanques contendo vapor que estão conectados por uma válvula. A pressão nos dois tanques determina a vazão através da válvula. Se a pressão no tanque a jusante aumentar então o fluxo entre os tanques irá diminuir à medida que força motriz da pressão é reduzida. Para levar em conta o efeito da pressão a jusante, é necessário criar uma simulação Pressure Driven. Neste trabalho a abordagem utilizada foi a Pressure Driven.

Nas simulações Pressure Driven:

- As pressões de todas as alimentações e produtos do fluxograma são fixadas;
- As vazões de alimentação não são fixadas;
- Todas as vazões do fluxograma são determinadas pelas pressões e pelas relações pressão/fluxo.

### 3.3.2 Construção do modelo no Aspen Plus Dynamics

Ao exportar o modelo do Aspen Plus para o Aspen Dynamics alguns controles podem ser adicionados automaticamente, como pode ser observado na Figura 3.5. Ao serem adicionados automaticamente, os controles de pressão COL1\_CondPC e COL2\_CondPC têm como variável do processo a pressão no estágio 1 e como variável manipulada a posição de abertura das válvulas de purga VVENT e VVENT2, respectivamente.



Figura 3.6 – Fluxograma do processo com os controladores.

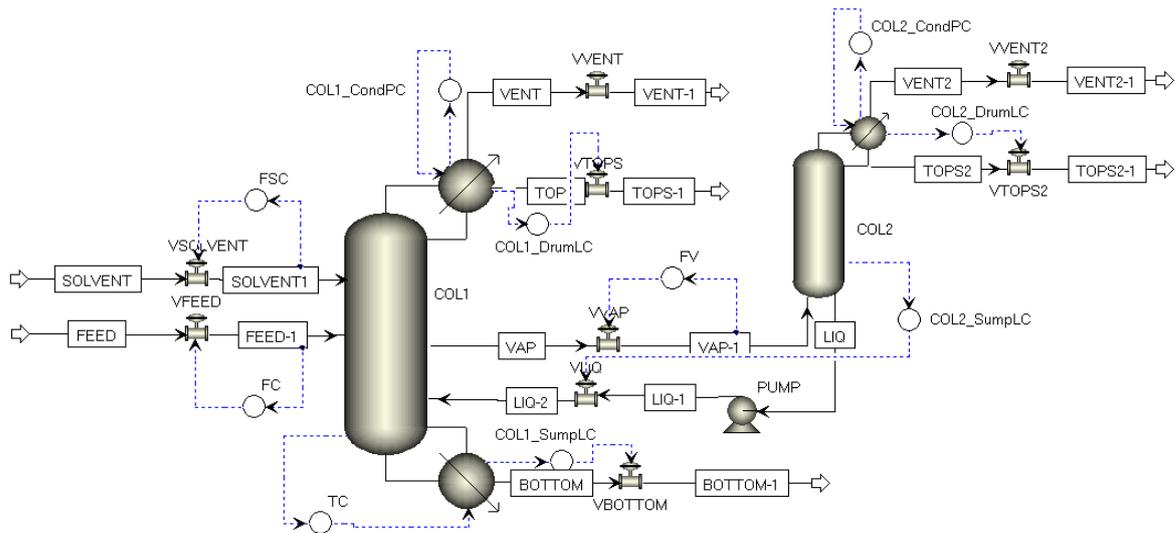
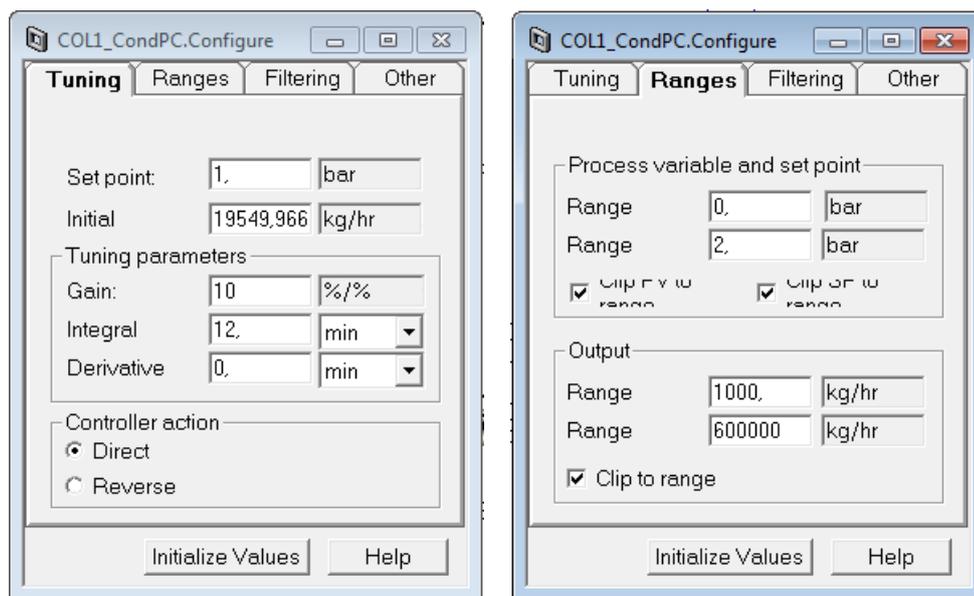
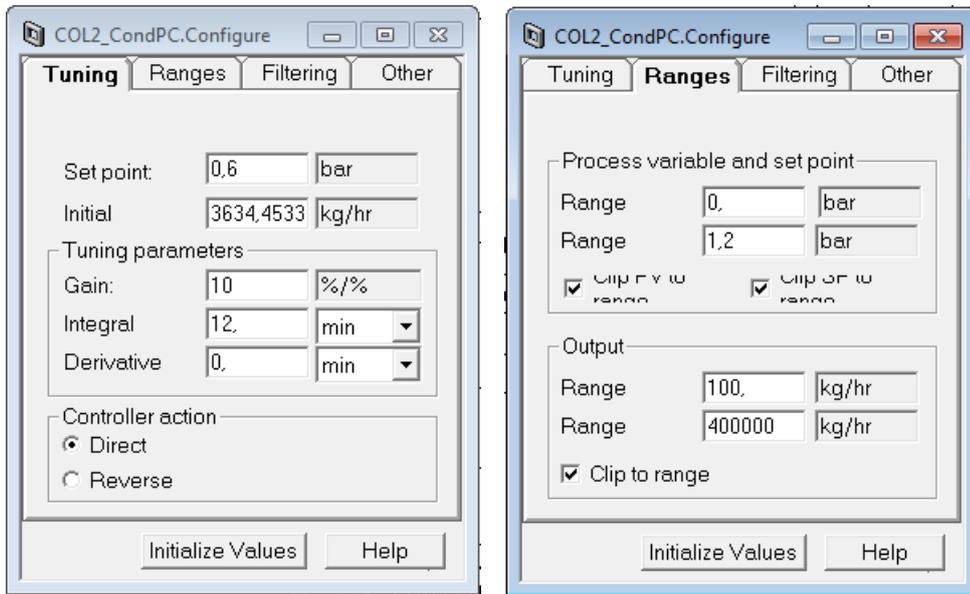


Figura 3.7 - Parâmetros do controle COL1\_CondPC

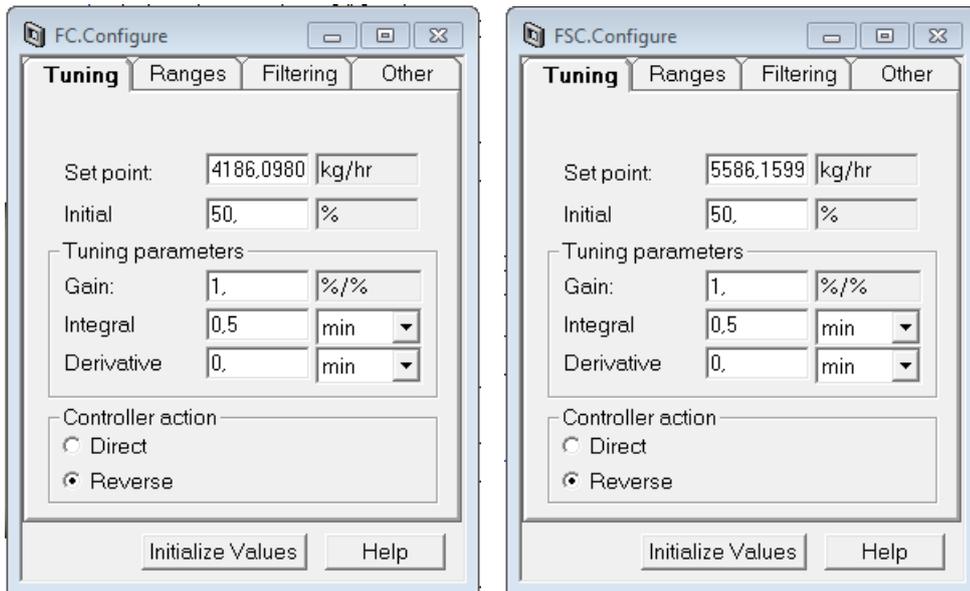


Em seguida, adicionaram-se os controles de vazão das alimentações da mistura azeotrópica, denominado FC, e do solvente, denominado FSC como pode ser visualizado na Figura 3.6. No controle FC, a vazão mássica da corrente FEED-1 é a variável do processo e a posição de abertura da válvula VFEED é a variável manipulada. No controle FSC, a vazão mássica da corrente SOLVENT1 é a variável do processo e a posição de abertura da válvula VSOLVENT é a variável manipulada. Os controles FC e FSC foram então inicializados e seus parâmetros configurados de acordo com a Figura 3.9.

**Figura 3.8 - Parâmetros do controle COL2\_CondPC**

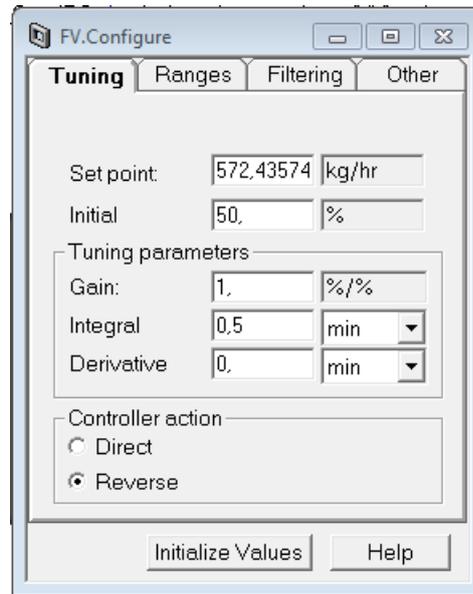


**Figura 3.9 - Parâmetros dos controles FC e FSC.**



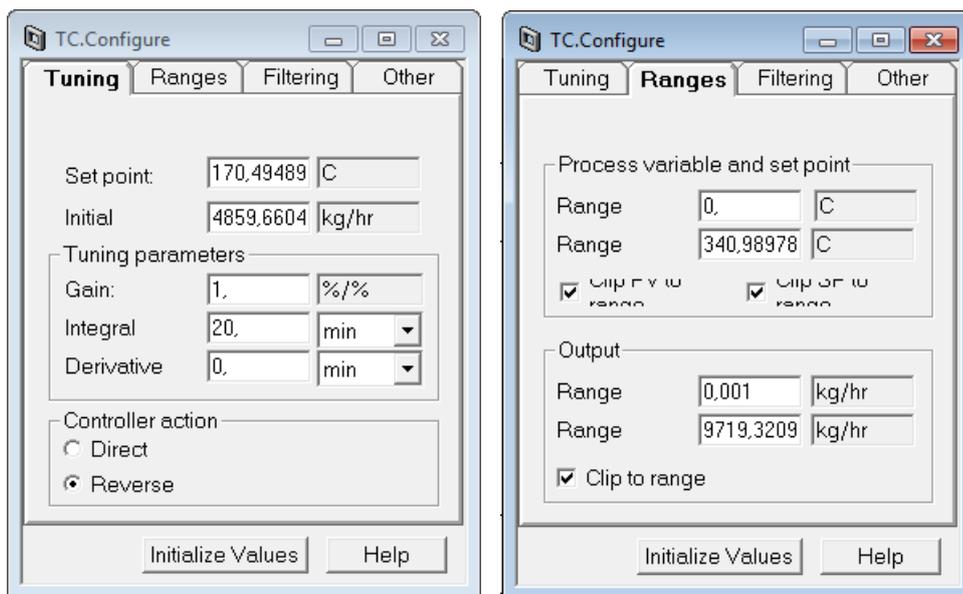
Após essa etapa, o controle da vazão da alimentação da coluna 2, FV, foi adicionado. No controle FV, a vazão mássica da corrente VAP-1 é a variável do processo e a posição de abertura da válvula VVAP é a variável manipulada. O controle FV foi inicializado e os parâmetros ajustados de acordo com a Figura 3.10.

**Figura 3.10 - Parâmetros do controle FV.**



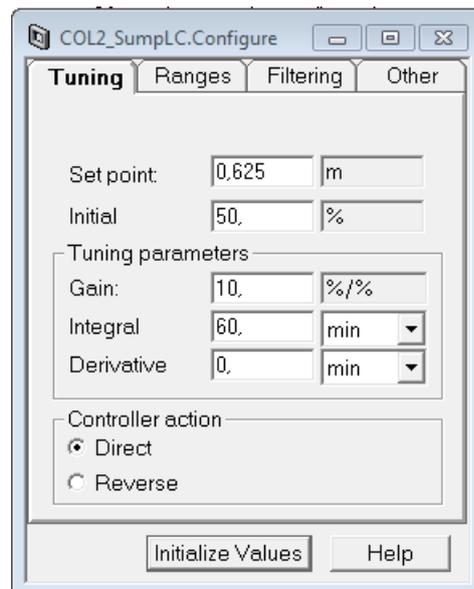
Em seguida, o controle de temperatura da coluna 1, TC, foi adicionado. Neste controle, a temperatura do estágio 24 é a variável do processo e a vazão do vapor de aquecimento no refeedor é a variável manipulada. O controle TC foi inicializado e os parâmetros ajustados de acordo com a Figura 3.11.

**Figura 3.11 - Parâmetros do controle TC.**



Logo após, o controle de nível da base da coluna 2, COL2\_SumpLC foi adicionado. No controle COL2\_SumpLC, o nível da base da coluna 2 é a variável do processo e a posição de abertura da válvula VLIQ é a variável manipulada. O controle COL2\_SumpLC foi, então, inicializado e os parâmetros de acordo com a Figura 3.12.

**Figura 3.12 - Parâmetros do controle COL2\_SumpLC.**



No Aspen Plus Dynamics, a coluna é iniciada a partir de uma condição fria e vazia. Existe um script pré-construído denominado “*Empty*” que é usado no Aspen Plus Dynamics para reiniciar a coluna desde um estado vazio e frio. Na realidade a coluna não é esvaziada, o que causaria um vácuo dentro da coluna, ou seja, ao executar o script *Empty* a coluna fica cheia do gás inerte nitrogênio a 20°C de temperatura e pressão de 1 bar. Por isso, o nitrogênio tem que ser especificado junto com os demais componentes químicos da simulação antes do modelo ser exportado do Aspen Plus.

Antes da execução do script “*Empty*”, as válvulas de purga VVENT e VVENT2 devem ser totalmente fechadas.

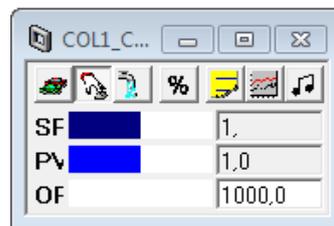
Para executar o script “*Empty*” e esvaziar a coluna:

1. Clica-se com o botão direito do mouse sobre a coluna no fluxograma.
2. Ao aparecer o menu, clica-se em *Scripts* e, então em *Empty*.

Depois dessa etapa, todos os controles devem ser colocados em modo manual e os sinais de saída dos controles devem ser ajustados em seus valores mínimos.

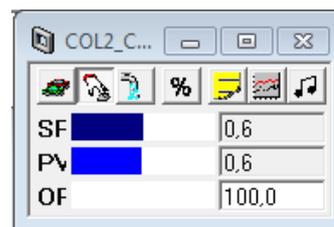
A Figura 3.13 mostra o controle de pressão da COL1, onde, SP é o valor especificado do setpoint, PV é o valor da variável do processo e OP é o valor do sinal de saída do controlador. O valor mínimo do sinal de saída do controle de pressão COL1\_CondPC é o valor mínimo da vazão da água de resfriamento do condensador, especificada em 1000 kg/h.

**Figura 3.13 - Controle de pressão COL1\_CondPC.**



O valor mínimo do sinal de saída do controle de pressão COL2\_CondPC é o valor mínimo da vazão da água de resfriamento do condensador, especificada em 100 kg/h como mostra a Figura 3.14.

**Figura 3.14 - Controle de pressão COL2\_CondPC**



O valor mínimo do sinal de saída dos controles de nível COL1\_DrumLC, COL1\_SumpLC, COL2\_DrumLC e COL2\_SumpLC é o valor mínimo da posição de abertura da válvula, ou seja, 0% como pode ser observado na Figura 3.15. O valor mínimo do sinal de saída dos controles de vazão FC, FSC e FV é o valor mínimo da posição de abertura da válvula, ou seja, 0% como está representado na Figura 3.16. O valor mínimo do sinal de saída do controle de temperatura TC é o valor mínimo da vazão do vapor de aquecimento no refervedor, especificada em 0,001 kg/h como mostra a Figura 3.17.

Figura 3.15 - Controles de (a) nível COL1\_DrumLC, (b) COL1\_SumpLC, (c) COL2\_DrumLC e (d) COL2\_SumpLC.

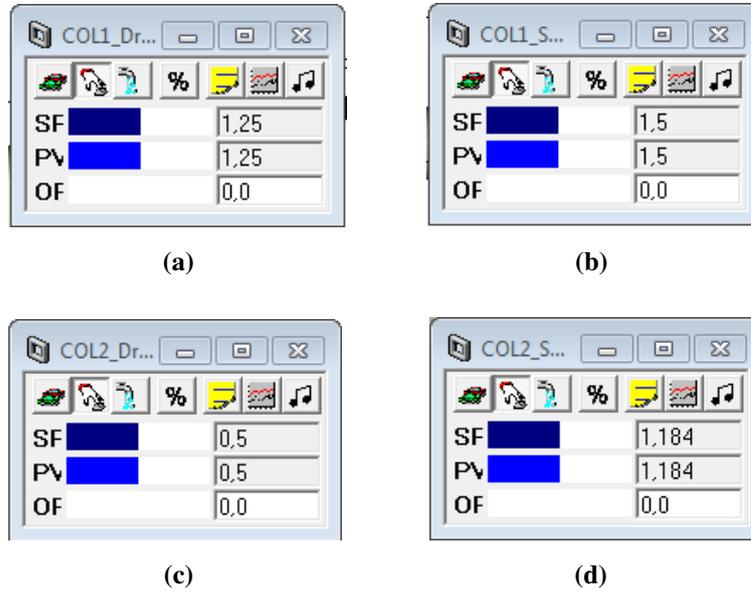


Figura 3.16 - Controles de vazão (a) FC, (b) FSC e (c) FV.

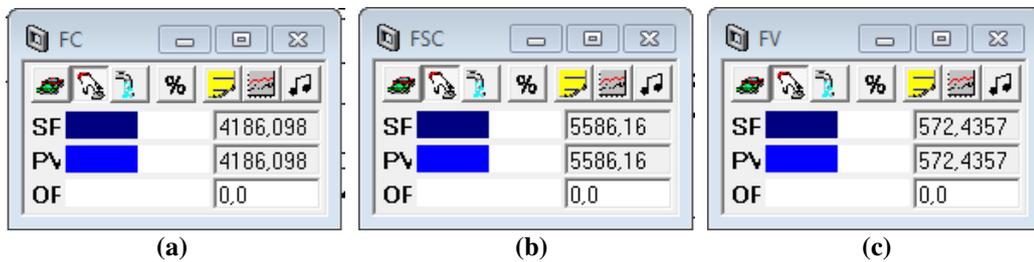
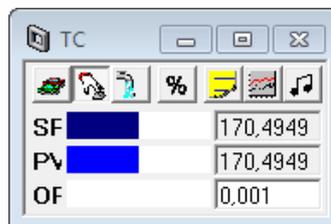


Figura 3.17 - Controle de temperatura TC.



O Aspen Dynamics normalmente utiliza os modo de execução “dinâmico” e “inicialização”. Após o ajuste dos controles no modo manual, o modo de execução “inicialização” pode ser executado. No modo de execução “inicialização” o sistema de equações é resolvido no tempo zero para encontrar os valores das variáveis livres.

Após a execução da “inicialização”, o modo de execução deve ser alterado para o “dinâmico”. Dessa forma, o modelo já está pronto para ser simulado dinamicamente. No modo de execução “dinâmico” primeiramente é feita a execução da inicialização no tempo 0 e então o sistema de equações é integrado passo a passo. Os resultados são reportados em cada intervalo de comunicação.

Após a execução dessas etapas, deve-se adicionar um “*Task*” ao modelo. O “*Task*” corresponde a uma sequência de ações, especificadas pelo usuário, que são realizadas pelo simulador no tempo determinado, ou seja, é no “*Task*” que todas as etapas do procedimento de partida são especificadas. O “*Task*” deve ser desenvolvido com uma linguagem de programação própria do Aspen Plus Dynamics.

## **Capítulo 4**

---

# **Desenvolvimento do Procedimento de Partida**

# Capítulo 4 – Desenvolvimento do Procedimento de Partida

Neste capítulo é apresentado um procedimento de partida para o sistema estudado que foi desenvolvido a partir de várias simulações e ajustes no *task* do Aspen Dynamics. Além disso, foi realizada uma análise do comportamento dinâmico da coluna extrativa e da coluna de recuperação durante a aplicação do procedimento de partida desenvolvido.

## 4.1 Procedimento Base para a Operação de Partida de uma Coluna de Destilação

De acordo com Ruiz et al (1988), os diferentes procedimentos operacionais de partida são gerados a partir de um sequência de ações básicas cujo o tempo de emprego, período de emprego e a natureza pode ser variada. A sequência de ações que constitui a base para diferentes procedimentos operacionais de partida é:

No tempo  $t = 0$ , a coluna está vazia e o líquido de alimentação é introduzido (somente o líquido de alimentação é considerado).

No tempo  $t = t_1$ , o líquido começa a gotejar no prato abaixo através dos orifícios ao invés do *downcomer*. O líquido alcança a base da coluna (ou refeededor) e aumentando assim o nível de líquido na base.

No tempo  $t = t_2$ , o calor é introduzido no refeededor e o vapor começa a ascender na coluna.

No tempo  $t = t_3$ , o condensador começa a operar quando o vapor alcança o prato de topo e o vaso de refluxo começa a encher.

No tempo  $t = t_4$ , o refluxo é introduzido na coluna e a operação de Refluxo Total é iniciada.

- No tempo  $t = t_5$ , o vapor flui através dos orifícios dos pratos selando-os, de forma que o líquido não goteja mais através dos orifícios dos pratos e o *holdup* líquido nos pratos começa a aumentar.
- No tempo  $t = t_6$ , todos os pratos possuem um *holdup* líquido suficiente de forma que o líquido começa a escoar pelos *downcomers*. Os *downcomers* são selados e nenhum vapor pode ascender através deles.
- No tempo  $t = t_7$ , a operação da coluna é comutada de refluxo total para refluxo especificado e o destilado começa a ser retirado. Observação: a comutação de refluxo total para refluxo especificado pode ser realizada em etapas.
- No tempo  $t = t_8$ , a operação da coluna continua e o estado estacionário é alcançado.

#### 4.2 Procedimento de Partida Desenvolvido para o Sistema Estudado

Neste trabalho, os procedimentos desenvolvidos foram baseados nesta sequência de ações básicas. A sequência de ações corresponde principalmente na abertura e fechamento de válvulas durante toda a operação de partida.

Para desenvolver um procedimento de partida é necessário especificar uma sequência de ações básicas no *Task*, com a linguagem de programação própria, do Aspen Dynamics e observar o efeito das ações no comportamento dinâmico das principais variáveis do sistema, como temperatura, pressão e nível de líquido. A partir das observações, altera-se a sequência de ações e/ou o tempo em que as ações são realizadas de forma a alcançar o comportamento dinâmico adequado para a operação de partida. Muitas vezes as alterações realizadas na sequência de ações, no *Task*, provocam a não convergência da simulação e, portanto, a sequência deve ser novamente alterada até que o sistema alcance a convergência e execute todas as etapas da partida.

A partir de várias simulações de procedimentos de partida, observações e ajustes nas sequências de ações desenvolveu-se um procedimento de partida, denominado PP1, adequado ao sistema de colunas de destilações termicamente acopladas estudado que apresentou o menor tempo total de partida. O procedimento de partida, PP1, desenvolvido pode ser representado, de forma resumida, pela seguinte sequência de ações:

- No tempo  $t = 0$  h, a COL1 está vazia e fria e a mistura azeotrópica etanol-água e o solvente etilenoglicol são introduzidos de forma gradual. Obs: durante todo o procedimento, as vazões de alimentação da mistura etanol-água e do etilenoglicol são gradualmente aumentadas até alcançar os respectivos valores do estado estacionário.
- No tempo  $t = 0,87$  h, o líquido alcança a base da coluna e o nível na base da COL1 começa a aumentar.
- No tempo  $t = 2,03$  h, o nível de líquido na base da COL1 alcança o valor de 0,34 m e o controle de pressão da COL1 é colocado em modo automático com o setpoint ajustado em 1 bar.
- No tempo  $t = 2,13$  h, o vapor de aquecimento começa a ser introduzido no refeedor, de forma que o líquido na base começa a vaporizar e o vapor gerado começa a ascender na COL1. Obs: durante todo o procedimento de partida a vazão do vapor de aquecimento é gradualmente aumentada até alcançar o valor de estado estacionário.
- No tempo  $t = 2,14$  h, a válvula de purga de nitrogênio da COL1 é totalmente aberta.
- No tempo  $t = 2,63$  h, a válvula de purga de nitrogênio da COL1 começa a ser gradualmente fechada.
- No tempo  $t = 2,8$  h, o nível no vaso de refluxo alcança o valor de 0,5 m e o refluxo da COL1 é iniciado.
- No tempo  $t = 7,54$  h, a fração mássica da água no estágio 24 da COL1, no qual a corrente de alimentação da COL2 está conectada, alcança o valor de 0,8 e a alimentação da COL2 é iniciada.
- No tempo  $t = 7,69$  h, o controle de pressão da COL2 é colocado em modo automático com o setpoint ajustado em 0,6 bar.
- No tempo  $t = 7,74$  h, a válvula de purga de nitrogênio da COL2 é totalmente aberta.
- No tempo  $t = 8,06$  h, a válvula de purga de nitrogênio da COL2 é fechada.
- No tempo  $t = 11,76$  h, os controles de vazão da mistura etanol-água e do etilenoglicol são

ajustados em seus valores de estado estacionário.

No tempo  $t = 12,01$  h, o controle de temperatura da COL1 é colocado em modo automático com o setpoint ajustado em  $170,49$  °C.

No tempo  $t = 13,01$  h, o nível do vaso de refluxo da COL2 alcança o valor de  $0,5$  m e o refluxo é iniciado.

No tempo  $t = 14,54$  h, o nível da base da COL2 alcança o valor de  $0,8$  m e a válvula VLIQ começa a ser aberta de forma gradual e o produto de base da COL2 retorna a COL1.

No tempo  $t = 22,63$  h, as especificações do estado estacionário são alcançadas.

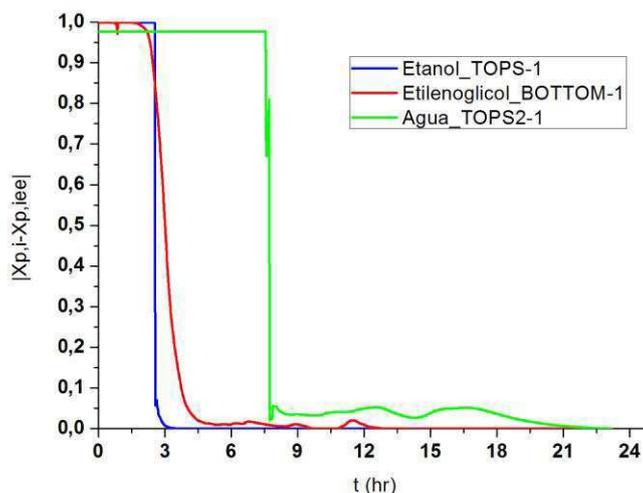
O *Task* correspondente a este procedimento pode ser visualizado no Apêndice.

O final da operação de partida é determinado quando as frações mássicas dos produtos satisfazem a Equação 4.1.  $X_{p,i}$  é a fração mássica do componente  $i$  na corrente de produto  $p$ ,  $X_{p,iee}$  é a fração mássica do componente  $i$  na corrente de produto  $p$  no estado estacionário.

$$|X_{p,i} - X_{p,iee}| \leq 0,001 \quad (4.1)$$

A Figura 4.1 representa o gráfico da Equação 4.1 aplicada nas correntes de produto da COL1 e da COL2. A partir da Figura 4.1 é possível observar que embora a corrente de produto de topo TOPS-1 da COL1 alcance a condição menor do que  $0,001$  no instante de tempo  $t = 3,45$  h, a COL1 só alcança o estado estacionário no tempo  $t = 12,76$  h, ou seja, quando a Equação 4.1 alcança a condição menor do que  $0,001$  na corrente de produto de base BOTTOM-1.

Da mesma forma, a COL2 só alcança o estado estacionário no tempo  $t = 22,63$  h. Portanto, a COL2 é quem determina o tempo de partida total do sistema de colunas de destilação termicamente acopladas estudado já que é a última a alcançar o estado estacionário.

**Figura 4.1 - Determinação do Tempo Total da Partida Para o PP1.**

### 4.3 Comportamento Dinâmico do Sistema Durante a Operação de Partida

#### 4.3.1 Comportamento dinâmico da COL1

A partir dos resultados gráficos do procedimento de partida PP1 desenvolvido, é possível analisar o comportamento dinâmico do sistema estudado durante a operação de partida. A Figura 4.2 mostra o comportamento dinâmico da vazão de líquido em alguns estágios da COL1 durante a operação do procedimento de partida PP1.

Na Figura 4.2 fica bem definido que a vazão do líquido nos estágios 2 e 3 localizados acima do estágio 4, onde o solvente é alimentado, é menor do que nos demais estágios, pois esses estágios são alimentados unicamente pelo refluxo da COL1.

Entre os estágios 4 e 15 o perfil da vazão do líquido já apresenta valores maiores, pois recebem líquido proveniente do refluxo e da corrente de alimentação do solvente. Entre os estágios 16 e 28 o perfil da vazão do líquido apresenta os maiores valores, pois recebem o líquido proveniente do refluxo, da corrente de alimentação do solvente e da corrente de alimentação da mistura azeotrópica.

A Figura 4.3 mostra o comportamento dinâmico da vazão de vapor em alguns estágios da COL1 durante a operação do procedimento de partida PP1.

Figura 4.2 - Vazão de Líquido nos estágios da COL1 para o PP1.

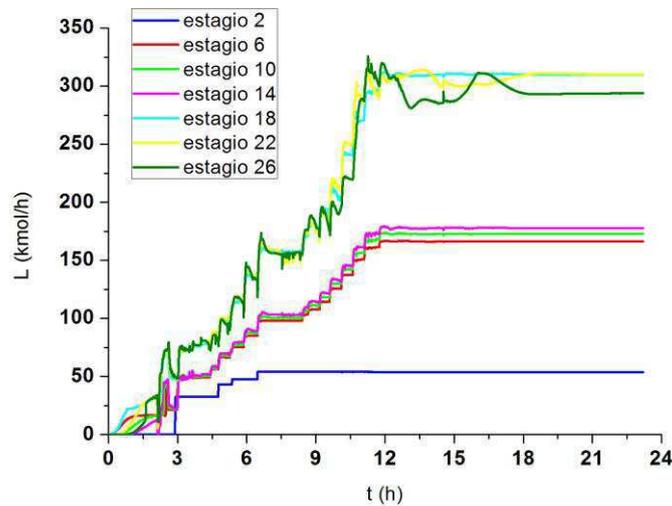
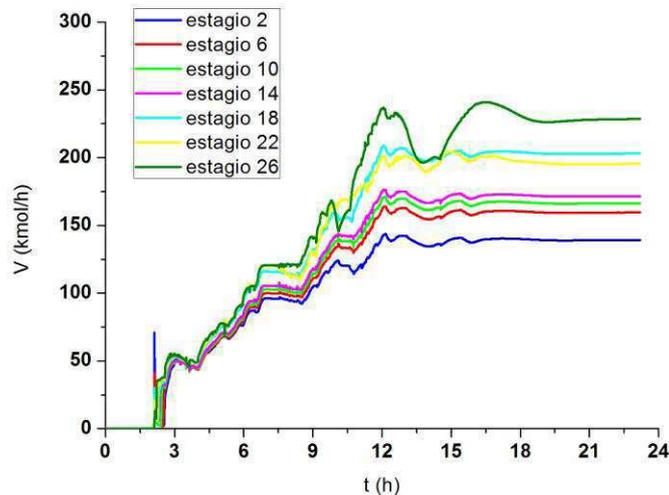
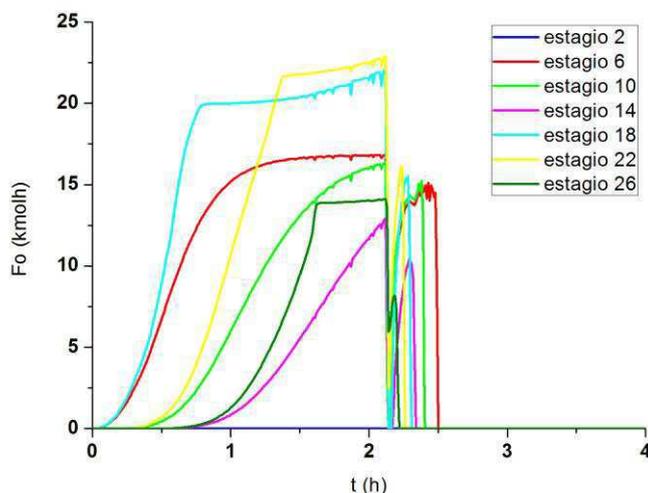


Figura 4.3 - Vazão de vapor nos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1.



Nas Figuras 4.2 e 4.3, pode-se observar que o perfil da vazão do vapor e o perfil da vazão de líquido são influenciados pelo perfil da pressão nos estágios da coluna, mostrado na Figura 4.8. Além disso, observa-se que as vazões de líquido e vapor nos estágios localizados abaixo do prato de alimentação da mistura azeotrópica, 16, sofrem maiores perturbações do que nos estágios localizados acima do estágio de alimentação. A Figura 4.4 mostra o comportamento dinâmico da vazão de líquido nos orifícios de alguns pratos da COL1.

Figura 4.4 - Vazão de líquido nos orifícios dos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1.



A partir da Figura 4.4 observa-se que nos primeiros momentos da operação de partida o líquido goteja através dos orifícios dos pratos e quando o nível de líquido no prato é alto o suficiente, o líquido começa a fluir, também, através dos *downcomers*. Os pratos começam a ser completamente selados quando inicia-se a geração de vapor no refeedor e o vapor começa a ascender na COL1, ou seja, no tempo  $t = 2,22$  h.

Quando o prato é selado o líquido só flui através dos *downcomers* e o vapor só ascende a COL1 através dos orifícios dos pratos. Nos estágios 2 e 3, que estão localizados acima do estágio 4 de alimentação do solvente não há fluxo de líquido através dos orifícios dos pratos já que eles só recebem o líquido proveniente do refluxo e os pratos são selados antes do refluxo ser iniciado.

A Figura 4.5 mostra o comportamento dinâmico do holdup líquido em alguns estágios da COL1 durante a operação de partida PP1. A partir da Figura 4.5 observa-se que o holdup líquido dos estágios localizados acima do estágio de alimentação da mistura azeotrópica apresentam um comportamento dinâmico ascendente até atingir os respectivos valores do estado estacionário enquanto o holdup líquido dos estágios localizados abaixo do estágio de alimentação da mistura azeotrópica apresentam um comportamento ascendente e descendente até atingir as condições de estado estacionário. A Figura 4.6 mostra o comportamento dinâmico da densidade molar do líquido nos estágios da coluna durante a operação de partida.

Figura 4.5 - Holdup líquido dos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1.

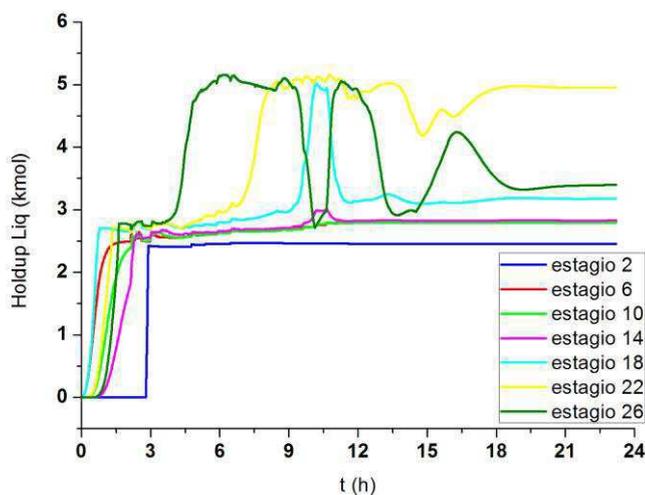
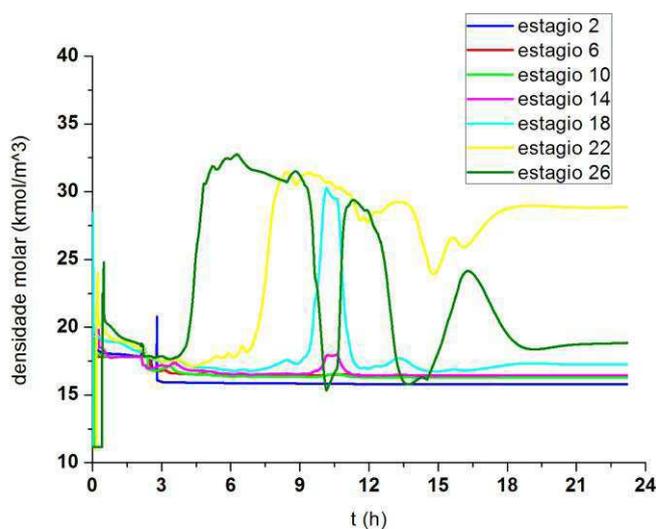
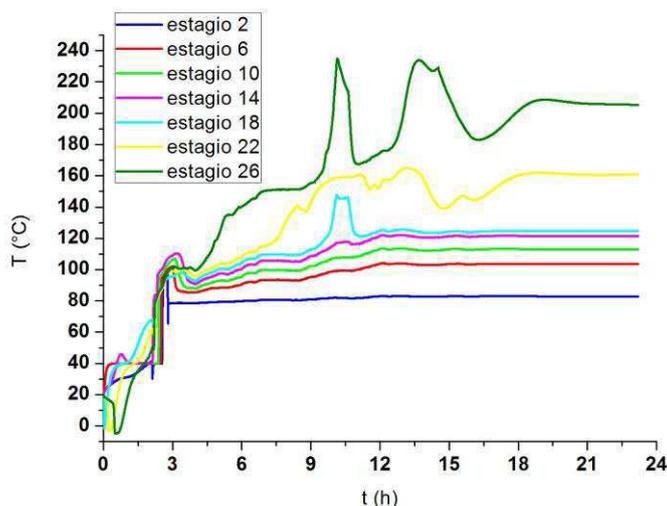


Figura 4.6 - Densidade molar do líquido nos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1



Nas Figuras 4.5 e 4.6, pode-se observar que o holdup líquido nos estágios da coluna é diretamente influenciado pela densidade molar do líquido em cada estágio. A Figura 4.7 mostra o comportamento dinâmico da temperatura em alguns estágios da COL1 durante a operação de partida PP1.

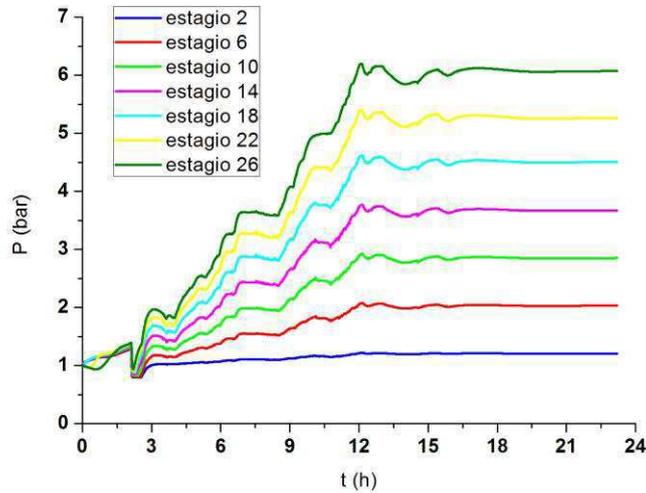
**Figura 4.7 - Temperatura dos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1.**

Observa-se que no início da operação de partida as temperaturas dos estágios localizados na zona de esgotamento sofrem uma brusca queda na temperatura, e em seguida, ocorre um aumento de temperatura até alcançar a temperatura da alimentação da mistura azeotrópica, 40°C. Nos momentos seguintes as temperaturas dos estágios aumentam com o aumento da vazão do vapor de aquecimento no refeedor e sofrem uma leve queda devido ao refluxo. As temperaturas dos estágios localizados na zona de esgotamento sofrem maiores distúrbios do que as dos estágios localizados na zona de retificação.

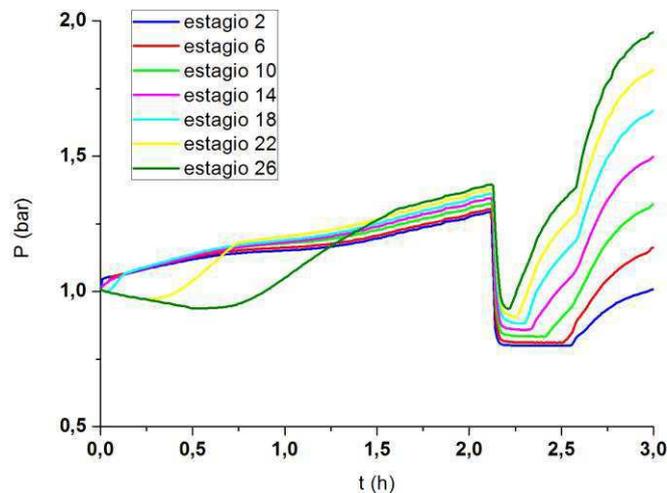
De acordo com Kister (1990), quando a coluna de destilação é pressurizada com um gás inerte e o líquido de alimentação é introduzido na coluna, ocorrerá uma queda de temperatura nos estágios da coluna até que o líquido em ebulição atinja as condições de equilíbrio com o vapor em condensação. Quando a coluna contém um gás inerte, o equilíbrio é alcançado quando a pressão parcial do líquido evaporado aumenta o suficiente no espaço do vapor. Até esse instante, a temperatura de flash será muito mais baixa do que o ponto de bolha da alimentação na pressão da coluna.

A Figura 4.8 mostra o comportamento dinâmico da pressão em alguns estágios da COL1 durante a operação de partida PP1 e a Figura 4.9 mostra em detalhe o comportamento da pressão em alguns estágios da COL1 durante os primeiros instantes da partida.

**Figura 4.8 - Pressão dos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para o PP1.**



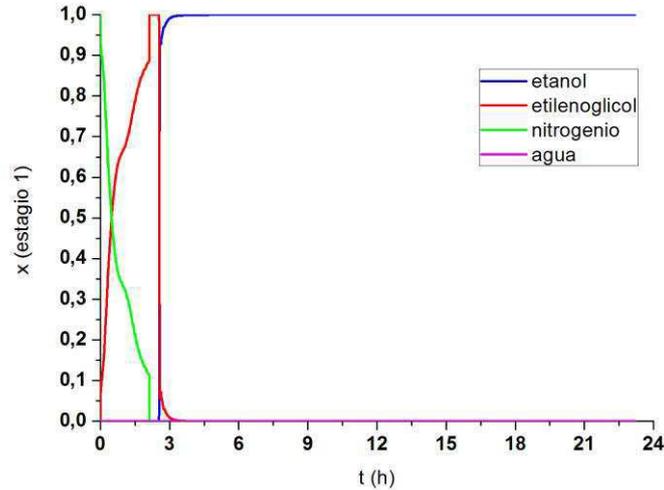
**Figura 4.9 - Comportamento dinâmico da pressão em alguns estágios da COL1 nos primeiros instantes da partida.**



Observa-se que nos primeiros momentos da partida a pressão sofre um aumento nos estágios localizados na seção de retificação e uma queda nos estágios localizados seção de esgotamento seguida de um aumento. No tempo  $t = 2,12$  h, a pressão em todos os estágios sofre uma queda brusca devido à abertura da válvula de purga da COL1, VVENT, e logo após começa a aumentar devido a ação do controle de pressão, COL1\_CondPC, e do aumento da temperatura até alcançar os valores do estado estacionário.

A Figura 4.10 mostra o comportamento dinâmico da fração mássica no vaso de refluxo da COL1 durante a operação de partida PP1.

**Figura 4.10 - Fração mássica do líquido no vaso de refluxo da COL1 para o PP1.**



Observa-se na Figura 4.10 que no início da operação de partida a fração mássica do nitrogênio é predominante no vaso de refluxo da COL1 e em seguida a fração mássica do nitrogênio diminui à medida que fração mássica do etilenoglicol aumenta. Esse comportamento inicial na composição no vaso de refluxo da COL1 não pode ser considerado como resultado e sim como um meio do simulador fechar o balanço de massa, já que o etilenoglicol não é vaporizado durante a operação de partida por possuir um alto ponto de ebulição.

Essa afirmação pode ser comprovada ao visualizar as Figuras 4.11 e 4.12 que mostram o comportamento dinâmico do holdup total, do líquido e do vapor no vaso de refluxo da COL1 e o holdup por componente no vaso de refluxo da COL1, respectivamente. Na Figura 4.11 observa-se que no vaso de refluxo não existe praticamente vapor e, portanto, o holdup do vapor é próximo de zero durante todo o procedimento de partida. O holdup total é, então, igual ao holdup líquido. O holdup líquido no vaso de refluxo é zero no início da operação de partida e só começa a aumentar no tempo  $t = 2,57$  h.

Figura 4.11 - Holdup total, do líquido e do vapor no vaso de refluxo da COL1 para o PP1.

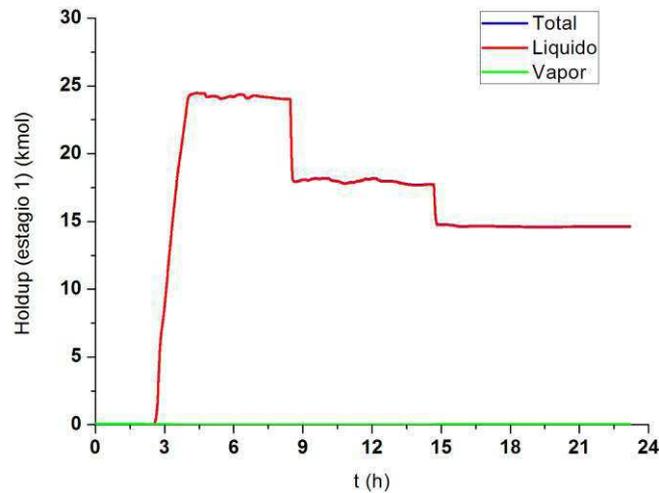
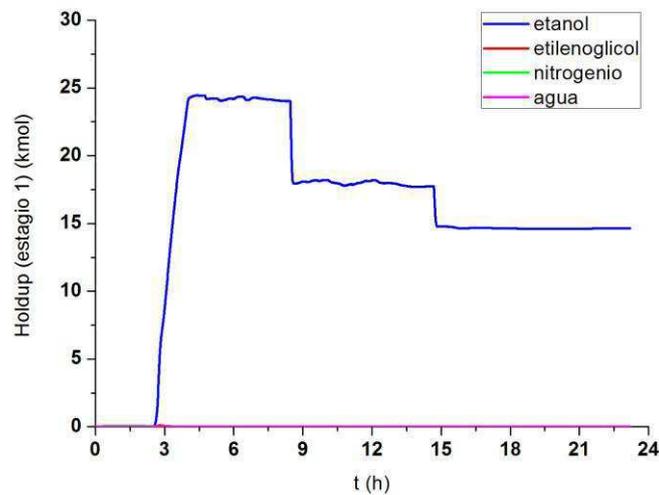
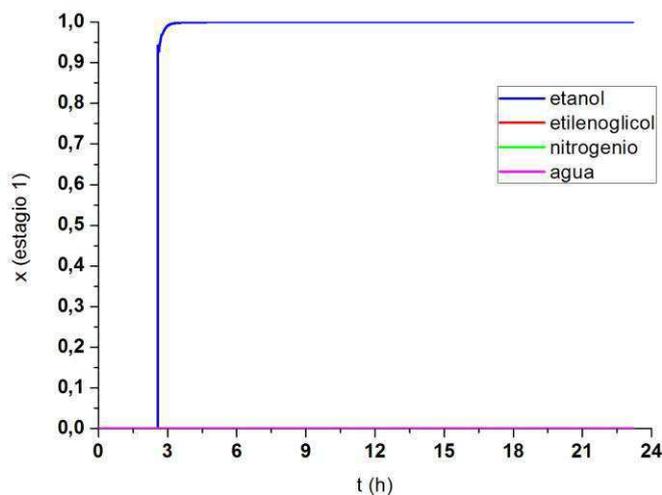


Figura 4.12 - Holdup líquido dos componentes no vaso de refluxo da COL1 para o PP1.



Na Figura 4.12 é possível observar que o único componente que chega ao vaso de refluxo é o etanol e que os demais componentes permanecem com o holdup zero durante toda a operação de partida. Como o holdup líquido no vaso de refluxo só começa a aumentar no tempo  $t = 2,57$  h o comportamento dinâmico da fração mássica no estágio 1 só pode ser considerada depois do tempo  $t = 2,57$  h como representado na Figura 4.13.

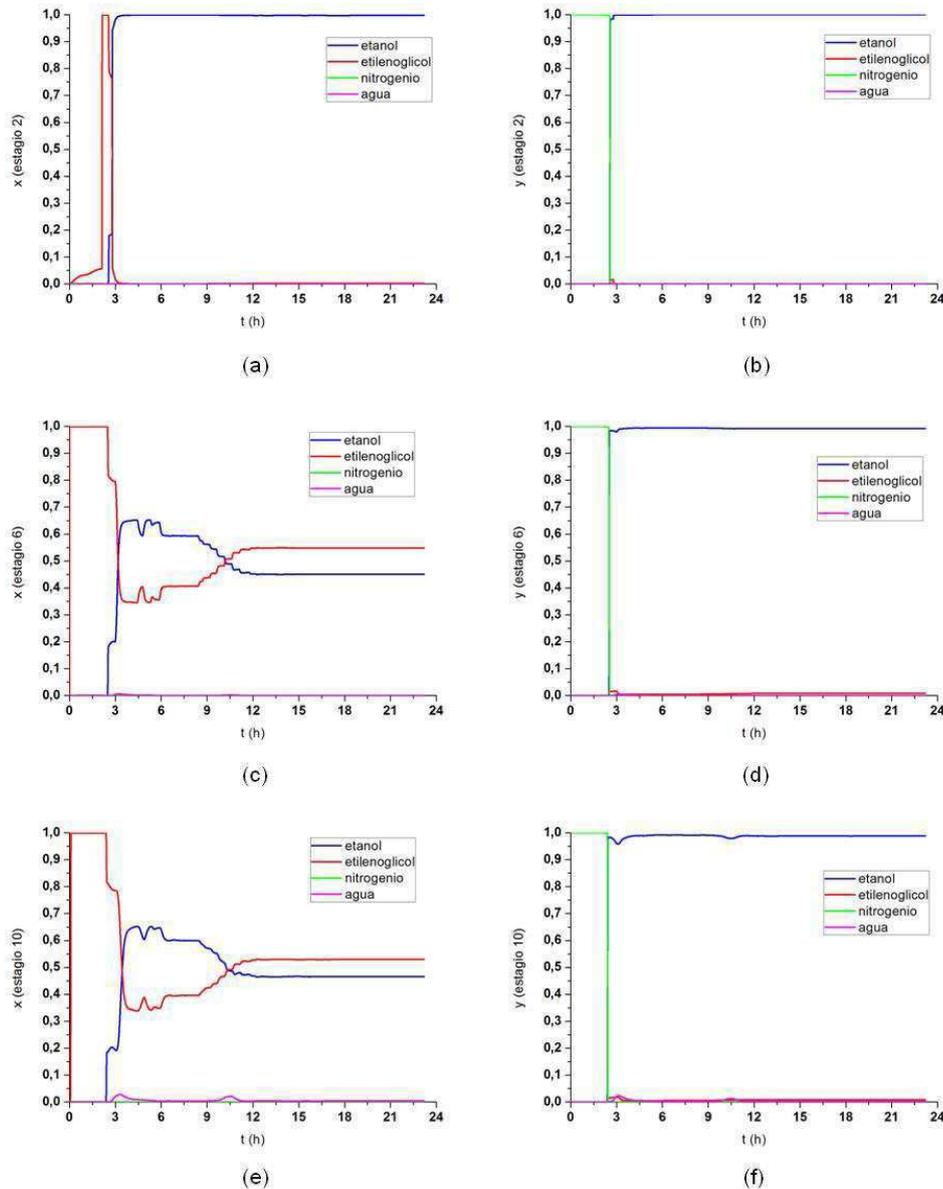
**Figura 4.13 - Fração mássica do líquido no vaso de refluxo da COL1 para o PP1.**



A Figura 4.14 mostra o comportamento dinâmico da fração molar dos componentes nos estágios 2, 6 e 10 localizados na zona de retificação da COL1. No início da operação de partida ocorre uma queda de pressão nos estágios localizados na zona de esgotamento. A queda de pressão provoca um aumento na vazão do vapor nos estágios localizados na zona de retificação e conseqüentemente o arraste do etilenoglicol para os estágios 2 e 3 da COL1. Desta forma, a fração líquida de etilenoglicol no estágio 2 aumenta como pode ser observado na Figura 4.14(a).

Quando o etanol é vaporizado e o vapor rico em etanol alcança os estágios 2 e 3, uma pequena parte desse vapor é condensado e, então, a fração molar do etilenoglicol no líquido diminui enquanto que a fração molar do etanol no líquido aumenta. Logo após, o refluxo é iniciado e os estágios 2 e 3 são preenchidos com o etanol líquido e desta forma a fração molar no líquido alcança o valor máximo para o etanol. A Figura 4.15 mostra o comportamento dinâmico da fração molar dos componentes nos estágios 18, 22 e 26 localizados na zona de esgotamento da COL1.

**Figura 4.14 - Comportamento dinâmico da fração molar do líquido e da fração molar do vapor em alguns estágios da zona de retificação da COL1.**

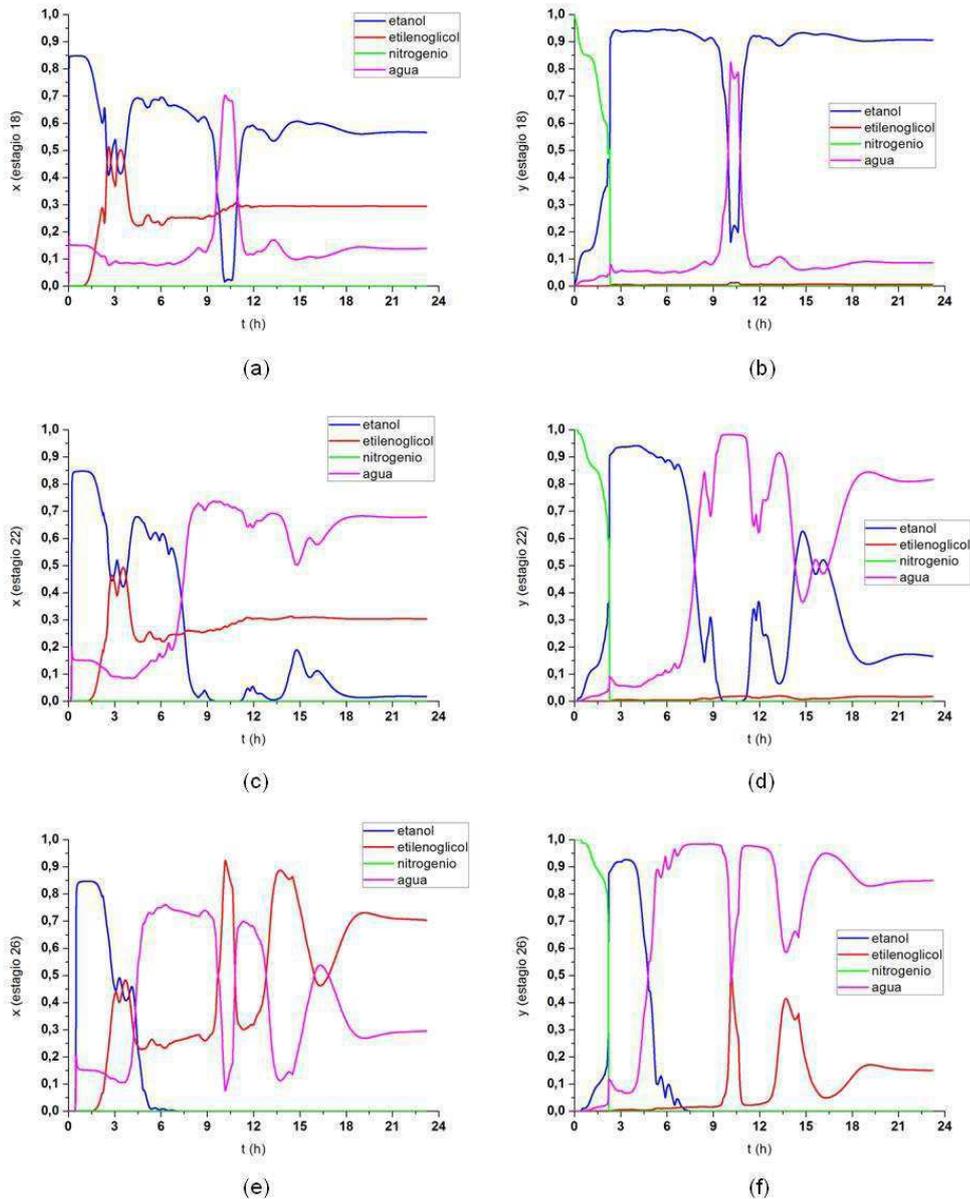


Observa-se que os perfis das variáveis nos estágios localizados na zona de esgotamento da coluna apresentam em seus comportamentos dinâmicos distúrbios maiores do que aqueles apresentados na zona de retificação da coluna. Com o aumento da vazão do vapor ascendente, a temperatura dos estágios começa a aumentar.

Com o aumento de temperatura, o etanol é vaporizado. Desta forma, a fração molar do etanol no líquido começa a diminuir e a fração molar da água no líquido começa a aumentar. Com o aumento da fração molar de água no líquido a densidade molar do líquido aumenta

provocando um aumento no holdup líquido, já que a densidade molar da água é maior do que a densidade molar do etanol e do etilenoglicol.

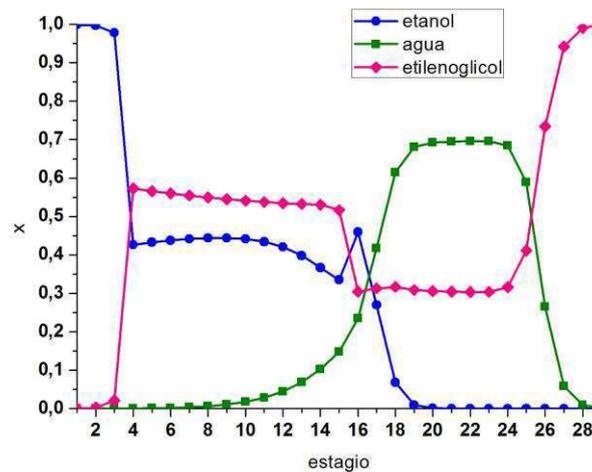
**Figura 4.15 - Comportamento dinâmico da fração molar do líquido e da fração molar do vapor em alguns estágios da zona de esgotamento da COL1.**



A temperatura continua aumentando gradativamente em alguns estágios da zona de esgotamento até o instante em que a água começa a evaporar e, conseqüentemente, a fração molar da água no líquido cai bruscamente de forma que o holdup líquido também cai bruscamente provocando um aumento brusco da temperatura. Com o aumento da vazão de

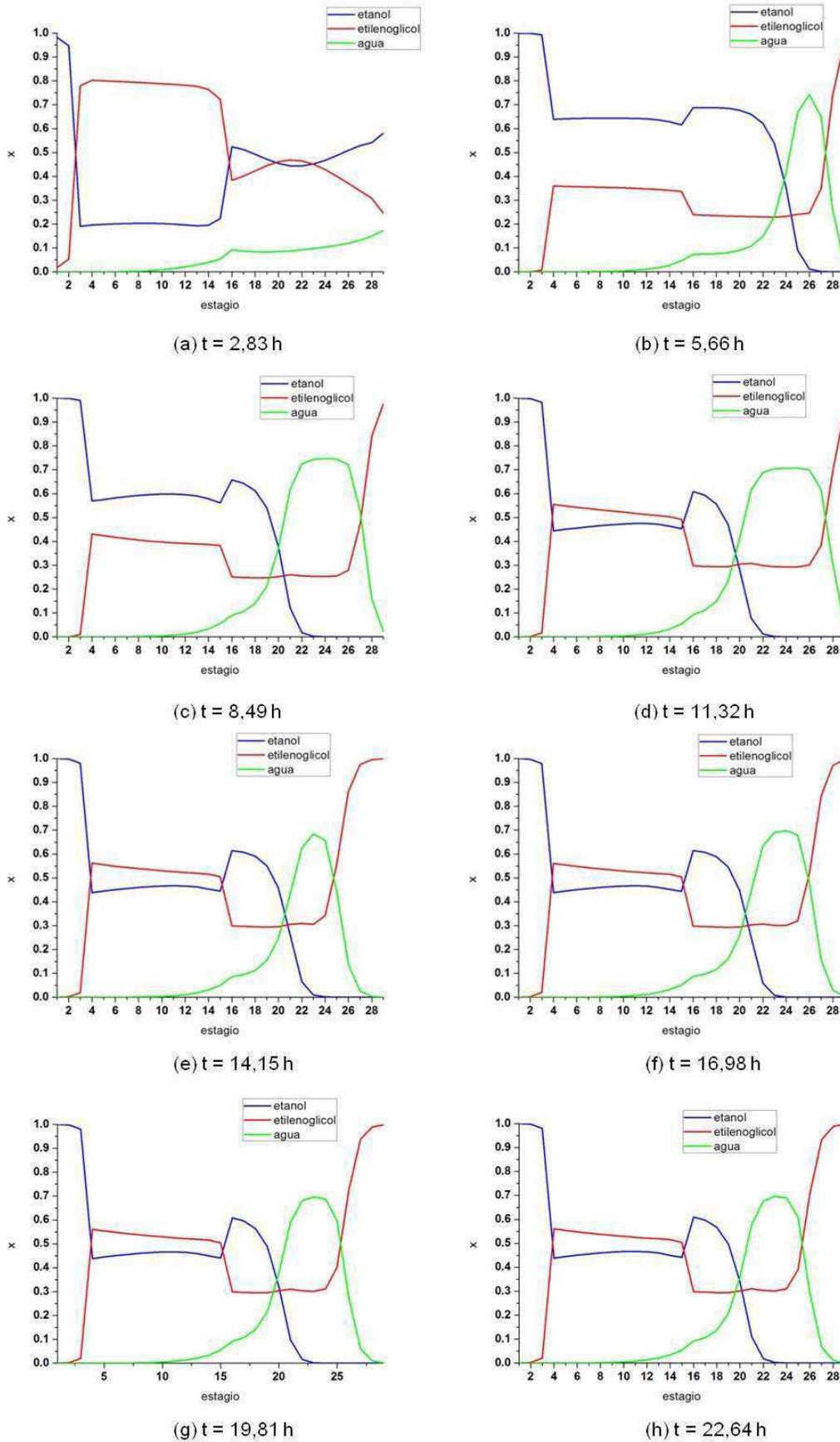
líquido a temperatura diminui, a fração molar da água no líquido aumenta e o holdup líquido aumenta. Com o aumento do holdup líquido, a vazão do vapor aumenta e essa sequência de comportamento se repete até o momento em que o sistema alcança o estado estacionário. A partir dos resultados observa-se que existe um grande acoplamento entre as variáveis do sistema.

**Figura 4.16 - Fração molar dos componentes na fase líquida ao longo dos estágios da coluna no estado estacionário**



Portanto, a variação brusca de algumas variáveis dos estágios localizados na zona de esgotamento da coluna de extração é devido à variação da fração molar da água no líquido. Este comportamento não é observado nos estágios localizados na zona de retificação, já que a água praticamente não está presente nesta zona como pode ser observado na Figura 4.16 que mostra a fração molar dos componentes na fase líquida ao longo dos estágios da coluna no estado estacionário e na Figura 4.17 que mostra a fração molar dos componentes na fase líquida ao longo dos estágios da coluna durante a execução do procedimento de partida.

Figura 4.17 - Fração molar dos componentes na fase líquida ao longo dos estágios durante o procedimento de partida



### 4.3.2 Comportamento dinâmico da COL2

As Figuras 4.18(a) e 4.18(b) mostram, respectivamente, o comportamento dinâmico da temperatura e da pressão nos estágios da COL2 durante a operação de partida. Pode-se observar na Figura 4.19(a) que a temperatura dos estágios da COL2 no início da operação de partida da COL2 é diretamente influenciada pela variação de temperatura no estágio 24 da COL2, onde a corrente de alimentação da COL2 está conectada na COL1 como pode ser observado na Figura 4.18.

Figura 4.18 - Comportamento dinâmico da (a) Temperatura e da (b) Pressão dos estágios da COL2.

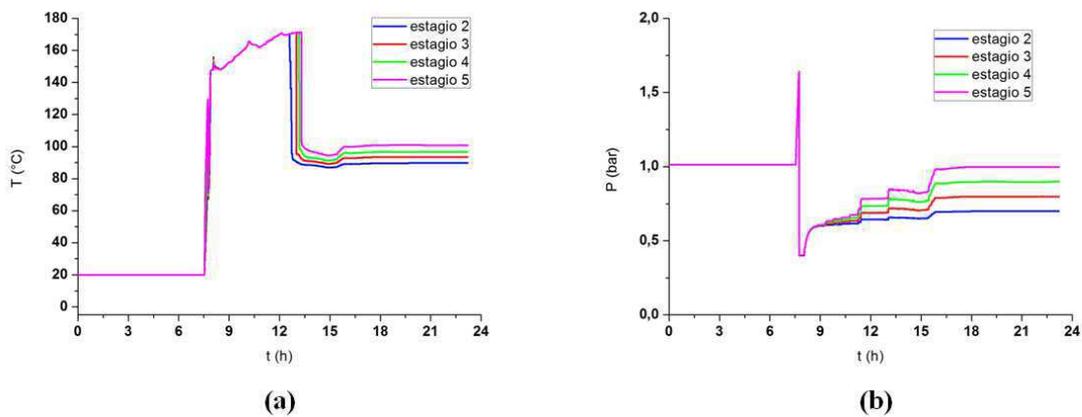
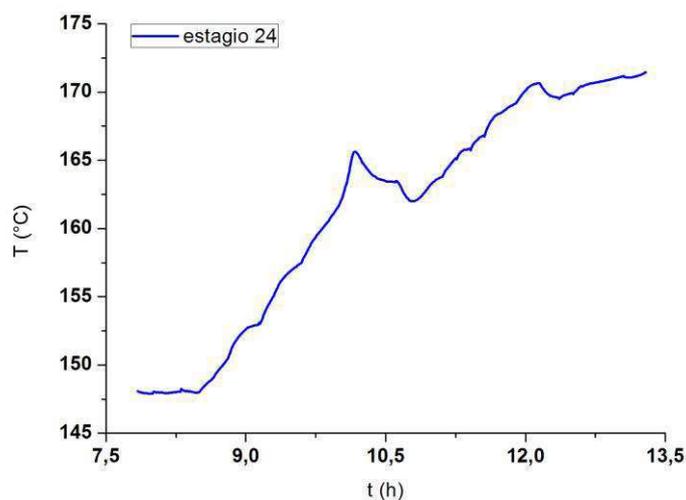


Figura 4.19 - Perfil da temperatura no estágio 24 da COL1.

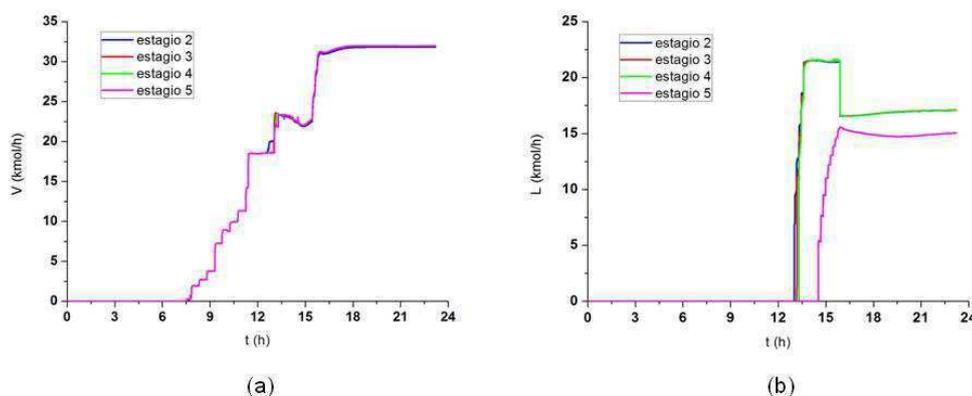


Quando o refluxo da COL2 é iniciado a temperatura dos estágios da COL2 sofre uma queda brusca de forma que cada estágio passa ter um valor diferente de temperatura formando um perfil de temperatura na COL2. Diferentemente da COL1, a COL2 não apresenta uma

queda de temperatura no início da operação de partida. Isso pode ser explicado pelo fato da COL2 ser alimentada apenas com vapor e dessa forma a pressão do vapor nos estágios da coluna alcançam os valores de equilíbrio logo nos primeiros instantes da partida.

Observa-se na Figura 4.18(b) que no início da operação de partida da COL2 a pressão dos estágios aumenta e logo após sofre uma queda brusca devido à abertura da válvula de purga de nitrogênio. Quando a válvula de purga é fechada a pressão dos estágios da coluna aumenta até alcançar os respectivos valores do estado estacionário. A perda de carga entre os estágios aumenta à medida que o líquido começa a encher os pratos da COL2. A Figura 4.20(a) mostra o comportamento dinâmico da vazão do vapor ascendente na COL2 durante a operação de partida. A Figura 4.20(b) mostra o comportamento dinâmico da vazão do líquido descendente na COL2 durante a operação de partida.

**Figura 4.20 - Comportamento dinâmico da (a) Vazão do Vapor e da (b) Vazão do Líquido dos estágios da COL2.**



A Figura 4.20 mostra o comportamento dinâmico do holdup líquido nos estágios da coluna. Observa-se que o holdup líquido do estágio 5 da COL2 é bem maior do que os demais estágios já que o estágio 5 corresponde a base da COL2.

A Figura 4.21 mostra o comportamento dinâmico da fração molar nos estágios 2 e 5 da COL2. Observa-se que no início da operação de partida da COL2 ocorre a condensação de parte do vapor que alimenta a COL2 como observado nas Figuras 4.21(a) e 4.21(c). Diferente da COL1, na COL2 não foi observada variações bruscas na fração molar da água e conseqüentemente nas demais variáveis da COL2.

Figura 4.21. Comportamento dinâmico do Holdup Líquido dos estágios da COL2.

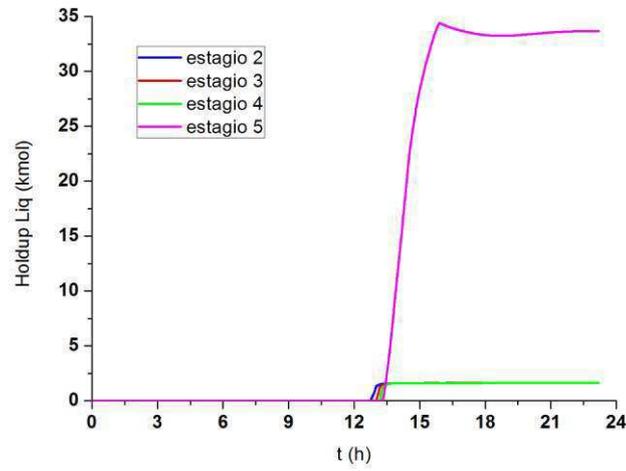
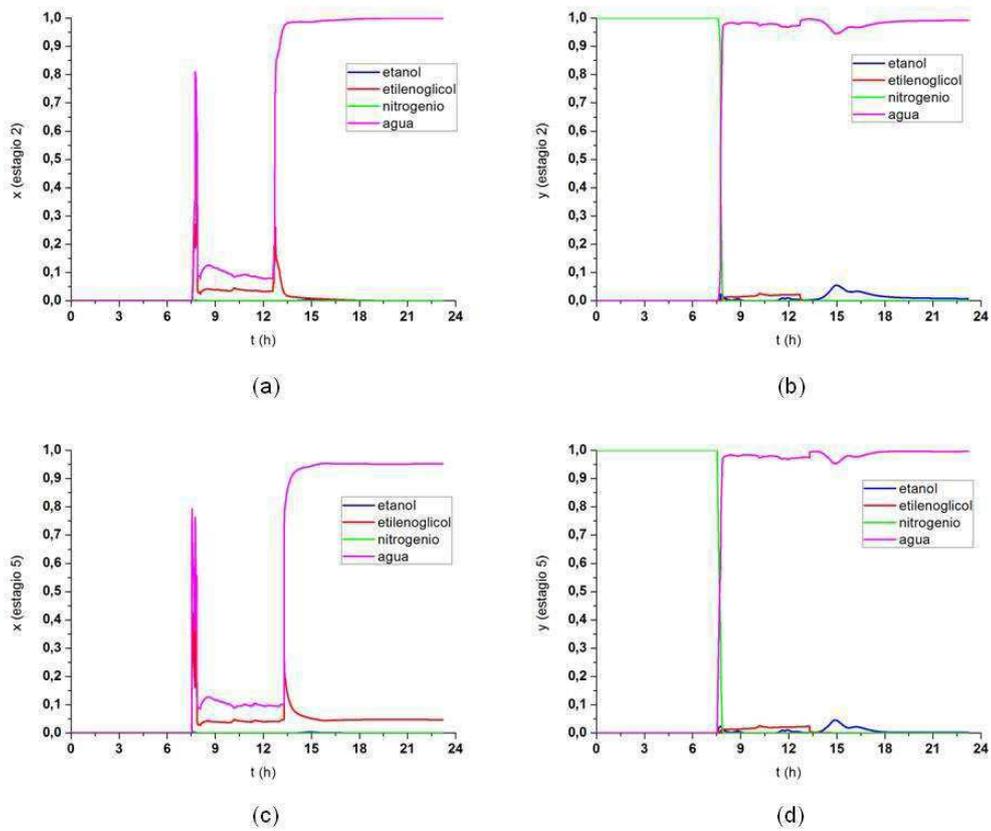


Figura 4.22 - Comportamento dinâmico da fração molar do líquido e da fração molar do vapor nos estágios 2 e 5 da COL2.



## **Capítulo 5**

---

# **Avaliação do Tempo de Partida**

## Capítulo 5 – Avaliação do Tempo de Partida

Observou-se durante o desenvolvimento de vários procedimentos de partida que a especificação da vazão do vapor de aquecimento no refeedor da coluna é uma variável de extrema importância para a partida, já que ela influencia direta ou indiretamente no comportamento dinâmico de várias outras variáveis, como temperatura, pressão, composição e conseqüentemente na operação de partida do sistema. Desta forma, neste capítulo são apresentados os resultados da avaliação do efeito do perfil da variação da vazão do vapor de aquecimento no refeedor sobre o tempo total da partida.

Além disso, foi observado que a coluna de recuperação do solvente é a que demanda mais tempo para concluir a partida. Portanto, foi realizada a análise do efeito da composição do vapor de alimentação da coluna de recuperação sobre o tempo total da partida.

Na literatura pesquisada não foi encontrado nenhum trabalho que informasse o instante de tempo adequado para a introdução do solvente na coluna de destilação extrativa, portanto, foi avaliado o efeito do instante de alimentação do solvente sobre o tempo total da partida do sistema. A partir dos resultados de todas as análises realizadas, desenvolveu-se uma nova configuração para o sistema e um novo procedimento que apresentou o menor tempo de partida para o sistema.

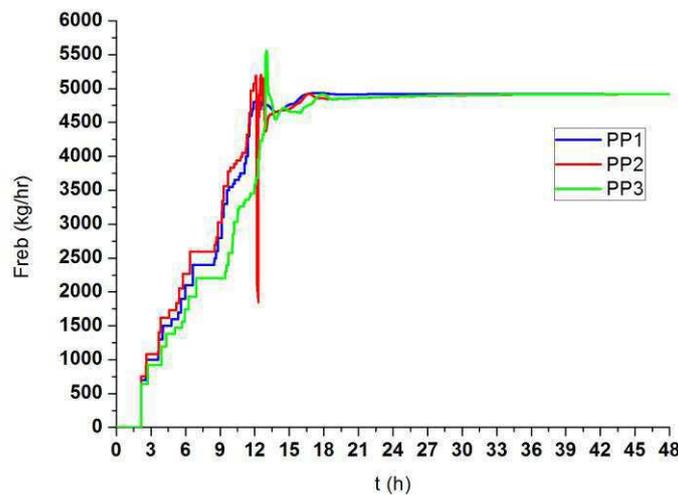
### 5.1 Efeito do Perfil de Variação da Vazão do Vapor de Aquecimento no Refeedor

Para avaliar o efeito do perfil de variação da vazão de vapor de aquecimento no refeedor sobre o tempo total da partida do sistema foram desenvolvidos mais dois procedimentos de partida. No procedimento de partida PP2, aumentou-se o perfil de variação da vazão do vapor de aquecimento no refeedor em 8% em relação ao perfil de variação da vazão do vapor de aquecimento no refeedor do procedimento de partida PP1, ou seja, os valores especificados da vazão de vapor de aquecimento durante a operação de partida foram aumentados 8% em relação aos valores da vazão de vapor de aquecimento do PP1. No procedimento de partida PP3, diminuiu-se o perfil de variação da vazão do vapor de

aquecimento no refeedor em 8% em relação ao perfil de variação da vazão do vapor de aquecimento no refeedor do procedimento de partida PP1.

Tomou-se cuidado para que as todas as ações realizadas no PP1 fossem mantidas alterando-se apenas o perfil de variação da vazão de vapor de forma a permitir a comparação entre os procedimentos de partida e avaliação do efeito da variação realizada sobre o tempo total da partida. Portanto, as demais ações do PP2 e do PP3 são as mesmas do PP1. Os procedimentos PP2 e PP3 encontram-se no Apêndice 2. A Figura 5.1 mostra os perfis da vazão de vapor de aquecimento para os procedimentos PP1, PP2 e PP3.

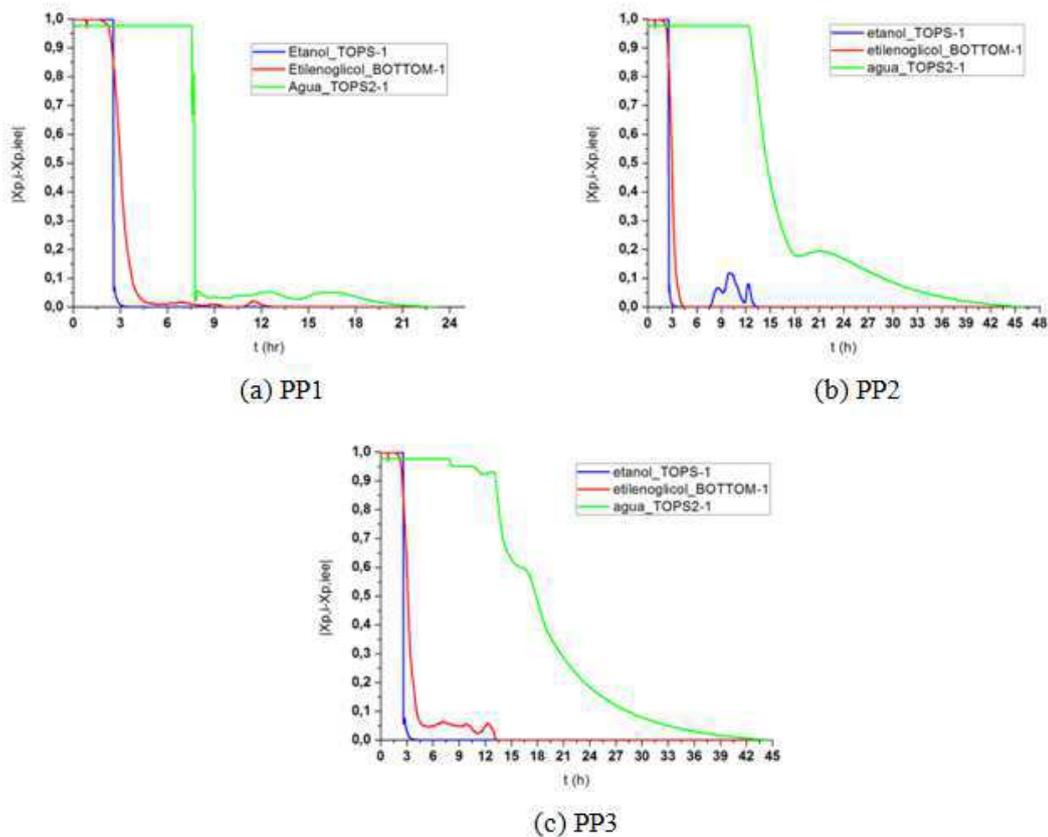
**Figura 5.1 - Perfis da vazão de vapor de aquecimento para os procedimentos PP1, PP2 e PP3.**



O efeito da vazão do vapor de aquecimento sobre o tempo total da partida para os três procedimentos pode ser observado na Figura 5.2. Como visto anteriormente, o tempo total do PP1 é de 22,63 h. Em comparação, observa-se na Figura 5.2(b) que o tempo total do PP2 é de 45,41 h e na Figura 5.2(c) que o tempo total do PP3 é de 44,33 h. Novamente observa-se que a COL2 é que determina o tempo total do sistema, pois é a coluna que demanda mais tempo para alcançar as especificações do estado estacionário.

Esse aumento no tempo total dos procedimento PP2 e PP3 pode ser explicado ao visualizar a Figura 5.3 que mostra o comportamento dinâmico da fração mássica da corrente, VAP, que faz a interligação entre as COL1 e a COL2. A composição da corrente VAP, que é a mesma do estágio 24, assim como a composição de todos os estágios da COL1 é diretamente influenciada pela temperatura do estágio que é consequência da vazão do vapor de aquecimento no refeedor.

Figura 5.2 - Tempo total da partida para os procedimentos PP1, PP2 e PP3.



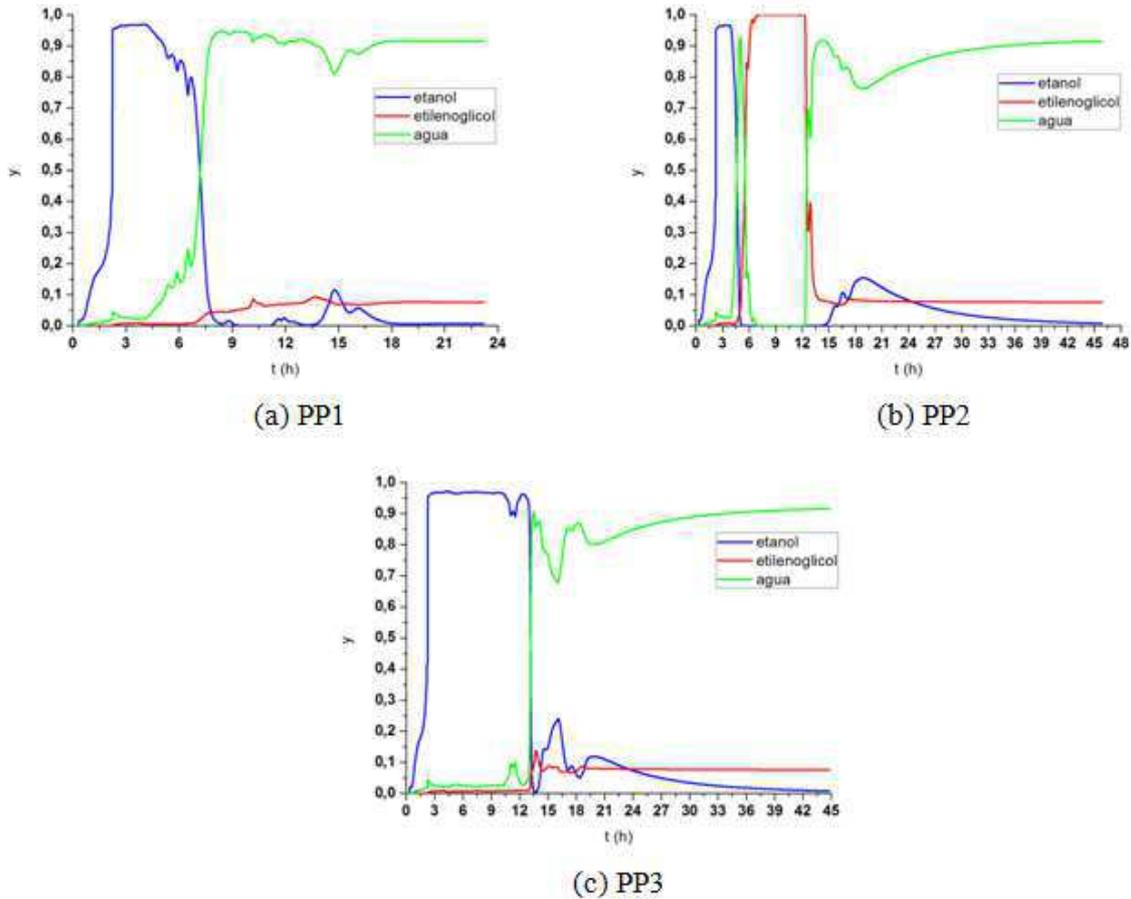
Observa-se que no PP1 a COL2 começa a ser alimentada no tempo  $t = 7,5$  h, ou seja, quando a fração mássica da água alcança o valor de 0,8. A fração mássica da água na corrente de alimentação VAP permaneceu acima de 0,8 durante todo o procedimento de partida da COL2.

Tomou-se cuidado para que nos procedimentos PP2 e PP3 a alimentação da COL2 fosse realizada no mesmo instante de tempo do PP1, no tempo  $t = 7,5$  h, de forma que o instante de alimentação não influenciasse no tempo da partida da COL2. Portanto, na Figura 5.3(b) observa-se que no PP2 a COL2 começou a ser alimentada quando a fração mássica do etilenoglicol predominava sobre a água e sobre o etanol e que a fração mássica da água só permaneceu superior a 0,8 a partir do tempo  $t = 21$  h.

No período de tempo entre 7,5 h e 21 h uma grande quantidade de etilenoglicol e etanol foram alimentados na COL2 no PP2. Durante o PP2 observou-se certa dificuldade para purgar o nitrogênio do interior da COL2, já que no início da operação de partida da COL2 o

componente predominante é o etilenoglicol que possui uma baixa pressão de vapor o que reduz a pressão da coluna.

**Figura 5.3 - Fração mássica da corrente VAP para os procedimentos PP1, PP2 e PP3.**

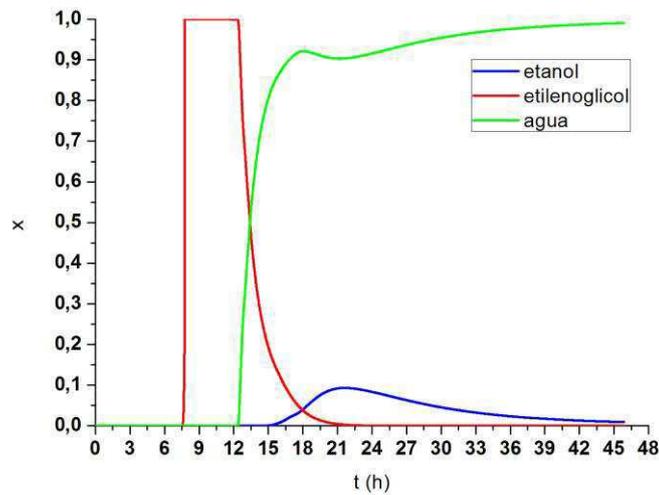


A Figura 5.4 mostra o comportamento dinâmico da fração molar da corrente de destilado da COL2 durante o PP2. Observa-se na Figura 5.4 que no início da operação de partida o etilenoglicol é predominante na COL2 e que com o decorrer da partida a fração molar do etilenoglicol diminui enquanto a fração molar da água aumenta.

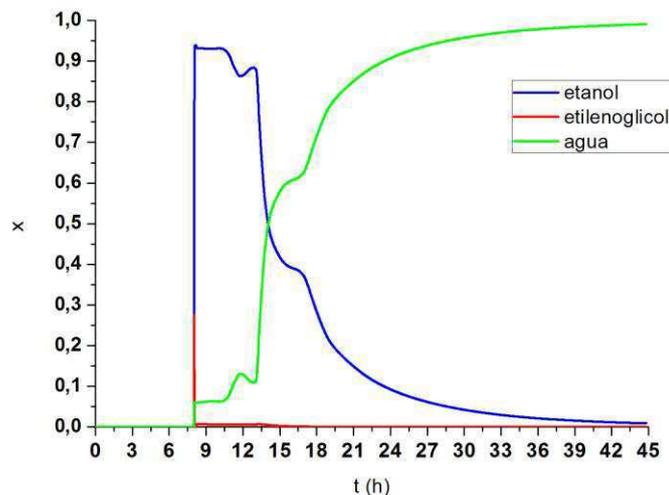
A fração molar da água apresenta um comportamento ascendente até o momento em que a fração molar do etanol começa a aumentar provocando uma pequena queda na fração molar da água. A formação do azeótropo etanol-água dificulta a conclusão da operação de partida, pois a especificação da água na corrente de destilado da COL2 exige mais tempo para ser alcançada.

Da mesma forma, como mostra a Figura 5.3(c), no PP3 a COL2 começou a ser alimentada quando a fração mássica do etanol predominava sobre a água e sobre o etilenoglicol e que a fração mássica da água só permaneceu superior a 0,8 a partir do tempo  $t = 16,65$  h. No período de tempo entre 7,5 h e 16,65 h, certa quantidade de etilenoglicol e etanol foram alimentadas na COL2 no PP3 como pode ser observado na Figura 5.5.

**Figura 5.4 - Comportamento dinâmico da fração molar na corrente de destilado da COL2 para o PP2.**



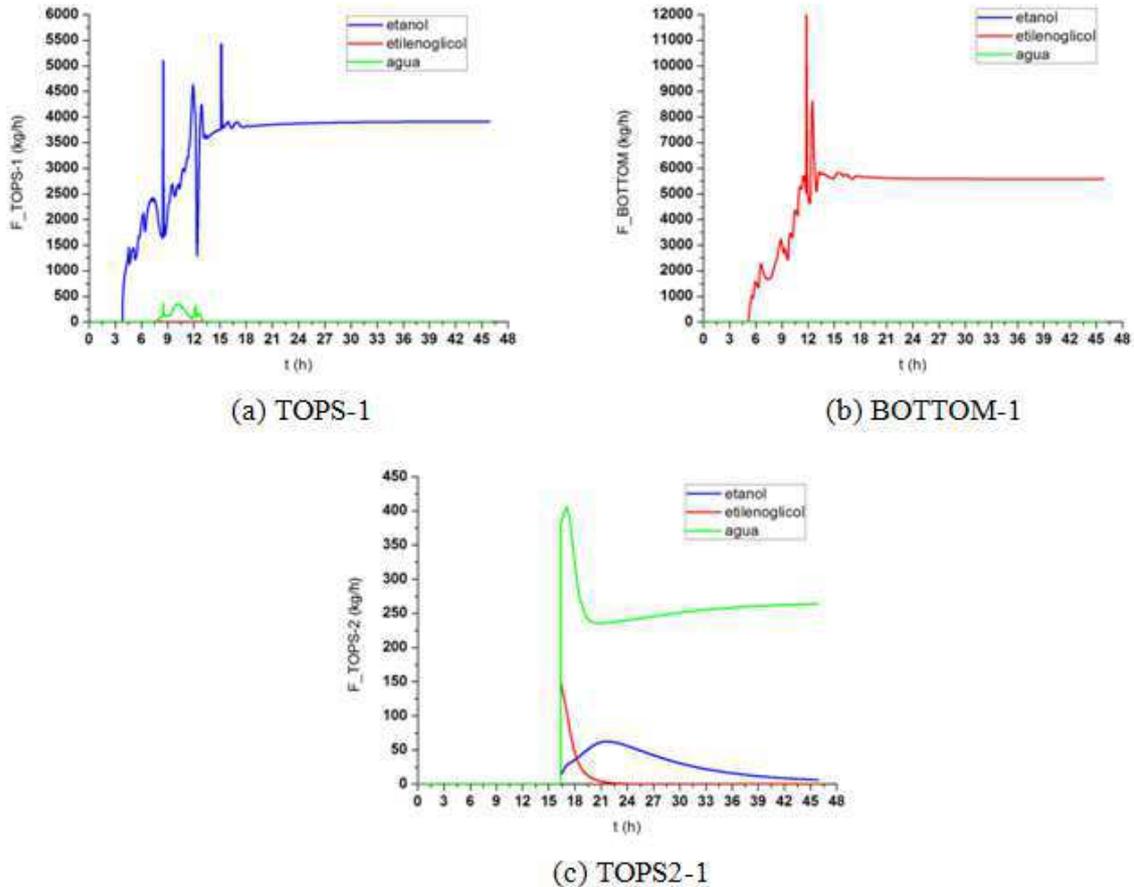
**Figura 5.5 - Comportamento dinâmico da fração molar na corrente de destilado da COL2 para o PP3.**



A Figura 5.6 mostra o comportamento dinâmico da vazão mássica dos componentes nas correntes de produto TOPS-1 e BOTTOM-1 da COL1 e na corrente TOPS2-1 da COL2 para o PP2. Como a vazão do vapor de aquecimento especificada durante a operação de

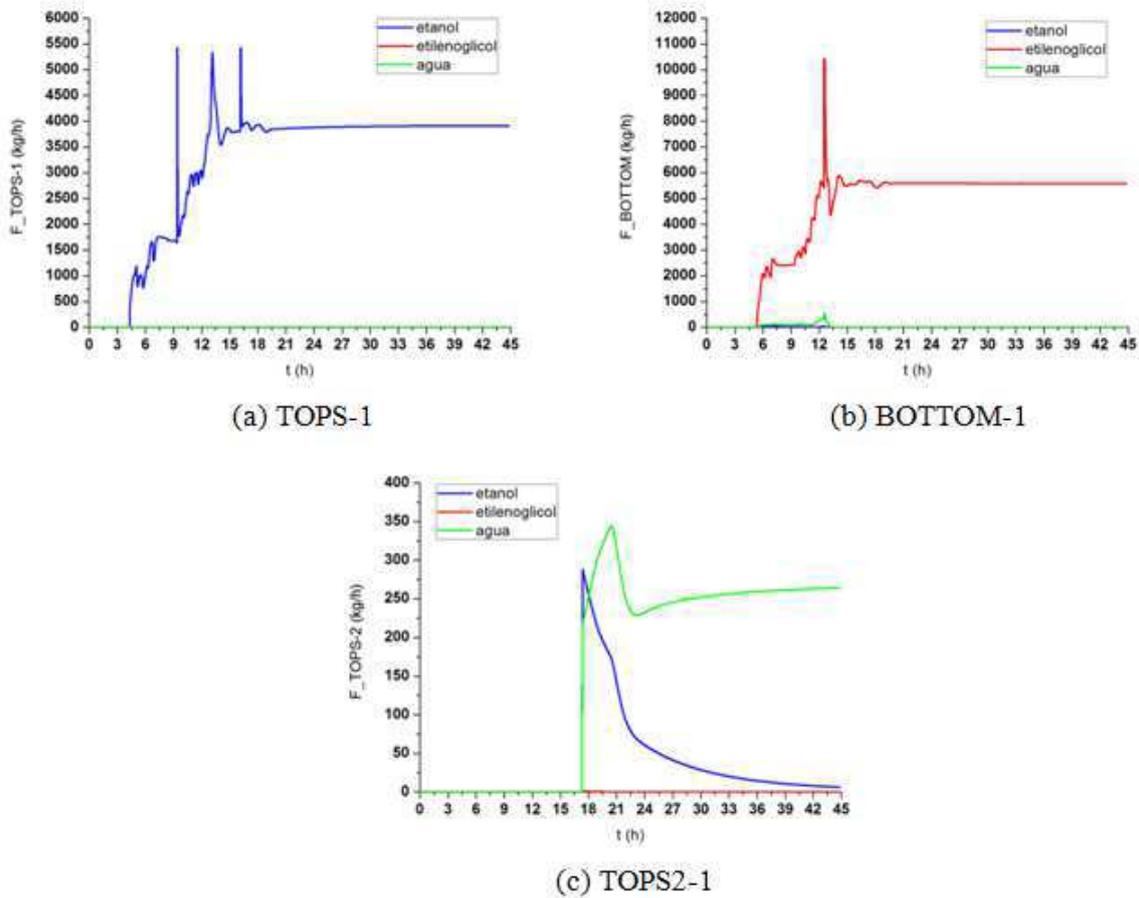
partida PP2 é maior do que para o PP1 conseqüentemente as temperaturas dos estágios também são maiores e, portanto há uma perda de água na corrente de destilado TOPS-1. A corrente de destilado TOPS-2 também apresenta uma perda de etilenoglicol e de etanol.

**Figura 5.6 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto TOPS-1 e BOTTOM-1 da COL1 e na corrente TOPS2-1 da COL2 para o PP2.**



A Figura 5.7 mostra o comportamento dinâmico da vazão mássica dos componentes nas correntes de produto TOPS-1 e BOTTOM-1 da COL1 e na corrente TOPS2-1 da COL2 para o PP3. Como a vazão do vapor de aquecimento especificada durante a operação de partida PP3 é menor do que para o PP1 e conseqüentemente as temperaturas dos estágios também são menores, há uma pequena perda de água na corrente de base, BOTTOM-1. A corrente de destilado TOPS-2 também apresenta uma perda de etanol que deveria ser produto da corrente de destilado TOPS-1.

**Figura 5.7 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto TOPS-1 e BOTTOM-1 da COL1 e na corrente TOPS2-1 da COL2 para o PP3.**



## 5.2 Efeito da Composição do Vapor de Alimentação da Coluna de Recuperação

Foi observado durante as simulações de vários procedimentos de partida que a COL2 determina o tempo total da partida do sistema e que este tempo poderia ser reduzido caso a fração mássica de água na corrente que parte da COL1 e alimenta a COL2, VAP, fosse mantida acima de 0,8 durante o procedimento de partida da COL2, como apresentado no PP1.

Para verificar essa afirmação foram desenvolvidos mais dois procedimentos de partida, PP4 e PP5. Nos procedimentos PP4 e PP5, variou-se o perfil da vazão do vapor de aquecimento no refeedor, somente após a alimentação da COL2 ter sido iniciada, e consequentemente o comportamento dinâmico da composição do vapor que alimenta a COL2. Uma vez que, a composição nos estágios da COL1 varia com a temperatura dos estágios e a temperatura dos estágios varia com a vazão do vapor de aquecimento no refeedor.

No procedimento de partida PP4, diminuiu-se a vazão do vapor de aquecimento no refeedor, depois que a alimentação da COL2 foi iniciada, e conseqüentemente a temperatura do estágio 24, de forma que o etanol foi o componente predominante na corrente de alimentação da COL2 durante alguns instantes da partida.

No procedimento de partida PP5, aumentou-se a vazão do vapor de aquecimento no refeedor, depois que a alimentação da COL2 foi iniciada, e conseqüentemente a temperatura do estágio 24, de forma que etilenoglicol foi o componente predominante na corrente de alimentação da COL2 durante alguns instantes da partida.

Os procedimentos PP4 e PP5 foram desenvolvidos a partir do PP1 realizando as devidas mudanças no perfil de variação da vazão de vapor de aquecimento no refeedor após a alimentação da COL2 ter sido iniciada. As demais ações do PP4 e do PP5 são as mesmas do PP1.

A Figura 5.8 mostra os perfis da fração mássica do vapor que alimenta a COL2 para os procedimentos PP1, PP4 e PP5. Levando-se em conta que a alimentação da COL2 só é iniciada quando a fração mássica da água no estágio 24 alcança o valor de 0,8, pode-se observar que durante os três procedimentos a fração mássica apresentou o mesmo comportamento dinâmico até a fração mássica de a água alcançar o valor de 0,8 e somente após esse instante que o perfil da fração mássica variou entre os procedimentos.

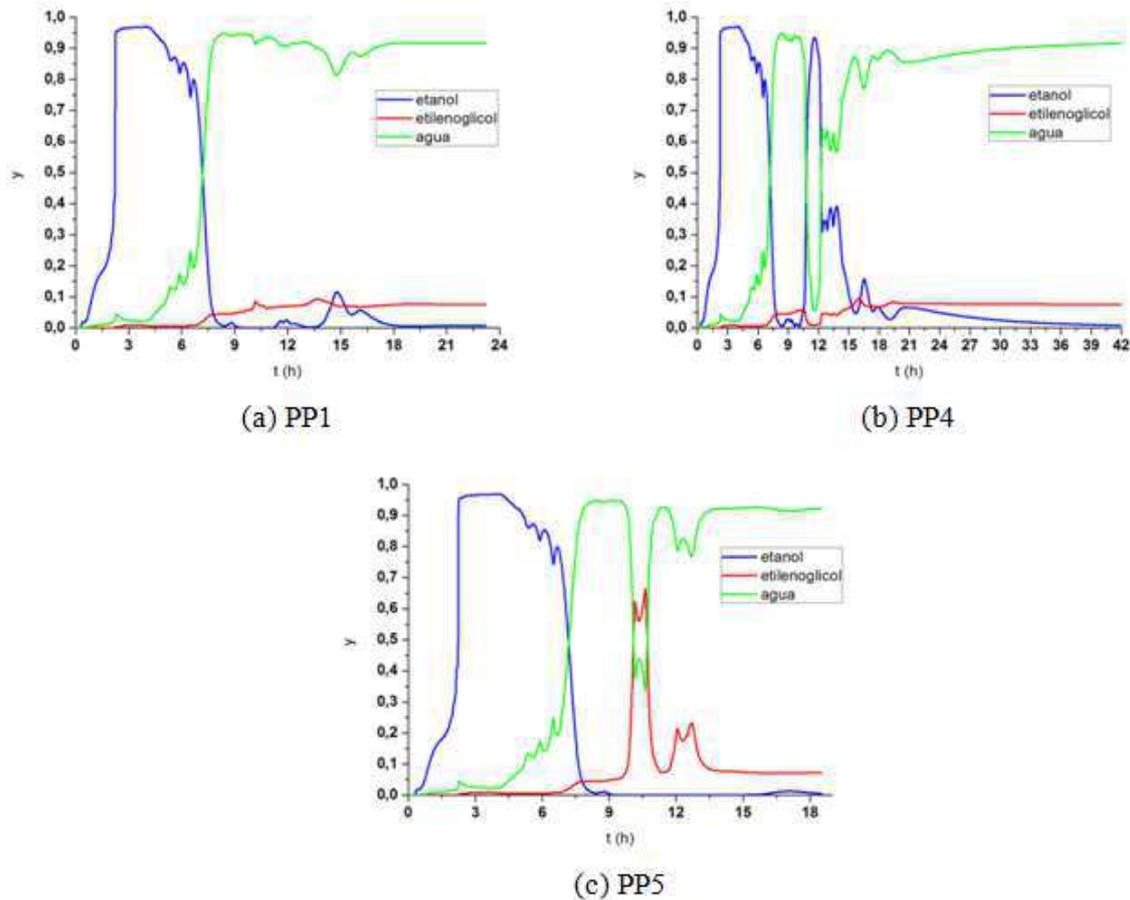
No PP1, a fração mássica de água foi mantida acima de 0,8. No PP4, em alguns instantes, a fração mássica de água diminuiu enquanto a fração mássica de etanol aumentou. No PP5, em alguns instantes, a fração mássica de água diminuiu enquanto a fração mássica do etilenoglicol aumentou.

No PP1 observa-se que durante a partida uma pequena quantidade de etanol ainda é alimentada na COL2, no PP2 uma quantidade maior de etanol é alimentada na COL2 e no PP3 praticamente nenhuma quantidade de etanol é alimentada na COL2.

O efeito da variação do perfil da fração mássica na corrente de alimentação da COL2, VAP, pode ser observado na Figura 5.9 que apresenta o tempo total da partida para os três procedimentos. Enquanto o tempo total do PP1 foi de 22,63 h, o tempo total do PP4 foi de 41,54 h e o tempo total do PP5 foi de 18,3 h. Portanto, quanto menor a quantidade de etanol alimentada na COL2 menor é o tempo de partida do sistema. Isto pode ser explicado pelo fato

do etilenoglicol ser bem mais fácil de separar da água do que o etanol, por apresentar uma baixa volatilidade.

**Figura 5.8 - Fração mássica da corrente VAP para os procedimentos PP1, PP4 e PP5.**



A Figura 5.10 mostra o comportamento dinâmico da temperatura nos estágios 2, 6, 10, 14, 18, 22 e 26 da COL1 para os três procedimentos. Observa-se que até 4,5 h de partida o comportamento dinâmico da temperatura nos estágios é o mesmo para os três procedimentos já que o perfil da vazão do vapor de aquecimento no refeedor é o mesmo até esse instante. A partir desse instante, o comportamento dinâmico da temperatura nos estágios varia. Observa-se uma variação maior na temperatura dos estágios para o PP5, seguido do PP1 e uma variação menor para o PP4.

A Figura 5.11 mostra o comportamento dinâmico da vazão mássica dos componentes nas correntes de produto TOPS-1 e BOTTOM-1 da COL1 e na corrente TOPS2-1 da COL2 para o PP4. Observa-se que o PP4 apresenta uma perda maior de etanol na corrente TOPS2-1 em relação ao PP1, devido à alimentação de etanol na COL2. A corrente TOPS-1 não apresenta perda de produtos e a corrente BOTTOM-1 apresenta uma pequena perda de água.

Figura 5.9 - Tempo total da partida para os procedimentos PP1, PP4 e PP5.

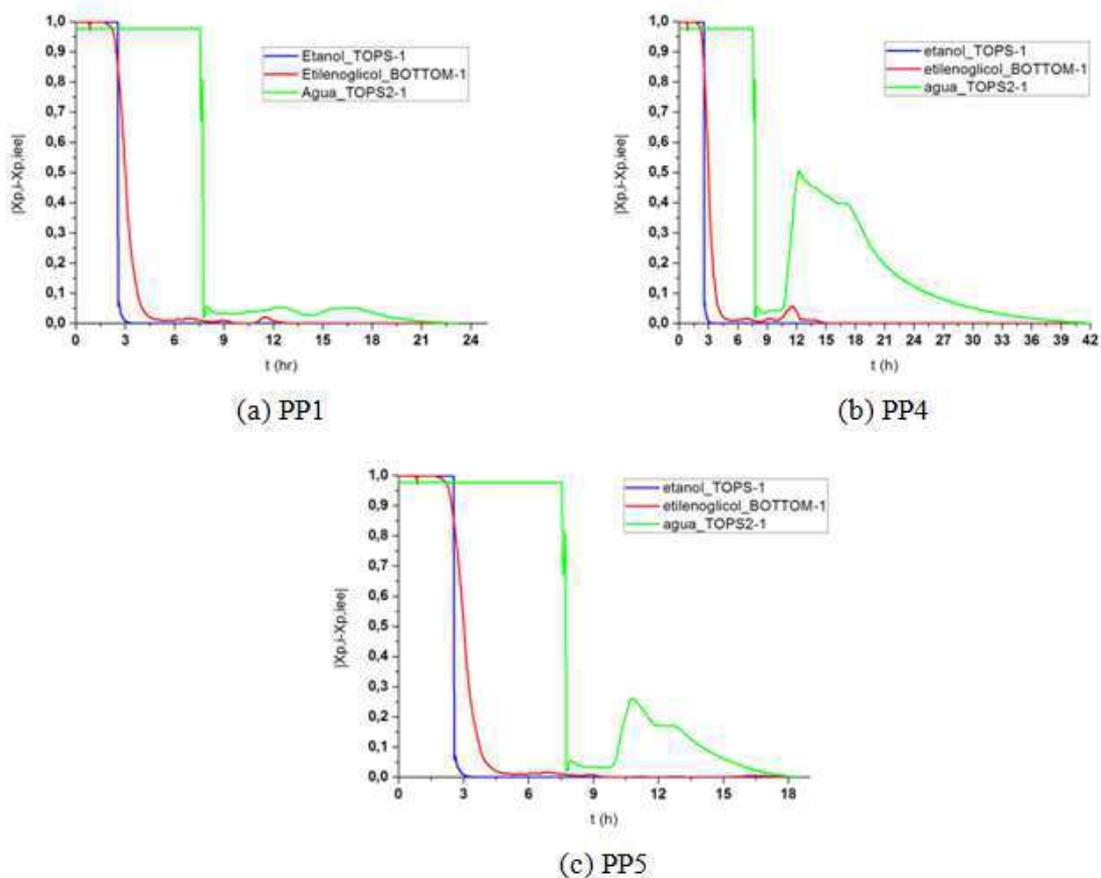


Figura 5.10 - Perfil da temperatura de alguns estágios da COL1 para os procedimentos PP1, PP4 e PP5.

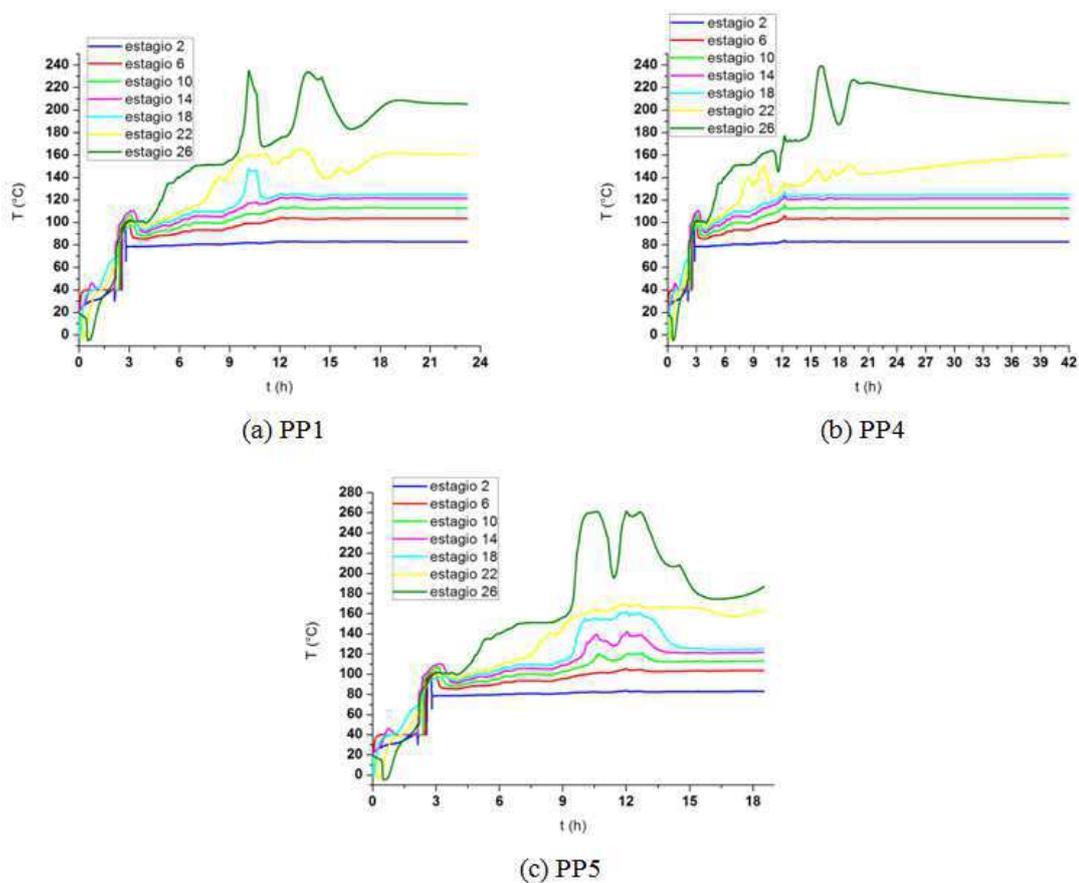


Figura 5.11 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto da COL1 e da COL2 para o PP4.

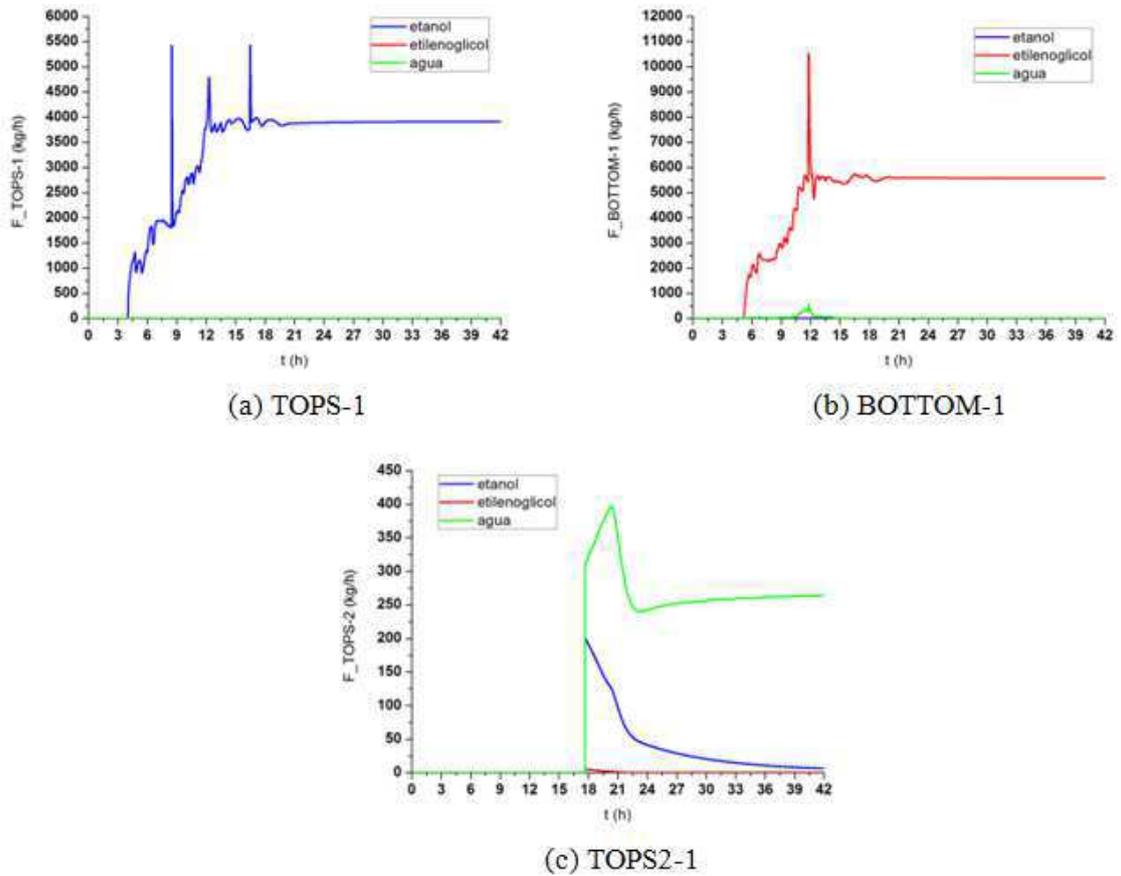
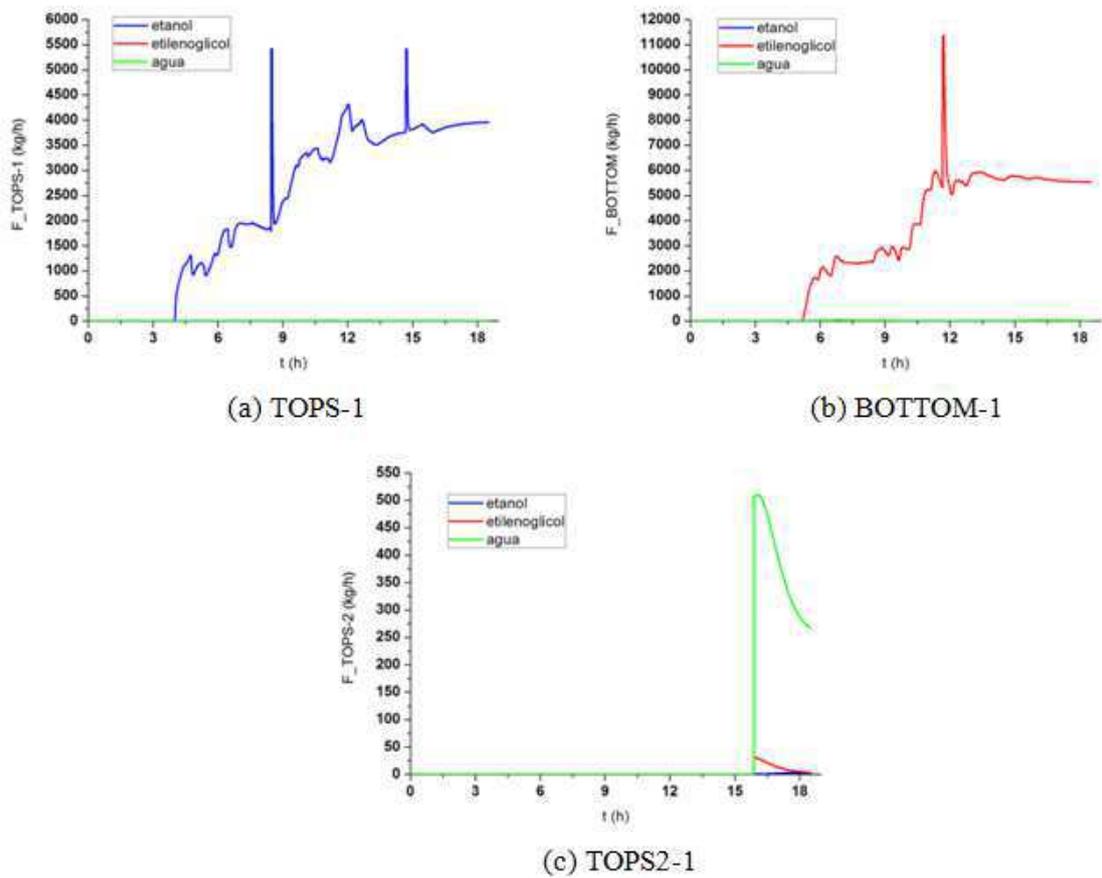


Figura 5.12 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto da COL1 e da COL2 para o PP5.

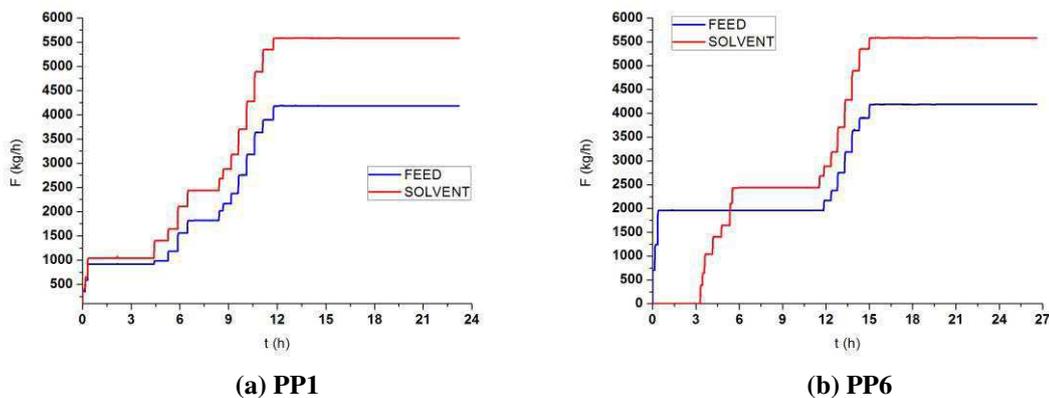


A Figura 5.12 mostra o comportamento dinâmico da vazão mássica dos componentes nas correntes de produto TOPS-1 e BOTTOM-1 da COL1 e na corrente TOPS2-1 da COL2 para o PP5. Observa-se que as correntes TOPS-1 e BOTTOM-1 não apresentam perdas de produto e a corrente TOPS2-1 apresenta uma pequena perda de etilenoglicol, devido à alimentação de etilenoglicol na COL2.

### 5.3 Efeito do Instante da Alimentação do Solvente

Para avaliar o efeito do instante de alimentação do solvente sobre o tempo total da partida do sistema foi desenvolvido o procedimento de partida PP6. No procedimento de partida PP6 mudou-se apenas o instante de alimentação do solvente em relação ao PP1, onde o solvente é alimentado no mesmo instante de tempo da mistura azeotrópica etanol-água. Portanto, no PP6 o solvente só começou a ser alimentado na COL1 3 horas após a alimentação da mistura etanol-água. A Figura 5.13 mostra os instantes da alimentação do solvente para os procedimentos PP1 e PP6.

Figura 5.13 - Instantes da alimentação do solvente para os procedimentos PP1 e PP6.



O efeito do instante de alimentação do solvente etilenoglicol sobre o tempo total da partida pode ser observado na Figura 5.14. Como visto anteriormente, o PP1 levou 22,63 h para atingir o estado estacionário. Pode-se observar na Figura 5.14(b) que o PP6 levou 26,01 h, ou seja, o período de tempo entre a alimentação da mistura azeotrópica e a alimentação do solvente na COL1 corresponde praticamente ao tempo que é adicionado ao tempo total da partida utilizando o procedimento PP1, onde a mistura azeotrópica e o solvente são alimentados simultaneamente. Portanto, quanto mais tardia a alimentação do solvente maior será o tempo total da partida e o aumento no tempo total da partida ocorre, praticamente, na

mesma proporção do período de tempo entre a alimentação da mistura azeotrópica e a alimentação do solvente. A Figura 5.15 mostra o comportamento dinâmico da vazão mássica dos componentes nas correntes de produto TOPS-1 e BOTTOM-1 da COL1 e na corrente TOPS2-1 da COL2 para o PP5.

Figura 5.14 - Tempo total da partida para os procedimentos PP1 e PP6.

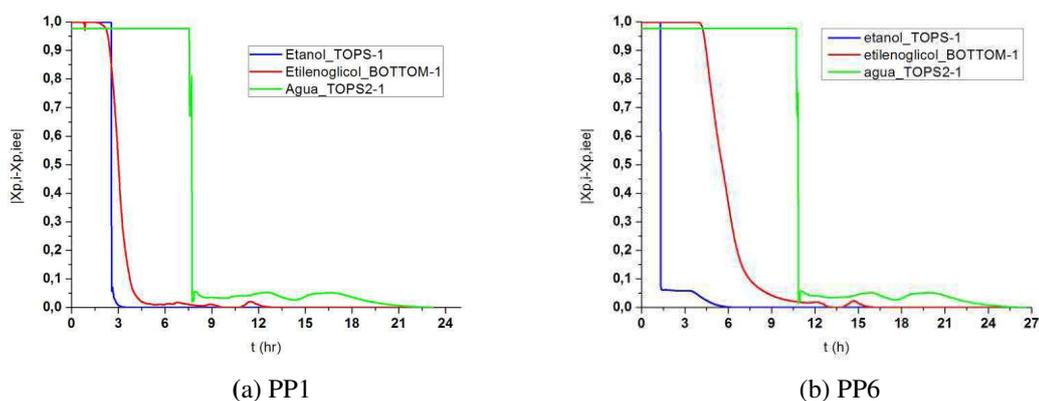
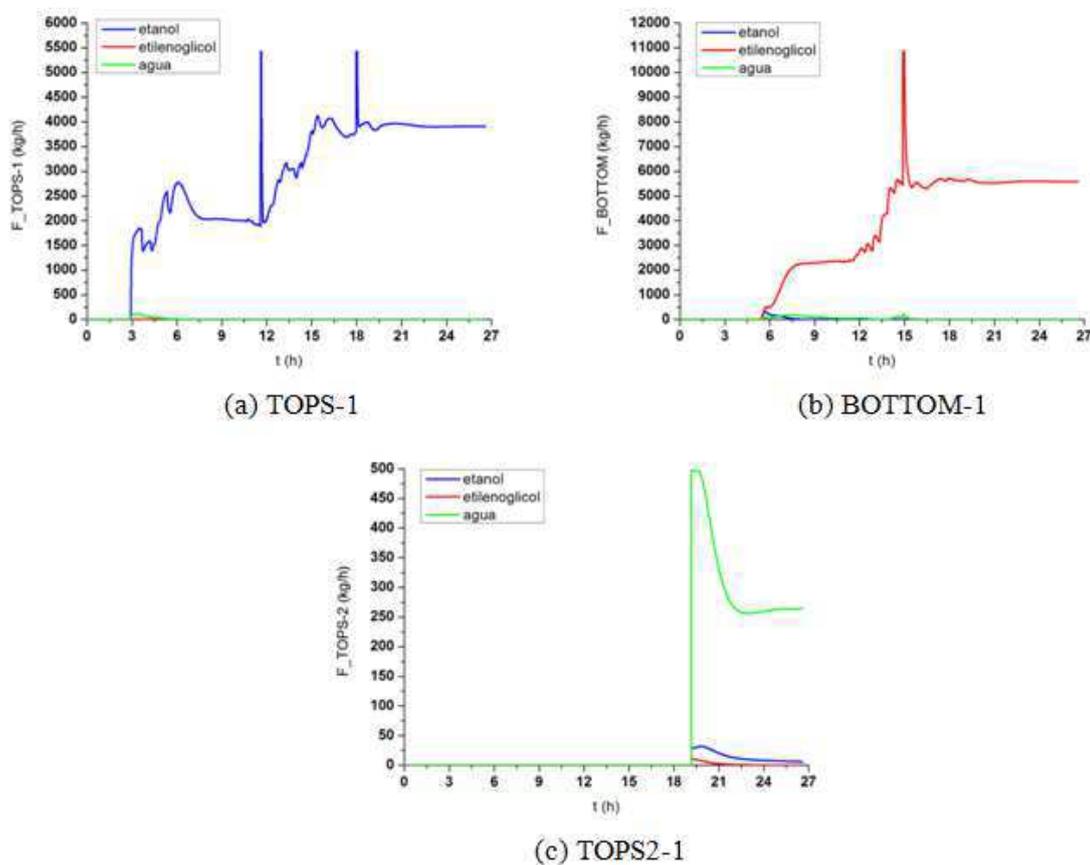


Figura 5.15 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto da COL1 e da COL2 para o PP6.

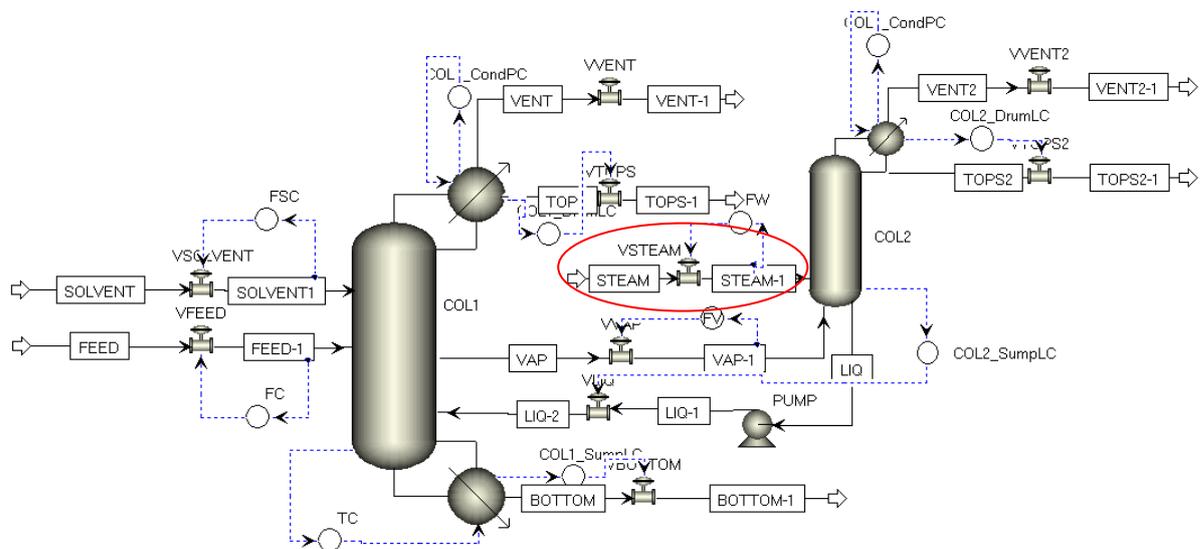


Observa-se a partir da Figura 5.15 que existe uma pequena perda de água na corrente de destilado da COL1, TOPS-1, e uma pequena perda de etanol na corrente de base da COL1, BOTTOM-1, durante o PP6. E assim como no PP1, existe uma perda de etanol na corrente de destilado da COL2, TOPS2-1.

#### 5.4 Desenvolvimento de um Procedimento de Partida Baseado na Análise dos Resultados

Observou-se nas análises dos resultados, que a COL2 demanda mais tempo para alcançar o estado estacionário e que caso esta coluna seja alimentada com o etanol proveniente da coluna extrativa esse tempo se torna maior. Diante disso, foi ressaltado que o início da operação de partida da COL2 só deve ser efetuado quando a fração molar da água no estágio 24 da COL1 estiver acima de 0,8, o que retarda o início da operação de partida da COL2. Dentre os procedimentos desenvolvidos neste trabalho, o procedimento PP5 foi o que apresentou o menor tempo de partida para o sistema, 18,3 horas, pois durante sua execução não foi observada a presença do etanol na coluna de recuperação. Com o objetivo de diminuir o tempo de partida da COL2, foi proposto um novo esquema para o fluxograma do sistema estudado. Neste novo esquema, adicionou-se uma nova corrente de alimentação na COL2, corrente STEAM, como observado na Figura 5.16.

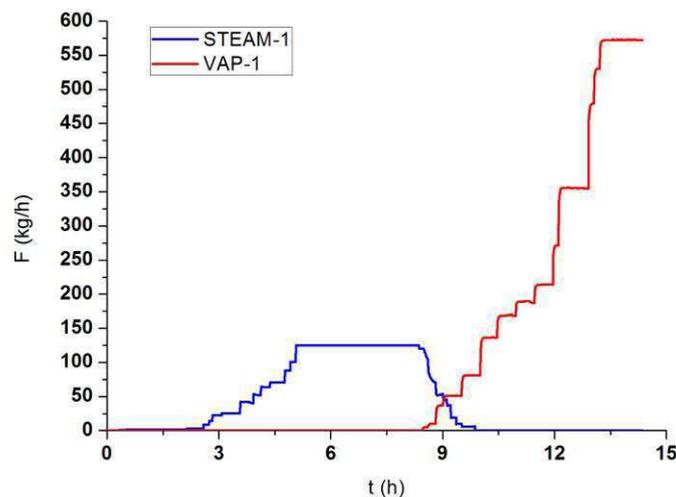
**Figura 5.16 - Novo fluxograma para o sistema de colunas de destilação termicamente acopladas.**



A corrente STEAM é constituída de vapor de água a uma temperatura de 170°C. A partir da adição dessa nova corrente ao sistema, a partida da COL2 é iniciada antes da fração molar do etanol no estágio 24 da COL1 alcançar o valor de 0,8 através da abertura gradual da válvula VSTEAM. Dessa forma, quando o estágio 24 da coluna extrativa alcança esse valor e a válvula VVAP começa a ser aberta, permitindo a passagem do vapor proveniente da COL1 para a COL2, a COL2 já está aquecida, o nitrogênio já está purgado e o vaso de refluxo da COL2 está sendo preenchido com o vapor de água condensado.

A partir dessa nova configuração para o sistema e baseado no procedimento de partida PP5, que apresentou o menor tempo de partida, foi desenvolvido o procedimento PP7. No procedimento PP7, a coluna COL2 é alimentada pelo vapor de água proveniente da corrente STEAM próximo a 2 horas de partida e antes da válvula VVAP começar a ser aberta como pode ser observado na Figura 5.17. Posteriormente, a válvula VVAP começa a ser aberta e a vazão da corrente VAP-1 começa a aumentar. Enquanto isso, a válvula VSTEAM começa a ser fechada e a vazão da corrente STEAM diminui. A Figura 5.18 mostra o tempo total da partida para o procedimento PP7.

**Figura 5.17 - Vazão mássica das correntes de alimentação da COL2 para o PP7.**



A nova configuração com a aplicação do procedimento PP7 concluiu a operação de partida em 14,36 horas. Portanto, houve uma redução no tempo da partida total do sistema de 63% em relação ao tempo de partida ao utilizar a configuração anterior aplicando o procedimento inicial PP1. A Figura 5.19 mostra o comportamento dinâmico da vazão mássica dos componentes nas correntes de produto TOPS-1 e BOTTOM-1 da COL1 e na corrente

TOPS2-1 da COL2 para o PP7. É possível observar que as correntes não apresentam perda de produtos como em alguns dos procedimentos mostrados anteriormente.

Figura 5.18 - Tempo total da partida para os procedimentos PP7.

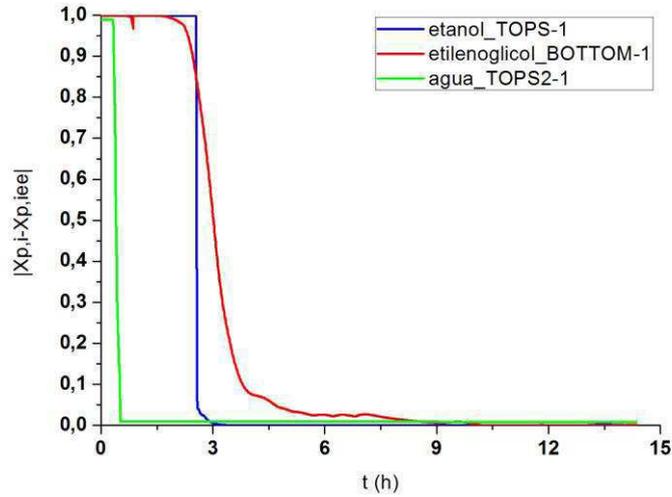
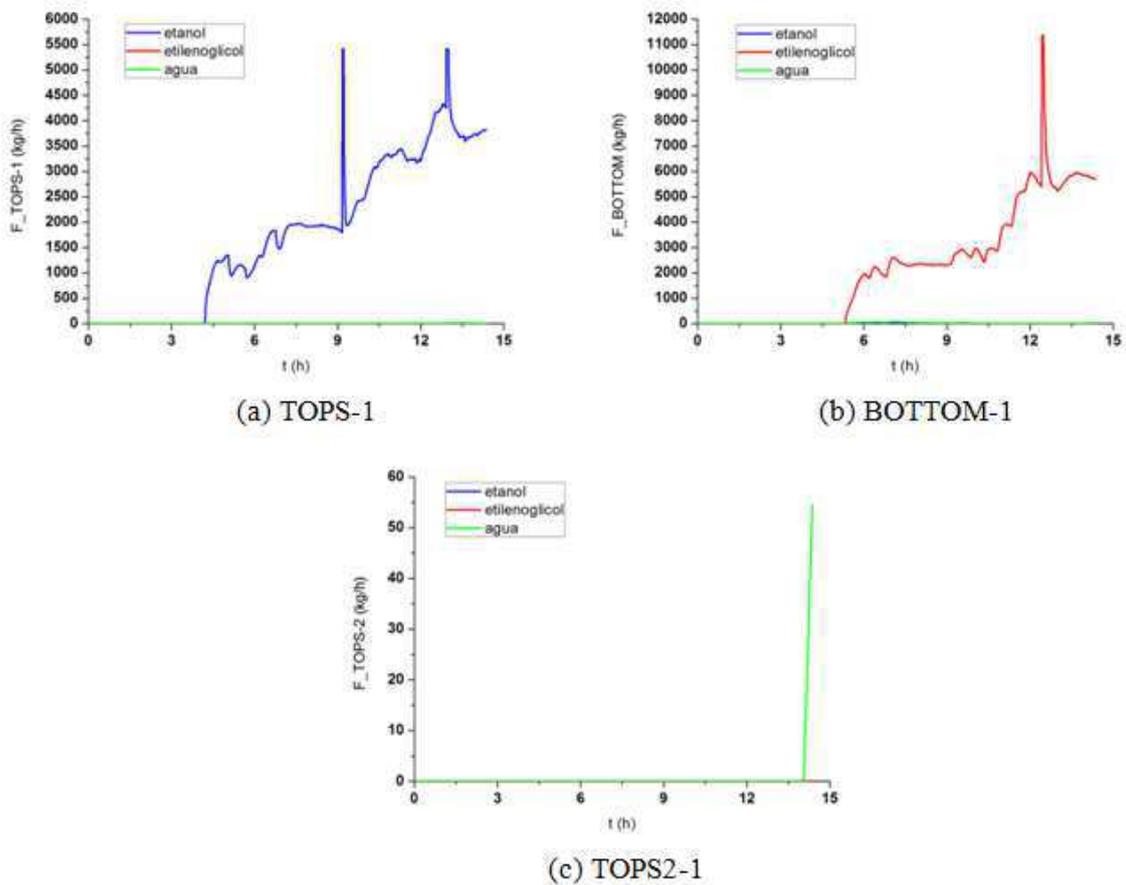


Figura 5.19 - Vazão mássica dos componentes nas correntes de produto da COL1 e da COL2 para o PP7.



# **Capítulo 6**

---

## **Conclusões**

## Capítulo 6 – Conclusões

Durante a aplicação de vários procedimentos de partida ao sistema de colunas de destilação termicamente acopladas estudado foi observado que a coluna de recuperação é que demanda maior tempo para concluir a partida. O que eleva o tempo de partida da coluna de recuperação é a presença de etanol que forma um azeótropo com a água, dificultando a separação dos componentes e retardando o alcance da especificação na corrente de destilado da mesma.

Portanto, a alimentação da coluna de recuperação só deve ser iniciada quando a composição da água no estágio 24 alcança as condições do estado estacionário, ou seja, com a predominância de água. Além disso, a composição da corrente, na fase vapor, que faz a interconexão entre as colunas deve ser mantida o mais próximo possível das condições do estado estacionário durante todo o procedimento de partida da coluna de recuperação. No procedimento de partida PP1, essas considerações foram respeitadas e o sistema levou 22,63 horas para as especificações serem alcançadas.

A partir do PP1, foram desenvolvidos os procedimentos PP2 e PP3 para avaliar o efeito do perfil de variação da vazão do vapor de aquecimento no refeedor sobre o tempo total da partida. No PP2, aumentou-se as vazões do vapor de aquecimento no refeedor especificadas durante a operação de partida em 8% em relação as vazões especificadas no PP1. Com o aumento do perfil de variação da vazão do vapor de aquecimento no refeedor, a zona de predominância do etilenoglicol ao longo da coluna foi estendida, de forma que no estágio 24, a composição do etilenoglicol foi predominante o que permitiu a entrada de grande quantidade de etilenoglicol na coluna de recuperação.

Como a pressão de vapor do etilenoglicol é baixa, houve uma maior dificuldade para purgar o nitrogênio do interior da coluna de recuperação. Em determinado instante foi observado que certa quantidade de etanol foi alimentada na coluna de recuperação, de forma, que o alcance das especificações foi retardado e a operação de partida foi concluída em 45,41 horas.

No PP3, diminuíram-se as vazões do vapor de aquecimento no refeedor especificadas durante a operação de partida em 8% em relação às vazões especificadas no

PP1. Com a diminuição do perfil de variação da vazão do vapor de aquecimento no refulvador, a zona de predominância do etilenoglicol ao longo da coluna diminuiu assim como a da água, de forma que no estágio 24, a composição do etanol foi predominante o que permitiu a entrada de grande quantidade de etanol na coluna de recuperação.

Quando o controlador de temperatura é colocado em modo automático, a temperatura do estágio 24 é ajustada na temperatura do estado estacionário e a água passa a ser predominante na corrente de alimentação da coluna de recuperação. Com a alimentação da água na coluna de recuperação ocorre a formação do azeótropo etanol-água o que explica o grande tempo exigido para a operação de partida ser concluída. O PP3 foi concluído em 44,33 horas.

A partir do PP1, foram desenvolvidos os procedimentos PP4 e PP5 para avaliar o efeito do perfil da composição de corrente de alimentação da coluna de recuperação sobre o tempo total da partida do sistema. Para efetuar tal avaliação, variou-se o perfil de variação da vazão do vapor de aquecimento no refulvador somente após a alimentação da coluna de recuperação ter sido iniciada. A alimentação da coluna de recuperação, nos procedimentos PP4 e PP5, foram iniciadas no mesmo instante de tempo que no PP1. Com a variação do perfil de variação da vazão do vapor de aquecimento no refulvador ocorre a variação do perfil de temperatura e conseqüentemente a variação do perfil da composição durante a partida.

No PP1 a água permaneceu predominante na corrente de alimentação durante toda a operação de partida com uma pequena quantidade de etanol sendo alimentada na coluna de recuperação. No PP4 a predominância variou entre a água e o etanol de forma que houve uma maior quantidade de etanol alimentada na coluna de recuperação. No PP5 a predominância variou entre a água e o etilenoglicol e não houve alimentação de etanol na coluna de recuperação.

O tempo de conclusão do PP4 foi de 41,54 horas e do PP5 foi de 18,3 horas. Pode-se concluir então que, apesar de no PP1 a fração de água na corrente de alimentação da coluna de recuperação ter sido mantida acima do valor 0,8 ainda houve uma pequena quantidade de etanol alimentada na coluna de recuperação, já no PP5, não houve alimentação de etanol na coluna de recuperação, ou seja, no PP5 a margem de segurança foi maior do que no PP1. Portanto, quanto maior a quantidade de etanol alimentada na coluna de recuperação maior é o tempo total da partida do sistema.

A partir do PP1, foi desenvolvido o procedimento PP6 para avaliar o efeito do instante de alimentação do solvente sobre o tempo total da partida. No PP1, o solvente foi alimentada no tempo  $t = 0$  h, ou seja, no mesmo instante de tempo da alimentação da mistura azeotrópica etanol-água. No PP6, o solvente foi alimentado 3 horas depois da alimentação da mistura azeotrópica etanol-água. A partir dos resultados foi observado que enquanto o PP1 levou 22,63 h para atingir o estado estacionário, o PP6 levou 26,01.

Prontamente, o período de tempo entre a alimentação da mistura azeotrópica e a alimentação do solvente na COL1 corresponde praticamente ao tempo que é adicionado ao tempo total da partida utilizando o procedimento PP1, onde a mistura azeotrópica e o solvente são alimentados simultaneamente. Portanto, quanto mais tardia a alimentação do solvente maior será o tempo total da partida e o aumento no tempo total da partida ocorre, praticamente, na mesma proporção do período de tempo entre a alimentação da mistura azeotrópica e a alimentação do solvente.

Em todos os procedimentos foi observada uma variação maior nas variáveis dos estágios localizados na zona de esgotamento da coluna extrativa. Esta variação é decorrente da variação da densidade molar do líquido, consequência da variação na fração molar da água no líquido, pois a densidade molar da água é maior do que as densidades molares do etanol e do etilenoglicol.

A partir da análise dos resultados dos procedimentos desenvolvidos foi observado que a coluna de recuperação demanda maior tempo para concluir a operação de partida e que caso a mesma fosse alimentada com o etanol proveniente da coluna extrativa esse tempo se tornaria maior. Portanto a coluna de recuperação só poderia iniciar a partida quando a fração molar de água no estágio 24 da coluna extrativa fosse superior a 0,8.

Visando reduzir o tempo de partida da coluna de recuperação e conseqüentemente o tempo de partida do sistema, foi desenvolvido uma nova configuração e um novo procedimento de partida para o sistema com a inclusão de uma outra corrente de alimentação, composta por vapor de água, à coluna de recuperação. Desta forma, a operação de partida da coluna de recuperação é iniciada antes da composição do estágio 24 da coluna alcançar as condições necessárias devido à alimentação da coluna com vapor de água. A redução de tempo observada para a nova configuração com o novo procedimento de partida foi de 63% em relação a configuração anterior.

# Sugestões para Trabalhos Futuros

- Desenvolver o procedimento de parada para o sistema de colunas de destilação termicamente acopladas;
- Aplicar o procedimento utilizando outros componentes químicos, bem como outros solventes;
- Aplicar os procedimentos refluxo total, destilado total e o convencional ao sistema;
- Desenvolver o procedimento de partida para o sistema incluindo a corrente de reciclo de solvente para a coluna extrativa.

# Referências Bibliográficas

ABAD-ZARATE, E. F.; SEGOVIA-HERNÁNDEZ, J. G.; HERNÁNDEZ, S.; URIBE-RAMÍREZ, A. R. A Short Note on Steady State Behaviour of a Petlyuk Distillation Column by Using a Non-Equilibrium Stage Model. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 84, n. 3, p. 381-385, 2006.

ANNAKOU, O.; MIZSEY, P. Rigorous comparative study of energy-integrated distillation schemes. **Industrial & Engineering Chemical Research**, v. 35, n. 6, p. 1877-1885, 1996.

Aspen<sup>®</sup> Help. **Aspen Technology**, Inc. [S.l.]. 2012.

BRITO, K. D. Efeito do teor de solvente sobre o custo anual total, consumo específico de energia e eficiência termodinâmica na obtenção de etanol anidro via destilação extrativa: configurações convencional e termicamente acoplada. **Tese de Doutorado, Universidade Federal de Campina Grande**, 2014.

BRITO, R. P. Processo de destilação extrativa: modelagem dinâmica, simulação e avaliação de nova configuração. **Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas**, 1997.

CABALLERO, J. A.; GROSSMANN, I. E. Design Of Distillation Sequences: From Conventional to Fully Thermally Coupled Systems. **Computers and Chemical Engineering**, v. 28, p. 2307-2329, 2004.

DELGADO-DELGADO, R.; BARROSO-MUÑOZ, F. O.; SEGOVIA-HERNÁNDEZ, J. G.; HERNÁNDEZ-ESCOTO, H.; CASTRO-MONTOYA, A. J.; RICO-RAMÍREZ, V.; HERNÁNDEZ, S. Multiple Steady States in Thermally Coupled Distillation Sequences: Revisiting the Design, Energy Optimization, and Control. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 53, n. 44, p. 17515-17521, 2014.

DUNNEBIER, G.; PANTELIDES, C. C. Optimal Design of Thermally Coupled Distillation Columns. **Industrial Engineering Chemical and Research**, v. 38, p. 162-176, 1999.

EDEN, M. R.; KOGGERSBOL, A.; HALLAGER, L.; JORGENSEN, S. B. Dynamics and control during startup of heat integrated distillation column. **Computers & Chemical Engineering**, v. 24, n. 2-7, p. 1091-1097, 2000.

ELGUE, S.; PRAT, L.; CABASSUD, M.; LE LANN, J. M.; CÉZERAC, J. Dynamic models for start-up operations of batch distillation columns with experimental validation. **Computers & Chemical Engineering**, v. 28, n. 12, p. 2735-2747, 2004.

ERRICO, M.; RONG, B.; TOLA, G.; SPANO, M. Optimal Synthesis of Distillation Systems for Bioethanol Separation. Part 1: Extractive Distillation with Simple Columns. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 52, n. 4, p. 1612-1619, 2013.

EMTIR, M. M. K. Economic and Controllability Analysis Of Energy-Integrated Distillation Schemes. **Tese de Doutorado, Budapest University Of Technology And Economics**, 2002.

FIGUEIRÊDO, M. F. Efeito do teor de solvente sobre a separação e o consumo de energia no processo de destilação extrativa. **Tese de Doutorado, Universidade Federal de Campina Grande**, 2013.

FLENDER, M.; FIEG, G.; WOZNY, G. Classification of new product changeover strategy (NPS) for different application of distillation columns. **Computers and Chemical Engineering**, v. 20, 1996.

FONYÓ, Z.; RÉV, E.; SZITKAI, Z.; EMTIR, M.; MIZSEY, P. Energy savings of integrated and coupled distillation systems. **Computers & Chemical Engineering**, v. 23, Supplement, n. 0, p. S89-S92, 1999.

GIL, I. D.; UYAZÁN, A. M.; AGUILAR, J. L.; RODRÍGUEZ, G. and CAICEDO, L. A.. Separation of ethanol and water by extractive distillation with salt and solvent as entrainer: process simulation. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 25, n. 01, p. 207 - 215, 2008.

GIL, I. D.; GOMES, J. M.; RODRIGUEZ, G. Control of an Extractive Distillation Process to Dehydrate Ethanol Using Glycerol. **Computers and Chemical Engineering**, v. 39, p. 129-142, 39 2012.

GOMIDE, R. Operações Unitárias: operações de transferência de massa. 4.ed. São Paulo:Ed. Reynaldo Gomide, 1988. 444p. v4

GUERRA, R. G.; HERNÁNDEZ, J. G. S.; HERNÁNDEZ, S. Reducing Energy Consumption and CO2 Emissions in Extractive Distillation. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 87, p. 145-152, 2008.

HERNÁNDEZ, S.; JIMÉNEZ, A. Design of Optimal Thermally-Coupled Distillation Systems Using a Dynamic Model. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 74, p. 357-362, 1996.

HERNÁNDEZ, S.; JIMÉNEZ, A. Design of Energy-Efficient Petlyuk Systems. **Computers and Chemical Engineering**, v. 23, p. 1005-1010, 1999.

HERNANDEZ, J. G. S.; HERNANDEZ, S.; JIMENEZ, A. Control behaviour of thermally coupled distillation sequences. **Trans IChemE**, v. 80, Part A, October 2002.

HERNÁNDEZ, S.; PECH, S. P., JIMÉNEZ, A.; RAMÍREZ, V. R. Energy Efficiency of an Indirect Thermally Coupled Distillation Sequence. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v.81, October, 2003

HERNÁNDEZ, S.; HERNÁNDEZ, J. G.; RAMÍREZ, V. R. Thermodynamically Equivalent distillation Schemes to the Petlyuk Column for Ternary Mixtures. **Energy**, v. 31, p. 2176-2183, 2006.

KISTER, H. Z. Distillation Operation. **McGraw-Hill, Inc**, 1990.

KRUSE, C.; FIEG, G.; WOZNY, G. A new time-optimal strategy for column startup and product changeover. **Journal of Process Control**, v. 6, n. 2-3, p. 187-193, 1996.

LEI, Z.; LI, C.; CHEN, B. Extractive Distillation: A Review. **Separation and purification reviews**, v.32, n.2, p.121-213, 2003.

LEI, Z.; LI C.; LI Y.; CHEN, B. Separation of acetic acid and water by complex extractive distillation. **Separation and Purification Technology**, v.36, p.131-138, 2004.

NIGGEMANN, G.; GRUETZMANN, S.; FIEG, G. Distillation startup of fully thermally coupled distillation columns: theoretical examinations. **Symposium Series**, v. 152, p. 800-808, 2006.

PETLYUK, F. B.; PLATONOV, V. M.; SLAVINSKII, D. M. Thermodynamically Optimal Method for Separating Multicomponent Mixtures. **International Chemical Engineering**, v.5, p. 555-561, 1965.

REEPMEYER, F.; REPKE, J. U.; WOZNY, G. Analysis of the Start-up Process for Reactive Distillation. **Chemical Engineering & Technology**, v. 26, n. 1, p. 81-86, 2003

RUIZ, C. A.; CAMERON, I. T.; GANI, R. A generalized dynamic model for distillation columns—III. Study of startup operations. **Computers & Chemical Engineering**, v. 12, n. 1, p. 1-14, 1988.

SCENNA, N. J.; BENZ, S. J.; RODRÍGUEZ, N. H; KLARIC, J. I. Startup of Homogeneous Azeotropic Distillation Sequences with Multiple Steady States. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 44, n. 24, p. 9208-9220, 2005/11/01 2005.

SOUZA, W. L. R. Estudo do desempenho de uma coluna de destilação recheada na produção de etanol anidro usando glicerol como solvente. **Dissertação de Mestrado, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro**, 2012.

STEINMACHER, F. R.; MARANGONI, C.; MACHADO, R. A. F.; ARAÚJO, P. H. H. Efeito das condições de alimentação sobre o procedimento de partida de uma coluna de destilação. VI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica, 2005.

TAVARES, L. A.; SILVA FILHO, A. A. A manutenção como uma atividade corporativa. 15º Congresso Brasileiro de Manutenção, 2000.

TRIANAFYLLOU, C.; SMITH, R. The Design and Optimization Of Fully Thermally Coupled Distillation Columns. **Transactions of the Institution of Chemical Engineers**, v. 70, p. 118, 1992.

VAN DUC LONG, N.; LEE, M. Optimal retrofit design of extractive distillation to energy efficient thermally coupled distillation scheme. **AIChE Journal**, v. 59, n. 4, p. 1175-1182, 2013.

WANG, L.; LI, P.; WOZNY, G.; WANG, S. A startup model for simulation of batch distillation starting from a cold state. **Computers & Chemical Engineering**, v. 27, n. 10, p. 1485-1497, 2003.

WENDT, M.; KONIGSEDER, R.; LI, P.; WOZNY, G. Theoretical and Experimental Studies on Startup Strategies for a Heat-Integrated Distillation Column System. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 81, n. 1, p. 153-161, 2003.

WENG, K.; LEE, H. Dynamic start-up policies of extractive distillation for dehydration of iso-propyl alcohol process. **The 5<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Control of Industrial Processes**, 2014.

WERLE, L. O.; MARANGONI, C.; STEINMACHER, F. R.; ARAÚJO, P. H. H.; MACHADO, R. A. F.. Application of a new startup procedure using distributed heating along distillation column. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 48, n. 11-12, p. 1487-1494, 2009.

WOZNY, G.; LI, P. Optimisation and Experimental Verification of Startup Policies for Distillation Columns. In: JOHAN, G. e JAN VAN, S. (Ed.). **Computer Aided Chemical Engineering**: Elsevier, v. Volume 10, 2002. p.493-498. ISBN 1570-7946.

YASUOKA, H.; NAKANISSEHI, E.; KUNUGITA, E. Design of an online startup system for a distillation column based on a simple algorithm. *International Chemical Engineering*, v.27, p.466, 1987.

YEOMANS, H.; GROSSMANN, I. Optimal design of complex distillation column using rigorous tray-by-tray disjunctive programming models. **Industrial & Engineering Chemical Research**, v. 39, n. 11, p. 4326-4335, 2000.

# APÊNDICE I

---

*Task*

# Apêndice I

## Task do Procedimento de Partida PP1

Task colstartup Runs at 0

// Ensure that controllers are in manual

```
Blocks("COL1_CondPC").Automan: 1;  
Blocks("COL2_CondPC").Automan: 1;  
Blocks("COL1_DrumLC").Automan: 1;  
Blocks("COL2_DrumLC").Automan: 1;  
Blocks("TC").Automan: 1;  
Blocks("COL1_SumpLC").Automan: 1;  
Blocks("FV").Automan: 1;  
Blocks("COL2_SumpLC").Automan: 1;  
Blocks("FC").Automan: 1;  
Blocks("FSC").Automan: 1;
```

// Add some feed to the column 1

```
Blocks("FC").OPMan:3;  
Blocks("FSC").OPMan:3;  
wait 0.15;  
Blocks("FC").Automan: 0;  
Blocks("FC").SP:588;  
Blocks("FSC").Automan: 0;  
Blocks("FSC").SP:654;  
wait 0.15;  
Blocks("FC").SP:920;  
Blocks("FSC").SP:1042;
```

// Wait for the sump level to reach 0.34m

```
wait for Blocks("COL1_SumpLC").PV >= 0.34;
```

// Put the pressure controller into auto & change set point to 1 bar

```
Blocks("COL1_CondPC").Automan: 0;  
Blocks("COL1_CondPC").SP: 1;
```

// Increase heating steam flow rate in the refervedor

```
wait 0.1;  
Blocks("TC").OPMan:500;
```

// Open the colum vent valve to purge the nitrogen and increase heating steam flow rate in the refervedor gradually

```
While Blocks("COL1").BackFlow.Zmn("NITROGEN") > 0.5 do  
Blocks("VVENT").pos: 100;  
Blocks("TC").OPMan:700;  
wait 0.15;
```

```
Blocks("TC").OPMan:1000;  
Endwhile;  
wait 0.05;
```

```
// Close the column vent valve to purge the nitrogen gradually and start the column 1 reflux
```

```
Blocks("VVENT").pos: 50;  
wait 0.05;  
Blocks("VVENT").pos: 5;  
wait 0.05;  
Blocks("VVENT").pos: 1;  
wait 0.05;  
Blocks("VVENT").pos: 0.1;  
wait for Blocks("COL1_DrumLC").PV >= 0.5;  
Blocks("COL1").Reflux.FmR: 1000;  
wait 0.05;  
Blocks("COL1").Reflux.FmR: 1500;  
wait 0.15;  
Blocks("VVENT").pos: 0.01;  
wait 0.25;  
Blocks("VVENT").pos: 0.001;  
wait 0.25;  
Blocks("VVENT").pos: 0.0;  
wait 0.15;  
Blocks("TC").OPMan:1300;  
wait for Blocks("COL1_DrumLC").PV >= 2.0;
```

```
// Put the drum level controller of COL1 into auto & change set point to 2 m
```

```
Blocks("COL1_DrumLC").Automan: 0;  
Blocks("COL1_DrumLC").SP: 2;
```

```
Blocks("TC").OPMan:1500;  
wait 0.4;  
Blocks("FC").SP:986;  
Blocks("FSC").SP:1407;  
wait 0.25;
```

```
// Put the sump level controller of COL1 into auto & change set point to 1.7 m
```

```
Blocks("COL1_SumpLC").Automan: 0;  
Blocks("COL1_SumpLC").SP: 1.7;
```

```
wait 0.1;  
Blocks("TC").OPMan:1600;  
Blocks("COL1").Reflux.FmR: 2000;  
wait 0.5;  
Blocks("FC").SP:1184;  
Blocks("FSC").SP:1645;  
wait 0.1;  
Blocks("TC").OPMan:1700;  
Blocks("COL1").Reflux.FmR: 2200;  
wait 0.25;
```

```

Blocks("TC").OPMan:1900;
wait 0.25;
Blocks("FC").SP:1564;
Blocks("FSC").SP:2113;
wait 0.1;
Blocks("TC").OPMan:2100;
wait 0.5;
Blocks("FC").SP:1820;
Blocks("FSC").SP:2438;
Blocks("COL1").Reflux.FmR: 2500;
wait 0.15;
Blocks("TC").OPMan:2400;

// Start feeding the column 2
wait for Streams("VAP").Zmn("WATER") > 0.8;
Blocks("FV").Automan: 0;
Blocks("FV").SP:7;

wait 0.15;
// Put the pressure controller 2 into auto & change set point to 0.6 bar
Blocks("COL2_CondPC").Automan: 0;
Blocks("COL2_CondPC").SP: 0.6;

wait 0.05;
// Open the column 2 vent valve to purge the nitrogen
Blocks("VVENT2").pos:100;

wait 0.1;
Blocks("FV").SP:37;
wait for Blocks("COL2").BackFlow.Zn("NITROGEN")<0.01;
wait 0.05;

// Close the column 2 vent valve to purge the nitrogen
Blocks("VVENT2").pos:0;

wait 0.25;
Blocks("FV").SP:51;
wait 0.1;
Blocks("FC").SP:2020;
Blocks("FSC").SP:2686;
wait 0.05;
Blocks("COL1_DrumLC").SP: 1.5;
wait 0.05;
Blocks("TC").OPMan:2500;
wait 0.15;
Blocks("FC").SP:2169;
Blocks("FSC").SP:2888;
Blocks("TC").OPMan:2600;
wait 0.15;
Blocks("TC").OPMan:2800;

```

```
Blocks("FV").SP:71;

wait 0.35;
Blocks("FC").SP:2382;
Blocks("FSC").SP:3186;
Blocks("TC").OPMan:3100;
wait 0.15;
Blocks("FV").SP:136;
Blocks("TC").OPMan:3300;
wait 0.3;
Blocks("FC").SP:2758;
Blocks("FSC").SP:3707;
Blocks("TC").OPMan:3500;
wait 0.15;
Blocks("TC").OPMan:3550;
Blocks("FV").SP:168;
wait 0.35;
Blocks("FC").SP:3186;
Blocks("FSC").SP:4282;
Blocks("TC").OPMan:3600;
wait 0.15;
Blocks("TC").OPMan:3650;
Blocks("FV").SP:189;
wait 0.35;
Blocks("FC").SP:3641;
Blocks("FSC").SP:4896;
Blocks("TC").OPMan:3700;
wait 0.15;
Blocks("TC").OPMan:3750;
Blocks("FV").SP:214;
wait 0.35;
Blocks("FC").SP:3904;
Blocks("FSC").SP:5354;
Blocks("TC").OPMan:3900;
wait 0.15;
Blocks("TC").OPMan:4000;
Blocks("FV").SP:271;
wait 0.15;
Blocks("TC").OPMan:4300;

While Blocks("COL2").Stage(1).Level < 0.7 do
Blocks("FV").SP:355;
wait 0.15;
Blocks("TC").OPMan:4600;
wait 0.1;
Blocks("COL1_SumpLC").SP: 1.365;
wait 0.1;
Blocks("FC").SP:4186;
Blocks("FSC").SP:5586;
Blocks("TC").OPMan:4700;
```

```
wait 0.15;
Blocks("TC").OPMan:4800;
wait 0.1;
```

```
// Put the temperature controller of COL1 into auto & change set point to 170.49 °C
```

```
Blocks("TC").Automan: 0;
Blocks("TC").SP: 170.49;
Endwhile;
```

```
// Start the column 1 reflux
```

```
Blocks("COL2").Reflux.FmR: 5;
wait 0.05;
Blocks("COL2").Reflux.FmR: 10;
wait 0.05;
Blocks("COL2").Reflux.FmR: 50;
wait 0.05;
Blocks("COL2").Reflux.FmR: 100;
wait 0.15;
Blocks("COL2").Reflux.FmR: 150;
wait 0.15;
Blocks("FV").SP:419;
Blocks("COL2").Reflux.FmR: 200;
wait 0.1;
Blocks("COL2").Reflux.FmR: 250;
wait 0.15;
Blocks("COL2").Reflux.FmR: 300;
wait 0.15;
Blocks("COL2").Reflux.FmR: 350;
wait 0.15;
Blocks("COL2").Reflux.FmR: 400;
```

```
wait for Blocks("COL2").Stage(5).Level > 0.8;
Blocks("COL2_SumpLC").OPMan:10;
wait 0.15;
Blocks("COL2_SumpLC").OPMan:15;
Blocks("COL1_DrumLC").SP: 1.25;
wait 0.15;
Blocks("COL2_SumpLC").OPMan:20;
wait 0.15;
Blocks("COL2_SumpLC").OPMan:25;
wait 0.15;
Blocks("COL2_SumpLC").OPMan:30;
wait 0.15;
Blocks("COL2_SumpLC").OPMan:35;
wait 0.15;
Blocks("FV").SP:480;
Blocks("COL2_SumpLC").OPMan:40;
wait 0.15;
Blocks("FV").SP:531;
Blocks("COL2_SumpLC").OPMan:45;
```

```
wait 0.15;
Blocks("FV").SP:572.4;

Blocks("COL2_SumpLC").Automan: 0;
wait 0.15;
Blocks("COL2_DrumLC").Automan: 0;
Blocks("COL2_DrumLC").SP: 0.5;

Blocks("COL2").Reflux.FmR: 310;
wait for Streams("TOPS2-1").Zn("WATER") > 0.99;

// Wait for 1 more hour and pause the simulation
wait 1.0;
pause;
End
```

# APÊNDICE II

---

## Artigos

# Apêndice II

Engineering Optimization IV – Rodrigues et al. (Eds)  
© 2015 Taylor & Francis Group, London, ISBN 978-1-138-02725-1

## Study of the dynamic behavior and development of the optimal procedure of startup a thermally coupled distillation column

A.L.U. Vasconcelos, I.C. Nunes, L.G.S. Vasconcelos & R.P. Brito  
Federal University of Campina Grande, Campina Grande, Paraíba, Brazil

**ABSTRACT:** After the maintenance process of a distillation column, the startup operation is performed until the continuous process achieves the desired steady state. The startup operation of chemical processes and in particular of distillation columns, is very complex due to simultaneous changes in several variables relevant to the process. The complexity of the operation can be observed by the dynamic behavior of a distillation column during the startup operation. This dynamic behavior occurs for a period of time that goes from the initial state of starting a pseudo-steady state, which is obtained when the defined composition of a product is observed. The work aims to study the dynamic behavior of a system of thermally coupled distillation columns during startup operation and based on this study propose a procedure suitable for startup of the system. The simulation was performed in computational package Aspen Tech. The results were satisfactory.

### 1 INTRODUCTION

The operation of a continuous column distillation is interrupted periodically so that can perform maintenance procedures. The maintenance process aims to create operational conditions for equipment, facilities and services to function properly. After the maintenance, must start the match operation thereof. The startup procedure of a distillation column can take several hours to days to reach steady state. The longer the time required for the operation of the column reaches the steady state, the greater the amount of offspec products and higher power consumption which reduces the yield of the process and increases the cost of the operation.

One of the most complicated processes observed in industrial practice is to start operation of a distillation column due to simultaneous changes of several variables relevant to the process (Kruse et al. 1996).

During the startup operation, the dynamic behavior of a distillation column presents a trend that can be represented by three characteristic stages. The first stage, called the discontinuous phase, is characterized by its short time period and the discontinuous nature of all variables. The second stage, the semi-continuous stage is characterized by the non-linear and transient behavior of the variables and the approximation of hydraulic variables from their steady state values. The time period of the second stage is greater than that of the first stage. The third stage, called the continuous phase, is characterized by linear and transient responses of all variables. At this stage, all variables reach their steady state values (Ruiz et al. 1988). In order to develop a suitable startup procedure is necessary to know

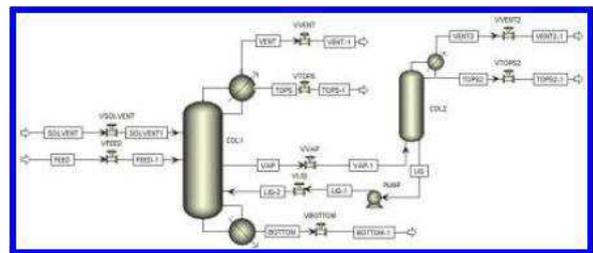


Figure 1. Flowsheet of thermally coupled distillation columns system.

and understand the dynamic behavior of a distillation column during startup operation.

#### 1.1 Thermally coupled distillation columns

Use the system of thermally coupled distillation columns studied consists of two distillation columns connected by two streams, one stream in the vapor phase (VAP) and a streams in the liquid phase (LIQ) as shown in Figure 1.

The reboiler was removed from the second distillation column due to the link between the columns. The COL1 is an extractive distillation column used to separate the azeotropic mixture ethanol-water and has as solvent ethylene glycol.

### 2 METHODOLOGY

Initially the model of the studied system at steady state, was built in the Aspen Plus. After achieved the convergence, this model was transferred to Aspen Plus

## DESENVOLVIMENTO DO PROCEDIMENTO ÓTIMO DA PARTIDA DE UM SISTEMA DE COLUNAS DE DESTILAÇÃO TERMICAMENTE ACOPLADAS

A. L. U. VASCONCELOS<sup>1</sup>, I. C. NUNES<sup>1</sup>, L. G. S. VASCONCELOS<sup>1</sup> e R. P. BRITO<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia Química  
E-mail para contato: angelalucinia@yahoo.com.br

**RESUMO** – As operações de partida de processos químicos e em particular, colunas de destilação, representam interessantes problemas de operabilidade, controle e simulação. Durante a operação de partida de uma coluna de destilação ocorrem mudanças simultâneas em diversas variáveis relevantes do processo o que torna esta operação um dos processos mais complicados observados na prática industrial. Para que se possa propor um procedimento de partida é necessário estudar seu comportamento dinâmico. O comportamento dinâmico de uma coluna de destilação durante a operação de partida é altamente complexo. O trabalho tem por objetivo o estudo do comportamento dinâmico de um sistema de colunas de destilação termicamente acopladas durante a operação de partida e baseado neste estudo propor um procedimento de partida apropriado para o sistema. O sistema estudado consiste em duas colunas termicamente acopladas no qual uma delas é uma coluna extrativa utilizada para separar a mistura azeotrópica etanol-água tendo como solvente o etilenoglicol. O modelo e o procedimento de partida adotado foram construídos no pacote computacional Aspen Tech. A partir dos resultados foi possível observar o comportamento dinâmico do sistema durante a operação de partida e propor um procedimento adequado.

### 1. INTRODUÇÃO

A operação de uma coluna de destilação contínua periodicamente é interrompida para que se possam realizar procedimentos de manutenção. O processo de manutenção tem por objetivo gerar condições operacionais para que equipamentos, instalações e serviços funcionem adequadamente. Após a manutenção, é necessário iniciar a partida da operação da mesma. O procedimento de partida de uma coluna de destilação pode levar algumas horas até dias para atingir o estado estacionário. Quanto maior for o tempo necessário para que a operação da coluna alcance o estado estacionário, maior será a quantidade de produtos fora de especificação e maior será o consumo de energia o que diminui o rendimento do processo e eleva os custos da operação.

Um dos processos mais complicados observados na prática industrial consiste na operação de partida de uma coluna de destilação devido às mudanças simultâneas de diversas variáveis relevantes ao processo (Kruse *et al.*, 1996).



## **DEVELOPMENT OF THE START-UP PROCEDURE FOR A THERMALLY COUPLED DISTILLATION COLUMNS SYSTEM THROUGH DYNAMIC SIMULATION**

*Angela L. U. Vasconcelos, Federal University of Campina Grande, Campina Grande, PB, Brasil*

*Luis G. S. Vasconcelos, Federal University of Campina Grande, Campina Grande, PB, Brasil*

*Romildo P. Brito, Federal University of Campina Grande, PB, Brasil*

### **Abstract**

The operation of a continuous column distillation is periodically interrupted in order to perform maintenance procedures. After the maintenance, it is required perform the start-up operation. The start-up procedure of a distillation column can take several hours to days to reach the steady state. The start-up operation of a chemical process is one of the most complicated processes observed in industrial practice. The complication of the start-up operation becomes larger for a thermally coupled distillation columns system. The system studied is two thermally coupled columns where one is an extraction column used to separate the ethanol-water azeotropic mixture with ethylene glycol as solvent. The work aims to study the dynamic behavior of a thermally coupled distillation columns system during the start-up operation and based on this study propose a procedure suitable to start-up the system. Dynamic simulation and the start-up procedure were developed in Aspen Tech software. From the model developed in Aspen Tech was possible to analyze the dynamic behavior of the start-up operation of thermally coupled distillation columns system and propose an appropriate procedure satisfactorily.

### **Introduction**

With the globalization of the economy, industrial processes have increasingly sought total quality in services, products and environmental management. For these objectives to be achieved it is necessary to carry out preventive maintenance of equipment constituting the industrial processes. The maintenance process aims to generate operational conditions for equipment, facilities and services function properly. After maintenance, the start-up operation is performed until the process reaches the steady state.

One of the most complicated processes observed in industrial practice is to start operation of a distillation column due to simultaneous changes of several variables relevant to the process (Kruse et al. 1996).

During the startup operation, the dynamic behavior of a distillation column presents a trend that can be represented by three characteristic stages. The first stage, called the discontinuous phase, is characterized by its short time period and the discontinuous nature of all variables. The second stage, the semi-continuous stage is characterized by the non-linear and transient behavior of the variables and the approximation of hydraulic variables from their steady state values. The time period of the second stage is greater than that of the first stage. The third stage, called the continuous phase, is characterized by linear and transient responses of all variables. At this stage, all variables reach their steady state values (Ruiz et al. 1988).

In order to develop a suitable startup procedure is necessary to know and understand the



## **SIMULAÇÃO DINÂMICA DA OPERAÇÃO DE PARTIDA DE UM SISTEMA DE COLUNAS DE DESTILAÇÃO TERMICAMENTE ACOPLADAS**

**Angela L. U. Vasconcelos**

**Ícaro C. Nunes**

**Luis G. S. Vasconcelos**

**Romildo P. Brito**

angelalucinia@yahoo.com.br

icarocnunes@gmail.com

vasco@deq.ufcg.edu.br

brito.romildo@outlook.com

Universidade Federal de Campina Grande

Apriqio Veloso, 882, 58429-900, Paraíba, Campina Grande, Brasil

**Resumo.** *A operação de partida dos processos químicos é um dos processos mais complicados observados na prática industrial. A complicação se torna maior para um sistema de colunas de destilação termicamente acopladas. Para que se possa desenvolver um procedimento de partida é necessário conhecer o comportamento dinâmico do sistema durante esta operação. O comportamento dinâmico é observado durante um período de tempo que vai do estado inicial da partida a um estado pseudo-estacionário, que é observado quando a composição de um produto é alcançada. O sistema estudado consiste de duas colunas de destilação termicamente acopladas onde uma delas é uma coluna extrativa usada para separar a mistura azeotrópica etanol-água com o etilenoglicol como solvente. O trabalho teve por objetivo estudar o comportamento dinâmico do sistema durante a operação de partida e baseado neste estudo propor um procedimento apropriado. A simulação dinâmica e o procedimento de partida foram desenvolvidos no software Aspen Tech. A partir do modelo desenvolvido no Aspen Tech foi possível analisar o comportamento dinâmico da operação de partida do sistema de colunas de destilação termicamente acopladas e propor o procedimento adequado de forma satisfatória.*

**Palavras-chave:** *partida, destilação, termicamente acoplada, simulação*