



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE**

**CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA**

**UNIDADE ACADÊMICA DE ENGENHARIA QUÍMICA**

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

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DO TEOR DE SOLVENTE E DA PURGA NA  
DETERMINAÇÃO DE UM PROCEDIMENTO ÓTIMO DE PARTIDA  
PARA UM PROCESSO DE DESTILAÇÃO EXTRATIVA**

**Ícaro Cazé Nunes**

Campina Grande – PB

2019

**Ícaro Cazé Nunes**

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DO TEOR DE SOLVENTE E DA PURGA NA  
DETERMINAÇÃO DE UM PROCEDIMENTO ÓTIMO DE PARTIDA  
PARA UM PROCESSO DE DESTILAÇÃO EXTRATIVA**

Tese de doutorado apresentado ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Campina Grande como parte dos requisitos exigidos para obtenção do título de Doutor em Engenharia Química.

**Orientadores:**

Prof. Dr. Romildo Pereira Brito

Prof. Dr. Wagner Brandão Ramos

Campina Grande – PB

Julho, 2019

N972a

Nunes, Ícaro Cazé.

Avaliação do efeito do teor de solvente e da purga na determinação de um procedimento ótimo de partida para um processo de destilação extrativa / Ícaro Cazé Nunes. – Campina Grande, 2019.

169 f. : il. color.

Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2019.

"Orientação: Prof. Dr. Romildo Pereira Brito, Prof. Dr. Wagner Brandão Ramos".

Referências.

1. Destilação Extrativa. 2. Etapa de Partida. 3. Tempo de Purga. 4. Teor de Solvente. I. Brito, Romildo Pereira. II. Ramos, Wagner Brandão. III. Título.

CDU 66.048.62(043)

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DO TEOR DE SOLVENTE E DA PURGA NA  
DETERMINAÇÃO DE UM PROCEDIMENTO ÓTIMO DE PARTIDA  
PARA UM PROCESSO DE DESTILAÇÃO EXTRATIVA**

**Ícaro Cazé Nunes**

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

Banca Examinadora:

---

Dr. Romildo Pereira Brito  
Orientador

---

Dr. Wagner Brandão Ramos  
Orientador

---

Dra. Karoline Dantas Brito  
Examinadora

---

Dr. Luís Gonzaga Sales Vasconcelos  
Examinador

---

Dra. Angela Lucínia Urtiga Vasconcelos  
Examinadora

---

Dra. Gardenia Marinho Cordeiro  
Examinadora

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, em primeiro lugar, por me guiar, iluminar e ser minha força e perseverança para seguir em frente com os meus objetivos e não desanimar com as dificuldades.

A minha amada esposa, companheira e melhor amiga Livia Bandeira Cazé Nunes, por todo o amor, carinho, compreensão, respeito, paciência e incentivo a este trabalho, sem o qual não teria sido possível realiza-lo.

Aos meus pais Adalmi de Souza Nunes e Maria Auxiliadora Cazé pelo incentivo, apoio e confiança em todos os momentos da minha vida.

Aos meus irmãos, Isaac e Igor, pela amizade.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Romildo Pereira Brito, que apesar de seus vastos compromissos institucionais, sempre deu credibilidade às minhas ideias e contribuiu com seu valoroso apoio no desenvolvimento do trabalho.

Ao meu segundo orientador, professor Wagner Brandão Ramos, pelas valiosas contribuições dadas ao trabalho.

A minha orientadora Marcella Feitosa Figueirêdo, pelas proveitosas discussões, orientação, incentivo, opiniões e sugestões, disponibilidade e amizade ao longo deste trabalho.

A CAPES, pelo apoio financeiro.

## RESUMO

Do ponto de vista operacional, a etapa de partida para um processo de destilação representa uma das operações mais complexas na prática industrial. Dentre os fatores que garantem tamanha complexidade pode-se mencionar o seu comportamento fortemente não-linear associado as restrições de operação, o elevado grau de acoplamento entre as variáveis do processo e a constante presença de tempo morto. Essas características interferem no tempo empreendido para que a unidade comece a operar conforme desejado, resultando na formação de grandes quantidades de produtos fora de especificação, o que torna a operação dispendiosa. Diante desse contexto, o presente trabalho de tese apresenta como objetivo a avaliar os efeitos do teor de solvente na região extrativa como variável de otimização para a etapa de partida. Este trabalho de tese surgiu a partir da observação da literatura técnica especializada, a qual não apresenta relatos de estudos sistemáticos do teor de solvente durante a etapa de partida de sistemas extrativos. Devido à sua importância industrial, a desidratação de misturas aquosas de etanol usando etilenoglicol foi o sistema químico escolhido como estudo de caso. Foram avaliados três teores distintos de solventes: 30, 50 e 70%; a partir dos resultados constatou-se que o aumento do teor de solvente presente na região extrativa provoca uma redução de até 30,84% no consumo de fluido de aquecimento, além de reduzir o tempo empreendido na partida em até 28,65%. A purga é uma operação preventiva que, geralmente, antecede a etapa partida e tem como principal finalidade prevenir a contaminação dos produtos. Apesar da sua importância, este procedimento ainda costuma ser negligenciado, o que pode vir a proporcionar resultados irrealistas e uma dinâmica pobre. Por isto, este trabalho também avaliou a relação entre o tempo ótimo de inicialização da purga e o seu efeito ao longo da etapa de partida. Verificou-se que o retardamento no tempo de execução da etapa de purga favorece o tempo de partida para a coluna extrativa. No entanto, esse mesmo atraso não favorece o tempo gasto para a coluna de recuperação, contribuindo para um aumento no tempo de partida de forma global. Os resultados também demonstraram que um aumento no tempo para executar a etapa de purga fornece uma redução na quantidade de utilidade de aquecimento de até 1,48% para o sistema. Porém, esse ganho implica em operar fora das condições padrões do equipamento, podendo vir a comprometer não só o equipamento, como também a segurança dos operadores. As simulações foram desenvolvidas através dos softwares *Aspen Plus*<sup>®</sup> e *Aspen Dynamics*<sup>®</sup>.

**Palavras-Chave:** destilação extrativa, etapa de partida, tempo de purga, teor de solvente.

## ABSTRACT

From the operational point of view, the start-up operation for a distillation process represents one of the most complex operations in industrial practice. Among the factors that guarantee such complexity are the strongly non-linear behavior associated with the operating restrictions, the high degree of coupling between the process variables and the constant presence of dead time. These characteristics interfere with the time taken for the unit to start operating as desired, resulting in the formation of large quantities of non-specification products, which makes the operation costly. In light of this context, the present work aims to evaluate the effect of the solvent content in the extractive region as an optimization variable for the start-up operation. This thesis proposal arose from the observation of the specialized technical literature, which does not present reports of systematic studies of the solvent content during the extractive distillation units startups. Due to its industrial importance, the dehydration of aqueous ethanol mixtures using ethylene glycol was the chemical system chosen as the case study. Three different solvent levels were found: 30, 50 and 70%; based on the results reported, an increase in the solvent content present in extractive region provides a reduction in the amount of heating utility up to 30,84% for the system, besides this increases provides an reduction in the time undertaken to finish the start-up procedure up to 28,65%. Purge is a preventive operation that generally precedes an initial step and is primarily intended to prevent contamination of products. Despite its importance, this aspect is still one of the most serious and negative aspects of the world. For this reason, this work also analyzed the relationship between purge initiation time and its effect throughout the starting step, in order to contribute to a more realistic dynamic approach. It was verified that the increase in the purge step runtime favors the time undertaken for the extractive column. However, this same increase did not favor the time spent for the recovery column, contributing to a greater amount of time spent overall. The results also showed that an increase in time to execute the purging step provides a reduction in the amount of heating utility up to 1,48% for the system. However, this gain implies operating outside the standard equipment conditions, which may compromise not only equipment but also operator safety. The simulations were developed using *Aspen Plus*<sup>®</sup> and *Aspen Dynamics*<sup>®</sup>.

**Keywords:** extractive distillation, start-up step, purge time, solvent content.

## Lista de Ilustrações

Figura 1 – Fluxograma simplificado do processo utilizado para simular a produção do etanol anidro via destilação extrativa. ....	35
Figura 2 – Fluxograma modificado do processo utilizado para simular a produção do etanol anidro via destilação extrativa. ....	38
Figura 3 – Fluxograma modificado do processo utilizado para simular a produção do etanol anidro via destilação extrativa e sua configuração de controle. ....	39
Figura 4 – Perfil de temperatura para a as colunas: (a) extrativa; (b) de recuperação. ....	41
Figura 5 – Ajuste realizado para a coluna extrativa: (a) solvente; (b) mistura azeotrópica; (c) refluxo; (d) vaso de refluxo; (e) fundo da coluna; (f) condensador; (g) temperatura.....	43
Figura 6 – Ajuste realizado para a coluna de recuperação: (a) refluxo; (b) vaso de refluxo; (c) fundo da coluna; (d) condensador; (e) temperatura. ....	43
Figura 7 – Comportamento dinâmico para os fluxos mássicos que integram o processo de destilação, para os cenários: (a) #2 e (b) #10. ....	51
Figura 8 – Comportamento dinâmico para a pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para os cenários: (a):#2 e (b) #10. ....	52
Figura 9 – Comportamento dinâmico para a temperatura de determinados estágios da coluna extrativa, para os cenários: (a) #2 e (b) #10. ....	54
Figura 10 – Comportamento dinâmico da composição mássica do N <sub>2</sub> no topo da coluna extrativa e da posição da válvula de purga, para os cenários: (a) #2 e (b) #10. ....	58
Figura 11 – Perfis de composição para o etilenoglicol presente na coluna extrativa na fase líquida. ....	64
Figura 12 – Fluxograma do processo utilizado para simular a produção do etanol anidro para os teores de 30, 50 e 70% em teor de solvente e sua configuração de controle.....	67
Figura 13 – Perfil de temperatura da coluna extrativa do sistema para obtenção do etanol anidro com (a) 30%, (b) 50% e (c) 70% em teor de solvente.....	68
Figura 14 – Perfil de temperatura da coluna de recuperação do sistema para obtenção do etanol anidro com (a) 30%, (b) 50% e (c) 70% em teor de solvente. ....	69
Figura 15 – Comportamento dinâmico dos fluxos mássicos que integram o processo de separação, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na coluna extrativa.....	72



Figura 16 – Comportamento dinâmico da pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na região extrativa. ....	74
Figura 17 – Comportamento dinâmico da temperatura de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na região extrativa. ....	75
Figura 18 – Comportamento dinâmico da taxa de fluido de aquecimento utilizado na coluna extrativa, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na região extrativa. ....	77
Figura 19 – Comportamento dinâmico da fração mássica do nitrogênio no topo da coluna extrativa e da posição da válvula de purga, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na região extrativa. ....	78
Figura 20 – Comportamento dinâmico da função MX, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na região extrativa. ....	80
Figura A. 1 – Comportamento dinâmico para os fluxos mássicos que integram o processo de destilação, para os cenários: (a) #1, (b) #6 e (c) #9. ....	91
Figura A. 2 – Comportamento dinâmico para a pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para os cenários: (a) #1, (b) #6 e (c) #9. ....	92
Figura A. 3 – Comportamento dinâmico para a temperatura de determinados estágios da coluna extrativa, para os cenários: (a) #1, (b) #6 e (c) #9. ....	93
Figura A. 4 – Comportamento dinâmico da composição mássica do N <sub>2</sub> no topo da coluna extrativa e da posição da válvula de purga, para os cenários: (a) #1, (b) #6 e (c) #9. ....	94
Figura A. 5 – Comportamento dinâmico da função MX, para os cenários: (a) #1, (b) #2, (c) #6, (d) #9 e (e) #10. ....	95
Figura C. 1 – Comportamento dinâmico dos fluxos mássicos que integram o processo, para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente. ....	102
Figura C. 2 – Comportamento dinâmico para a pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente. ....	103
Figura C. 3 – Comportamento dinâmico para a temperatura de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente. ....	104
Figura C. 4 – Comportamento dinâmico da taxa de fluido de aquecimento utilizado na coluna extrativa, para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente. ....	105
Figura C. 5 – Comportamento dinâmico da composição mássica do N <sub>2</sub> no topo da coluna extrativa e da posição da válvula de purga, para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente. ....	106

Figura C. 6 – Comportamento dinâmico da função MX, para os cenários para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente..... 107

## Lista de Tabelas

Tabela 1 – Dados de projeto e resultados obtidos para o sistema extrativo. ....	36
Tabela 2 – Dados de entrada das correntes de alimentação para o sistema extrativo. ....	37
Tabela 3 – Quadro resumo referente aos controladores, variáveis controladas, manipulas e setpoints utilizados na implementação da configuração de controle do sistema extrativo. ....	40
Tabela 4 – Especificações utilizadas para a sintonia dos controladores presentes no fluxograma desenvolvido para representar o processo de destilação extrativa. ....	41
Tabela 5 – Comparação entre os resultados obtidos para o modelo de coluna vazia e fria da coluna extrativa com seus resultados em regime estacionário. ....	43
Tabela 6 – Comparação entre os resultados obtidos para o modelo de coluna vazia e fria da coluna de recuperação com seus resultados em regime estacionário. ....	44
Tabela 7 – Cenários implementados para avaliação do efeito da purga durante a partida do sistema de destilação extrativa utilizado na produção do etanol anidro. ....	50
Tabela 8 – Comparação entre os tempos de inicialização das correntes de alimentação e de refluxo, para os cenários implementados com diferentes tempos de inicialização de purga. ..	51
Tabela 9 – Comparação entre os valores de pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para os cenários implementados com diferentes tempos de inicialização de purga. ....	53
Tabela 10 – Dados obtidos para as quantidades de fluido de aquecimento utilizadas na etapa de partida, para os cenários implementados na avaliação dos efeitos da etapa de purga. ....	55
Tabela 11 – Comparação entre as quantidades de fluido de aquecimento utilizadas na etapa de partida, para os cenários implementados na avaliação dos efeitos da etapa de purga. ....	56
Tabela 12 – Determinação do tempo empregado na operação de partida, para os principais casos implementados na avaliação dos efeitos da etapa de purga. ....	59
Tabela 13 – Comparação entre tempo empregado na operação de partida, para os principais cenários implementados na avaliação dos efeitos da etapa de purga. ....	59
Tabela 14 – Dados de entrada e resultados da coluna extrativa para os teores de 30, 50 e 70% em solvente. ....	65
Tabela 15 – Dados de entrada e resultados da coluna de recuperação para os teores de 30, 50 e 70% em solvente. ....	65
Tabela 16 – Dados utilizados no dimensionamento das colunas extrativa e de recuperação, para o sistema operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente. ....	66

Tabela 17 – Resumo dos parâmetros utilizados no desenvolvimento da malha de controle....	69
Tabela 18 – <i>Setpoints</i> utilizados no desenvolvimento da malha de controle. ....	70
Tabela 19 – Comparação entre os tempos de inicialização para as correntes de alimentação e de refluxos, para a simulação operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente. ....	73
Tabela 20 – Comparação entre os valores de pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente. ....	74
Tabela 21 – Comparação entre os valores de temperatura de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente. ....	76
Tabela 22 – Comparação entre as quantidades de fluido de aquecimento utilizadas na etapa de partida, para a simulação operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente. ....	77
Tabela 23 – Dados referentes a etapa de purga para a coluna extrativa operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente.....	79
Tabela 24 – Determinação do tempo empregado na operação de partida, para a simulação operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente. ....	80
Tabela 25 – Condições de alimentação para a coluna extrativa.....	131

# Nomenclatura

$K_c$  – ganho do controlador

N – nível

P – pressão

T – temperatura

t – tempo

$x$  – fração do elemento químico na fase líquida

$x_{i,dyn}$  - composição dinâmica na fase líquida do elemento i

$x_{i,st}$  - composição estacionária na fase líquida do elemento i

$\tau_I$  - tempo integral

## Subscrito

$i$  - componente i (1,2,...,C)

$j$  - estágio j (1,2,...,N)

$dyn$  – valor dinâmico

$st$  – resultado estacionário

## Siglas e definições

EG - etilenoglicol

MLDT - Média Logarítmica da Diferença de Temperaturas

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

PI - Proporcional-Integral (Controlador)

# Sumário

Capítulo 1 – Introdução .....	17
1.1 Contextualização.....	17
1.2 Caracterização do problema.....	18
1.3 Objetivos .....	20
1.4 Contribuições .....	21
1.5 Organização da tese .....	22
Capítulo 2 - Revisão bibliográfica.....	25
2.1 Misturas azeotrópicas .....	25
2.2 Destilação extrativa .....	26
2.3 Etapa de partida ( <i>startup</i> ) .....	27
Capítulo 3 – Modelagem e simulação .....	34
3.1 Modelo estacionário.....	34
3.2 Regime transiente .....	38
3.3 Modelo vazio e frio.....	42
3.4 Conclusões .....	44
Capítulo 4 – Efeito do tempo de inicialização da purga sobre a etapa de partida de um sistema extrativo.....	46
4.1 Procedimentos de partida ( <i>Start-up</i> ) .....	47
4.2 Resultado das simulações .....	49
4.3 Conclusões .....	60
Capítulo 5 – Efeito do teor de solvente sobre a etapa de partida de um sistema extrativo .....	63
5.1 Simulações em regime estacionário.....	63
5.2 Simulações em regime transiente .....	66
5.3 Etapa de partida .....	70
5.4 Resultados e discussões .....	72
5.5 Conclusões .....	81
Capítulo 6 – Conclusões e sugestões para trabalhos futuros .....	84
6.1 Conclusões.....	84
6.2 Sugestões para trabalhos futuros .....	86

Referências .....	87
Apêndice A: Resultados complementares do capítulo 4 .....	91
Apêndice B: <i>Tasks</i> desenvolvidos para os modelos implementados no capítulo 4.....	96
Apêndice C: Resultados complementares do capítulo 5 .....	102
Apêndice D: <i>Tasks</i> desenvolvidos para os modelos implementados no capítulo 5.....	108
Apêndice E: Artigo #1 .....	114
Apêndice F: Artigo #2 .....	124
Apêndice G: Artigo #3 .....	129
Apêndice H: Artigo #4 .....	140

# Capítulo 1

---

## Introdução



# Capítulo 1 – Introdução

## 1.1 Contextualização

A destilação é historicamente o processo de separação mais amplamente estudado, difundido e utilizado nas indústrias de processos químicos, apesar de também está entre as operações mais ineficientes, em termos energéticos. Esta desvantagem é característica desta operação unitária devido a sua baixa eficiência termodinâmica (Blahusiak et al., 2016).

A etapa de partida é um dos fatores que contribui de forma significativa para o elevado custo energético envolvido no processo de destilação. De forma generalizada, a etapa de partida para uma coluna de destilação pode ser compreendida pelo período que se inicia no momento em que a matéria-prima é introduzida no equipamento, até a completa estabilização das principais variáveis envolvidas no processo (Du et al., 1988).

Segundo os autores Ruiz et al. (1988), para um sistema de separação, mais especificamente para uma coluna de destilação, este período consiste em uma combinação de ações pré-determinadas, fundamentadas nas operações de abertura e fechamento de válvulas, tipificando-se como uma operação de suma relevância devido ao grande número de configurações possíveis indeterminadas.

Durante toda a etapa de partida considera-se a unidade de destilação improdutiva, uma vez que a planta trabalha muito longe das suas condições nominais de operação e produção, resultando em um aumento de custos devido a formação de produtos fora de especificação, ao consumo desnecessário de matéria prima e ao gasto excessivo de utilidades; principalmente em se tratando de colunas de destilação de alta pureza (Lowe e Wozny, 2001).

Na prática industrial, a etapa de partida para um processo de destilação representa uma das operações mais difíceis e complexas, além de ser considerada um desafio do ponto de vista de controle. Este fato decorre de suas características tais como: sua natureza de transição fortemente não linear; as modificações simultâneas observadas em diversas variáveis relevantes ao processo; ao elevado grau de acoplamento entre as variáveis e a sua vasta faixa de condições de funcionamento (Fieg et al., 1993; Barolo et al., 1994; Kruse et al., 1996; Han e Park, 1999; Wozny e Li, 2004; Woinaroschy e Isopescu, 2010).

Um obstáculo adicional no desenvolvimento de estratégias ótimas de partida é o fato de não existirem regras gerais para tal procedimento, o que torna as sequencias de ações, referente a etapa de partida, bastante seletivas a determinado processo químico ou a determinado equipamento (Wozny e Li, 2004).

O estudo direcionado à partida dos processos químicos e dos equipamentos tem como principal finalidade a determinação do momento ideal de abertura e fechamento para as inúmeras válvulas envolvidas no processo, minimizando, desta forma, o tempo necessário para se alcançar o estado estacionário sem alterar as especificações dos produtos (Fieg et al., 1993).

Como resultado, o desenvolvimento de estratégias de partida proporciona inúmeros benefícios como: maior rapidez no alcance do estado estacionário, redução dos gastos relacionados à matéria-prima, redução na formação de produtos fora de especificação, como também a redução no consumo de utilidades, proporcionando uma melhora significativa na eficiência do processo (Werle et al., 2009).

## 1.2 Caracterização do problema

Segundo os autores Varbanov et al. (2008), o estudo e a modelagem de processos “anormais” como os processos de *startup* e *shutdown* tornam-se mais críticos quando aplicados a sistemas que envolvem no mínimo duas colunas interligadas, como na destilação extrativa e azeotrópica. A complexidade decorre do fato de que esses sistemas requerem atenção extra para coordenar todas as variáveis envolvidas no processo de maneira harmoniosa e integrada.

Embora vários trabalhos tenham reportado os mais diversos problemas relacionados com o comportamento dinâmico das colunas de destilação durante a partida e suas respectivas soluções, são raros os trabalhos que abordam o estudo das estratégias de partida direcionado às misturas azeotrópicas. Mais especificamente, de acordo com Weng e Lee (2014), antes deles, nenhum trabalho na literatura havia relatado o desenvolvimento de um procedimento de partida para um processo de destilação extrativa convencional.

Os autores Vasconcelos et al. (2014.a, 2014.b, 2015), pioneiros no desenvolvimento de procedimentos de partida de sistemas extrativos, contribuíram fortemente para a disseminação do tema ao relatar uma série de estudos inéditos voltados para o desenvolvimento,

a simulação e otimização da etapa de partida de sistemas extrativos termicamente acoplados através do estudo do comportamento dinâmico.

Um exemplo de mistura azeotrópica de grande interesse na prática industrial é a solução etanol-água. Tal fato se deve à vasta gama de aplicações do etanol, que varia desde seu emprego como matéria prima na síntese de produtos químicos até sua utilidade como fonte de energia renovável (Gil et al., 2012).

No contexto da mistura etanol-água, a separação através da destilação extrativa utilizando o etilenoglicol como solvente se apresenta como a técnica mais atrativa e vantajosa frente a outros métodos como destilação a vácuo, destilação azeotrópica, processos de pervaporação e adsorção com peneiras moleculares. Segundo os autores Li e Bai (2012), a destilação extrativa utilizando o etilenoglicol como solvente apresenta custos de consumo de energia e de investimento de capital competitivos, representando uma economia importante no custo final do etanol anidro produzido.

Baseando-se na complexidade, na perspectiva promissora do sistema para a indústria de processamento químico, assim como na escassez de pesquisas correlacionando-o com a etapa de partida, o processo de desidratação do etanol anidro utilizando etilenoglicol como solvente foi escolhido na qualidade de estudo de caso para este trabalho de tese.

Uma importante contribuição para a literatura de destilação é a nova abordagem de análise para o processo de destilação extrativa utilizando o teor de solvente na região extrativa como um dos principais parâmetros de avaliação. Segundo os autores Figueiredo et al., (2015), ao avaliar o teor de solvente na região extrativa, estamos na verdade considerando a razão de refluxo e a vazão de alimentação de solvente de forma simultânea. O teor de solvente é um parâmetro importante na determinação de condições operacionais que representam menor consumo de energia, uma vez que permite determinar o intervalo das possíveis soluções, contemplando o ponto ótimo global sem se importar com o problema de ótimos locais.

De acordo com a literatura consultada, nenhum trabalho relatou os efeitos do teor de solvente na região extrativa como uma variável de otimização para a etapa de partida. Sabendo disso, este trabalho de tese teve como principal motivação a inclusão do teor de solvente como parâmetro no desenvolvimento de procedimentos de partida através da modelagem e simulação computacional.

Um outro aspecto abordado neste trabalho de tese diz respeito a operação de purga. A purga faz parte de um conjunto de operações preventivas que, geralmente, antecedem a inicialização da coluna de destilação. A etapa de purga tem como principal objetivo prevenir a contaminação dos produtos e a formação de misturas combustíveis com o ar. De acordo com Kister (1990), a realização da purga de forma inadequada ou a sua não realização pode promover inúmeros problemas ao sistema, colocando toda a eficiência do processo e a segurança em questão.

Verificou-se, através da literatura consultada, que este procedimento costuma ser negligenciado no desenvolvimento das estratégias de partida de forma equivocada, uma vez que a não consideração da operação de purga ao longo da inicialização do sistema, pode acarretar resultados não condizentes com a realidade. Portanto, este trabalho de tese também teve como objetivo a inclusão da etapa de purga como variável de decisão no desenvolvimento dos procedimentos de partida.

### **1.3 Objetivos**

Este trabalho tem como objetivo geral determinar o procedimento ótimo de partida para o processo de destilação extrativa utilizado na produção do etanol anidro, a partir da inclusão com ineditismo de dois parâmetros de análise: o tempo de inicialização da purga e o teor de solvente durante a operação de partida do sistema.

O trabalho tem como objetivos específicos:

1. Desenvolver um modelo computacional capaz de representar o sistema convencional de destilação extrativa para obtenção do etanol anidro, utilizando o etilenoglicol como solvente, nos regimes estacionários e transientes;
2. Implementar uma estrutura de controle regulatório para o modelo desenvolvido;
3. Simular o esvaziamento do modelo para obtenção de um protótipo de colunas vazias e frias;
4. Avaliar a relação entre o tempo de inicialização da purga e seus efeitos durante a partida do sistema extrativo sob investigação;

5. Avaliar os efeitos do teor de solvente presente na região extrativa durante a partida do sistema extrativo sob investigação;
6. Determinar a estratégia ótima de partida, em termos de tempo e quantidade de fluido de aquecimento utilizado, para o estudo de caso adotado neste trabalho.

#### **1.4 Contribuições**

A associação do teor de solvente e do tempo de inicialização da purga como variáveis de otimização da etapa de partida de um sistema de destilação extrativa contribui principalmente com o estado da arte relacionado a este tema, uma vez que não existem relatos deste tipo de avaliação na literatura consultada. Além disso, as outras contribuições deste trabalho de tese são:

- Comprovação dos efeitos do tempo de inicialização da purga durante a etapa de partida, enfatizando a importância de leva-lo em consideração no desenvolvimento de um procedimento da partida.
- Confirmação de que o teor de solvente presente na coluna de destilação extrativa exerce influência sobre o tempo e o custo, em termos de economia de energia, necessário para realizar a etapa de partida e conseqüentemente, para se alcançar o estado estacionário.
- Comparação entre os procedimentos de partida desenvolvidos neste trabalho de tese e determinação do procedimento ótimo a ser implementado para o sistema escolhido como estudo de caso.
- Contribuição com uma abordagem dinâmica do modelo mais realista.

Quatro artigos foram gerados diretamente a partir deste trabalho. O primeiro foi apresentado e publicado nos anais de um congresso nacional, o segundo e o terceiro foram submetidos a congressos internacionais, com posterior publicações em revistas, e o quarto encontra-se publicado em revista internacional:

1. *Desenvolvimento de Procedimentos de Partida para o Processo de Desidratação do Etanol (2016)*, aceito para ser apresentado no *XXI Congresso Brasileiro de*

*Engenharia Química* e publicado nos anais do congresso. O artigo na íntegra encontra-se no *Apêndice E* deste trabalho.

2. *Effect of Solvent Feeding Time on the Start-up Operation of an Extractive Distillation Column (2016)*, aceito para ser apresentado no 26<sup>th</sup> *European Symposium on Computer Aided Process Engineering – ESCAPE 26* e publicado no periódico *Computer-Aided Chemical Engineering*. O artigo na íntegra encontra-se no *Apêndice F* deste trabalho.
3. *Uso da Plataforma Aspen Dynamics como Ferramenta Computacional no Processo de Partida de Colunas Extrativas (2016)*, aceito para ser apresentado no XXXVII *Iberian Latin American Congress on Computational Methods in Engineering* e publicado no periódico *Revista Interdisciplinar de Pesquisa em Engenharia – RIPE*. O artigo na íntegra é apresentado no *Apêndice G* deste trabalho.
4. *Effect of Purging Time During Distillation Column Startups (2018)*, aceito para ser publicado no periódico *Industrial & Engineering Chemistry Research*. O artigo na íntegra é apresentado no *Apêndice H* deste trabalho.

## 1.5 Organização da tese

A tese está organizada em cinco capítulos. No Capítulo 1 foi apresentada uma breve introdução, onde foram abordados assuntos relacionados a este trabalho com a finalidade de contextualizar, caracterizar e de justificar a importância de seu desenvolvimento.

O Capítulo 2 apresenta a revisão bibliográfica referente aos principais temas que compõem este trabalho de tese, o que inclui as pesquisas consideradas mais relevantes sobre a etapa de partida de colunas de destilação, a teoria sobre a destilação extrativa e a definição de misturas azeotrópicas.

O Capítulo 3 descreve o procedimento utilizado para o desenvolvimento dos modelos computacionais em regime estacionário e transiente através dos *softwares* de simulação *Aspen Plus*<sup>®</sup> e *Aspen Dynamics*<sup>®</sup>. Além disso, este capítulo relata os procedimentos adotados para a implementação da estrutura de controle regulatório e do procedimento de esvaziamento do sistema para obtenção do estado vazio e frio.

No Capítulo 4 é apresentada a sequência de ações adotadas para o desenvolvimento dos procedimentos de partida do sistema sob investigação e as discussões dos resultados referente ao estudo do tempo de inicialização da purga durante a etapa de partida.

O Capítulo 5 aborda as modificações propostas para o procedimento de partida desenvolvido no capítulo anterior, bem como as discussões dos resultados obtidos referente aos efeitos do teor de solvente ao longo da etapa de partida de um sistema de destilação extrativa.

Apêndice A: Resultados complementares do capítulo 4.

Apêndice B: Sequencias de ações desenvolvidas utilizadas (*tasks*) no capítulo 4.

Apêndice C: Resultados complementares do capítulo 5.

Apêndice D: Sequencias de ações desenvolvidas utilizadas (*tasks*) no capítulo 5.

Apêndice E: Artigo #1.

Apêndice F: Artigo #2.

Apêndice G: Artigo #3.

Apêndice H: Artigo #4.

## Capítulo 2

---

# Revisão Bibliográfica



## Capítulo 2 - Revisão bibliográfica

Este capítulo apresenta uma breve revisão sobre os principais temas utilizados para a elaboração deste trabalho de tese e tem como objetivo a contextualização das principais bases teóricas relacionadas ao tema da pesquisa. Inicialmente, serão apresentados os conceitos e definições básicas de misturas azeotrópicas e da destilação extrativa. Em seguida, serão apresentadas as principais contribuições da literatura relacionadas a etapa de partida dos sistemas de destilação.

### 2.1 Misturas azeotrópicas

O processo de separação via destilação se baseia na diferença de temperatura de ebulição dos componentes presentes em uma mistura. Ao aquecer e condensar sucessivamente a mistura, o componente mais volátil é concentrado na fase de vapor, enquanto que a fase líquida é enriquecida com o componente menos volátil. No entanto, nem todas as misturas líquidas podem ser separadas através da destilação convencional, como é o caso das misturas azeotrópicas (Emhamed et al., 2008).

A formação de um azeótropo em uma mistura depende fundamentalmente de dois fatores: da diferença das temperaturas de ebulição entre os componentes da mistura; e do grau de aproximação ou afastamento da idealidade da mistura, isto é, da existência de desvios em relação à lei de Raoult. Em outras palavras, quanto mais próximas forem as temperaturas de ebulição e mais afastada da idealidade for a mistura, maior a probabilidade de se formar um azeótropo (Frank, 1997).

Uma forma de classificar as misturas azeotrópicas é com relação ao grau de aproximação ou afastamento da idealidade. Os desvios positivos da lei de Raoult, com coeficiente de atividade maior que 1,0, podem levar a formação de um azeótropo com ponto de ebulição inferior ao ponto de ebulição do componente mais volátil da mistura, o qual é denominado de azeótropo de mínimo de temperatura de ebulição. Por outro lado, desvios negativos da lei de Raoult, com coeficiente de atividade menor que 1,0, podem levar a formação de um azeótropo com ponto de ebulição superior ao do componente menos volátil da mistura, denominado de azeótropo de máximo de temperatura de ebulição (Ligeiro, 1994).

Outra forma de classificação para os sistemas azeotrópicos é quanto às fases em equilíbrio, podendo ser homogêneo ou heterogêneo independente da classificação anterior. Um azeótropo homogêneo possui apenas uma fase líquida em equilíbrio com a fase vapor. Enquanto que um azeótropo heterogêneo possui mais de uma fase líquida em equilíbrio com a fase vapor e é sempre um azeótropo de mínimo de temperatura de ebulição (Seader et al., 2011).

A mistura etanol-água, escolhida como estudo de caso para este trabalho de tese, não pode ser completamente separada por um simples processo de destilação, pois apresenta um azeótropo homogêneo de mínimo ponto de ebulição em concentração molar de 89% a 1 atm, sendo necessário a utilização de métodos especiais de separação como a destilação extrativa.

## **2.2 Destilação extrativa**

O termo destilação extrativa é comumente utilizado para descrever o processo de vaporização parcial no qual um agente separador com alto ponto de ebulição e não volátil, em comparação com os componentes a serem separados, é adicionado com a finalidade de alterar a volatilidade relativa do componente principal da mistura (Black et al., 1972).

O princípio por trás da destilação extrativa é a introdução do agente separador, denominado solvente, que interage diferentemente com cada um dos componentes da mistura original e que geralmente mostra uma forte afinidade com um dos componentes principais. Normalmente, o solvente é introduzido na região próxima ao topo coluna, acima da corrente de alimentação, afim de que sua concentração seja mantida num nível razoável em todos os pratos da coluna (Gil et al., 2012).

Na seleção do solvente, inúmeros fatores devem ser considerados, incluindo a disponibilidade, o custo, a corrosividade, a pressão de vapor, a estabilidade, o calor de vaporização, a reatividade, a toxicidade e a facilidade de recuperação do solvente (Lek-utaiwan et al., 2011). O etilenoglicol detém posição privilegiada como solvente no processo de separação extrativa da mistura etanol-água. Do ponto de vista econômico, o etilenoglicol se apresenta como o solvente mais viável para aplicação em escala industrial (Gil et al., 2009; Li e Bai, 2012, Figueirêdo et al., 2015).

A configuração convencional utilizada para separação contínua de misturas binárias através do processo de destilação extrativa consiste em um sistema composto por duas colunas de destilação em sequência. Uma coluna é utilizada para realizar a separação da mistura azeotrópica, denominada coluna extrativa, enquanto que a outra é utilizada na recuperação do solvente, denominada coluna de recuperação (Mujtaba, 1999; Scenna et al., 2004).

De acordo com Figueirêdo et al. (2015), no processo de destilação extrativa convencional para a produção do etanol anidro, o solvente, quando adicionado a primeira coluna traz com ele a água, componente com ponto de ebulição intermediário, para a base da coluna, enquanto que o etanol, componente mais volátil, é obtido no topo. Em seguida, a mistura formada pelo solvente e pela água são processados na coluna de recuperação, através da destilação convencional, onde a água se acumula no topo e o solvente se concentra no fundo da coluna de recuperação. O solvente proveniente da base da segunda retorna a coluna extrativa na forma de reciclo, sendo acrescido de uma corrente de solvente adicional, já que uma parte do solvente é perdida ao longo do processo.

Vários outros trabalhos disponíveis na literatura reforçam a técnica da destilação extrativa como uma alternativa viável (Brito, 1997; Lei e Chen, 2003; Figueroa, 2012; Figueirêdo et al., 2015). Dentre os diversos métodos utilizados para realizar a separação da mistura etanol-água, o processo de desidratação do etanol anidro via destilação extrativa utilizando o etilenoglicol como solvente se apresenta como o mais vantajoso em comparação com outros métodos de separação como a destilação a vácuo, a destilação azeotrópica e processos de pervaporação e adsorção com peneiras moleculares (Li e Bai, 2012).

### **2.3 Etapa de partida (*startup*)**

Segundo Bertucco et al. (1984), o tempo de partida para uma coluna de destilação pode ser significativamente reduzido através do preenchimento do vaso de refluxo e da base da coluna, com a mistura a ser processada antes de iniciar a coluna de destilação. Os autores utilizaram o procedimento de partida convencional para demonstrar tal vantagem. Embora apresente-se bastante promissor, as conclusões alcançadas podem ser irrealistas, uma vez que os autores não consideraram um modelo de coluna vazia e fria.

Através do uso de simulação numérica, Ruiz et al. (1988) introduziram uma visão conceitual a respeito do comportamento dinâmico das colunas de destilação e de suas principais variáveis de processo durante a realização da operação de partida.

Ainda segundo os mesmos autores, a análise dos resultados obtidos proporcionou a representação da etapa de partida em três fases características. A primeira fase, denominada fase descontínua, caracteriza-se por seu curto período de tempo e pela natureza descontínua de todas as variáveis envolvidas no processo. É nesta fase que a alimentação da coluna e o seu aquecimento são iniciados. A segunda fase, denominada fase semi-contínua, caracteriza-se pelo comportamento não linear das variáveis hidráulicas e pela desestabilização da coluna. Essa fase é considerada a mais importante, uma vez que demanda uma maior quantidade de tempo. Nessa etapa os pratos da coluna são selados, isto é, os estágios entram em equilíbrio líquido-vapor, e a condição de refluxo total é alterada para a condição de refluxo estacionário. A terceira e última fase, denominada fase contínua, é caracterizada pelas respostas lineares e transientes de todas as variáveis envolvidas no processo. No final desta fase, todas as variáveis atingem seus valores de estado estacionário.

Ganguly e Saraf (1993) desenvolveram um algoritmo de controle preditivo baseado em um modelo não linear com a finalidade de averiguar a sua aplicação prática durante a partida de uma coluna de destilação em escala piloto. Os experimentos realizados se resumem a utilização de três diferentes técnicas de controle (manual, proporcional-integral e preditivo) para um procedimento de partida convencional operando com refluxo total. Os resultados experimentais mostraram uma redução significativa no tempo bem como no custo energético para o algoritmo de controle preditivo desenvolvido pelos autores.

Com a ajuda de uma coluna em escala de laboratório, Fieg et al. (1993) demonstraram a economia de tempo obtida através da estratégia de partida operando com refluxo total em comparação com a estratégia convencional. Ainda segundo os autores, apesar da estratégia com refluxo total apresentar menor tempo de partida, sua aplicação não é aconselhável para todos os casos, como por exemplo para substâncias sensíveis a elevadas temperaturas, pois durante a operação com refluxo total, o tempo de residência elevado pode acarretar a decomposição térmica dessas substâncias.

Baseando-se nos problemas de partida elencados por Fieg et al. (1993), os autores Kruse et al. (1996), desenvolveram uma estratégia de partida sem refluxo, onde todo o condensado proveniente do vaso deve ser descartado durante um certo período de tempo. O desenvolvimento dessa estratégia fundamentou-se em estudos experimentais com ajuda de uma coluna de destilação em escala piloto. Os resultados demonstram uma redução no tempo necessário para se atingir o regime estacionário utilizando a estratégia de partida desenvolvida pelos autores em comparação com a estratégia convencional. Apesar dos resultados apontarem uma redução do tempo necessário para se alcançar o estado estacionário, é imprescindível um maior detalhamento quanto a fração de destilado rejeitado para se caracterizar como uma solução prática a nível industrial.

Sorensen e Skogestad (1996) discutiram diferentes aspectos relativos a partida de uma coluna de destilação em batelada. Segundo os autores, a operação convencional de uma coluna em batelada pode ser descrita convenientemente em três etapas: partida, produção e desligamento. Os autores demonstraram que, para operações de separação padrão, a etapa de produção demanda maior quantidade de tempo. No entanto, para operações com restrições de alta pureza ou de misturas azeotrópicas o tempo de partida se torna significativo em comparação com o tempo total de separação. Como solução alternativa plausível para redução do tempo de partida para algumas separações, os autores apresentaram a utilização de dois condensadores em série. Embora os resultados sejam satisfatórios, a completa modificação das instalações físicas do equipamento em prol da redução do tempo de partida não se apresenta como solução prática do ponto de vista operacional e econômico.

Eden et al. (2000) afirmam que para realizar o uso de integração térmica de processos, na prática industrial, é importante ser capaz de garantir não só o controle eficaz durante a operação próximo ao estado estacionário, mas também deve-se estabelecer procedimentos para gerar sequências rápidas de inicialização dos equipamentos. Neste trabalho os autores descrevem duas metodologias para a operação de partida, desenvolvidas a partir dos conhecimentos qualitativos de um sistema de colunas de destilação com integração térmica. O trabalho realizado experimentalmente demonstrou como o controle foi utilizado para facilitar a operação da planta durante a partida.

Em contraste com a destilação convencional, o produto fora de especificação fabricado durante a etapa de partida para uma coluna de destilação reativa não é tão facilmente reciclado.

De acordo com Reepmeyer et al. (2004), a literatura técnica específica não apresenta orientações de como realizar a partida para esses sistemas de forma adequada. Nesse trabalho, diferentes estratégias de partida foram testadas para a destilação reativa do acetato de etilo. A partir dos resultados obtidos, concluiu-se que a estratégia com refluxo total, recomendada para destilação convencional sem reação, não é adequada para a destilação reativa.

Em seu trabalho, Fabro et al. (2005) propuseram o desenvolvimento de um controle preditivo a partir de uma abordagem alternativa que combina uso de técnicas como redes neurais, controladores fuzzy e algoritmo genético na inicialização de uma coluna de destilação contínua. Segundo os autores este processo foi escolhido devido às suas características, tais como inércia, grande tempo de acomodação e objetivos de controle conflitantes que tornam estes processos difíceis de controlar com os métodos tradicionais.

Forner et al. (2008) apresentaram um modelo computacional para a partida de uma coluna de destilação reativa, o qual foi validado a partir de dados experimentais para o processo de esterificação do propanol com ácido acético. Diferentes estratégias de partida foram desenvolvidas e implementadas para esse processo, demonstrando a grande influência da carga inicial no refeedor e do decantador sobre o tempo de inicialização.

Manca e Manenti (2008) investigaram de forma detalhada quais tomadas de ações beneficiam a etapa de partida de uma unidade de separação com a finalidade de melhorar a confiabilidade do processo e satisfazer as restrições de segurança. Os autores utilizaram uma coluna despropanizadora como estudo de caso. A partir dos resultados obtidos, os autores concluíram que os simuladores dinâmicos são instrumentos fundamentais para a formação de operadores, uma vez que os mesmos podem reproduzir condições atípicas de funcionamento como no caso da operação de inicialização do equipamento.

Werle et al. (2009) propuseram o uso de aquecimento distribuído ao longo dos pratos de uma coluna durante a etapa de partida. Os experimentos foram realizados em uma coluna de destilação em escala piloto, a qual processava uma mistura composta por etanol-água. O procedimento proposto difere da metodologia de partida com aquecimento convencional por apresentar aquecimento distribuído dos estágios através do acionamento de resistências elétricas. Ao comparar a estratégia de partida com aquecimento convencional e com aquecimento distribuído, concluiu-se que as temperaturas dos pratos da seção de esgotamento

aumentavam a uma taxa maior quando se utilizava a técnica com aquecimento distribuído. A partir dos resultados obtidos, os autores afirmaram que a introdução de aquecimento distribuído ao longo da coluna mostrou-se uma opção válida para reduzir o tempo de partida, possibilitando uma dinâmica mais rápida e menores custos de operação.

Zhao et al. (2014) estudaram a etapa de partida para um sistema de separação criogênica. Segundo os autores, este sistema é de extrema importância para o processo de produção de etileno por ser responsável por até 50% do tempo total de partida da planta. As operações de partida neste trabalho foram desenvolvidas a partir simulações dinâmicas considerando diferentes situações de partida. A estratégia de refluxo total, modificada pelos autores, apresentou melhor resultado dentre as simulações. Apresentando como resultado redução em 53% do tempo empreendido para se alcançar o estado estacionário.

Weng e Lee (2014) reproduziram o processo de desidratação do isopropanol, através da simulação computacional, com a finalidade de demonstrar a partida de um processo de destilação extrativa. O respectivo trabalho limitou-se em aplicar duas estratégias de partida clássicas da literatura com a finalidade de determinar qual procedimento melhor se adequava ao sistema sob investigação. Verificou-se que a estratégia de partida operando com refluxo total apresentou melhor comportamento dinâmico e com respostas mais rápidas. Apesar dos autores afirmarem que até então nenhum trabalho havia descrito a partida de um processo de destilação extrativa, trata-se de um estudo de caso, não apresentando inovações para a área tema de estudo.

Kerddonfak e Srinophakun (2015) desenvolveram um procedimento de partida para uma coluna de destilação com objetivo de separar hidrocarbonetos avaliando três variáveis sistematicamente: os fluxos de destilado, de refluxo e de base. O trabalho avaliou seis condições diferentes envolvendo variações das três variáveis de processo para determinar o procedimento ideal para realizar a operação de partida. A sequência de ajuste para taxa de destilado, taxa de base e taxa de refluxo foi à condição que apresentou menor tempo para alcançar o estado estacionário.

Vasconcelos et al., (2015) avaliaram o comportamento dinâmico da etapa de partida de um sistema de destilação extrativa termicamente acoplada empregado na separação da mistura etanol-água utilizando o etilenoglicol como solvente e com base neste estudo propuseram um procedimento de partida adequado para o sistema sob investigação. Segundo

os autores, um cuidado que deve ser levado em consideração é a presença de etanol na coluna de recuperação, que retarda a etapa de partida e a especificação do estado estacionário para a corrente de topo da coluna de recuperação.



# Capítulo 3

---

## Modelagem e Simulação

## Capítulo 3 – Modelagem e simulação

Este capítulo apresenta os procedimentos adotados para o correto desenvolvimento do modelo de destilação multicomponente vazio e frio utilizado como estudo de caso para este trabalho de tese. A elaboração do modelo em regime estacionário foi realizada através *software* de simulação computacional *Aspen Plus*<sup>®</sup> V8.8, enquanto a elaboração do modelo em regime transiente foi executada através do *software* de simulação *Aspen Dynamics*<sup>®</sup> versão 8.8 (2015).

Para maior organização e compreensão do modelo elaborado, este capítulo será subdividido em seções. Primeiramente, serão apresentados os resultados do modelo em regime estacionário, uma vez que este modelo é base para o modelo em regime transiente, de onde serão extraídos os principais resultados apresentados neste trabalho de tese. No tópico seguinte, serão reportados os resultados referentes a transição do modelo em regime estacionário para o regime transiente. Na oportunidade também será apresentado a implementação de uma configuração de controle regulatório que tem como finalidade minimizar possíveis distúrbios ao longo das simulações em regime transiente. Por fim, na última seção serão apresentados os passos praticados para o esvaziamento do sistema de destilação extrativa, para obtenção de um modelo de colunas vazias e frias.

### 3.1 Modelo estacionário

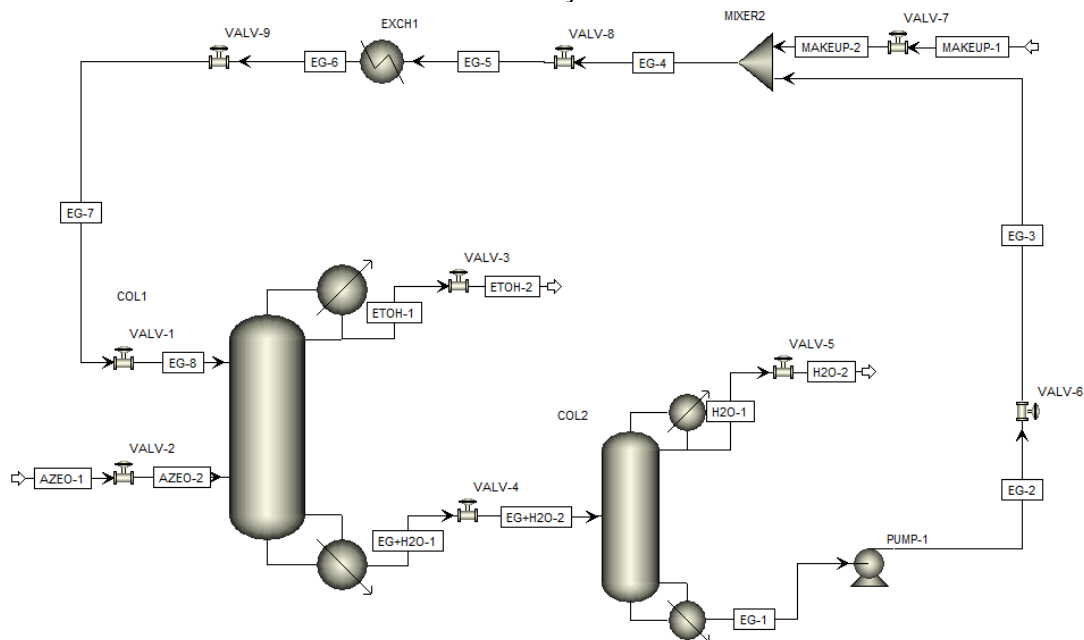
O fluxograma elaborado para o sistema de separação via destilação extrativa é baseado em um modelo convencional composto por uma coluna de destilação extrativa e uma coluna de recuperação, como pode ser observado na Figura 1. A coluna extrativa é formada por 24 estágios em sua totalidade, enquanto a coluna de recuperação é constituída por 10 estágios em sua composição.

A coluna extrativa apresenta duas correntes de alimentação líquida em sua configuração: a de mistura azeotrópica, etanol-água, fixada no 18º estágio, e a de solvente, etilenoglicol, localizado no 5º estágio. Esta coluna tem como finalidade produzir o etanol anidro, como produto de topo, numa composição mássica de 99,9%. A coluna de recuperação tem como finalidade separar o produto de fundo proveniente da coluna extrativa. O solvente obtido na base da coluna de recuperação retorna a coluna extrativa como reciclo, por esse

motivo deve apresentar baixo teor de impurezas, de modo a não afetar o desempenho do processo a longo prazo.

Observa-se ainda, através da Figura 1, uma corrente de *make-up* e um trocador de calor localizados ao longo da corrente de reciclo. A corrente de *make-up* é necessária para o correto funcionamento do sistema, pois, ao longo da simulação, parte do etilenoglicol utilizado como solvente é perdido através das correntes de topo de ambas as colunas, tornando obrigatório a sua reposição. O trocador de calor (*EXCH1*) é responsável por resfriar o solvente proveniente da coluna de recuperação até a respectiva temperatura de alimentação ( $T = 353,15$  K).

Figura 1 – Fluxograma simplificado do processo utilizado para simular a produção do etanol anidro via destilação extrativa.



Fonte: Figueiredo et al. (2015).

As condições operacionais e de design para separação da mistura azeotrópica etanol-água utilizando etilenoglicol como solvente foram baseadas no trabalho de Figueirêdo et al. (2015), e podem ser observadas nas Tabelas 1 e 2.

As especificações para a composição do etanol produzido no topo da coluna extrativa, da água produzida no topo da coluna de recuperação e o etilenoglicol recuperado no fundo da coluna de recuperação foram obtidas através da ferramenta *Design Spec*, que faz parte do

*software Aspen Plus*<sup>®</sup>. Para o etanol produzido no topo da coluna extrativa, especificou-se a composição de 99,9% em massa; e para a água produzida no topo da coluna de recuperação, foi especificado numa composição mássica de 99,99%. As variáveis selecionadas para calcular as especificações das correntes de produtos foram: para a coluna extrativa, a carga do refeedor; para a coluna de recuperação, a carga do refeedor e o fluxo de destilado.

As dimensões dos vasos de refluxo e as alturas das bases de ambas as colunas foram especificadas para fornecer 10 minutos de *hold-up* líquido quando apresentarem 50% do seu volume total. Os diâmetros de ambas colunas de destilação foram calculados utilizando a ferramenta *Tray Sizing* do próprio *Aspen Plus*<sup>®</sup>. Os valores referentes ao dimensionamento das colunas, extrativa e de recuperação, encontram-se dispostos na Tabela 1.

Para o cálculo dos condensadores de ambas as colunas, utilizou-se o método da Média Logarítmica da Diferença de Temperaturas (MLDT), com a temperatura média de entrada do fluido frio especificada em 293,15 K e a diferença entre a temperatura do fluido e quente do frio especificada em 283,15 K. Este método também foi utilizado para o dimensionamento do trocador de calor localizado na corrente de reciclo. Para os refeedores, utilizou-se o método de transferência de calor *Condensing*, especificando o calor latente do fluido de aquecimento com valor o padrão do próprio *software* de 542,18 cal/gm.

Tabela 1 – Dados de projeto e resultados obtidos para o sistema extrativo.

Variáveis	Coluna Extrativa	Coluna de Recuperação
Número de Estágios (#)	24	10
Pressão de topo (bar)	1	0,6
Queda de pressão da coluna (bar)	0,2	0,1
Vazão de refluxo (kg/h)	2311,36	544,90
Estágio de Alimentação do solvente (#)	5	*
Estágio de Alimentação da mistura etanol-água (#)	18	*
Estágio de Alimentação da coluna de recuperação (#)	*	6
Carga térmica – Refeedor (kW)	1974,50	599,43
Vazão de fluido de resfriamento – Condensador (kg/h)	1464,99	517,11
Diâmetro do vaso de refluxo (m)	0,97	0,5
Comprimento do vaso de refluxo (m)	1,94	1,10
Altura da base da coluna (m)	1,90	1,68
Diâmetro da base da coluna (m)	0,95	0,84
Diâmetro da coluna (m)	0,87	0,60

O modelo termodinâmico utilizado para elaboração das simulações em regime estacionário foi o NRTL (*Non-Random-Two-Liquids*), que se baseia no conceito de composição local e fornece boa representação dos dados experimentais para sistemas moderadamente ou fortemente não ideais (Seader et al., 2011).

Tabela 2 – Dados de entrada das correntes de alimentação para o sistema extrativo.

<b>Corrente</b>	<b>Variável</b>	<b>Especificação</b>
<b>Azeótropo (AZE0-1)</b>	Temperatura (K)	313,15
	Pressão (bar)	3,5
	Composição mássica do etanol	0,935
	Vazão (kg/h)	4186,07
<b>Solvente (ENT-1)</b>	Temperatura (K)	353,15
	Pressão (bar)	3,5
	Composição mássica do etilenoglicol	1
	Vazão (kg/h)	5524,09
<b>Make-up (MAKEUP-1)</b>	Temperatura (K)	353,15
	Pressão (bar)	3,5
	Composição mássica do etilenoglicol	1
	Vazão (kg/h)	0,044

Para o correto desenvolvimento deste trabalho, algumas adaptações foram implementadas ao fluxograma original, como pode ser observado na Figura 2. As principais modificações realizadas no fluxograma são descritas a seguir.

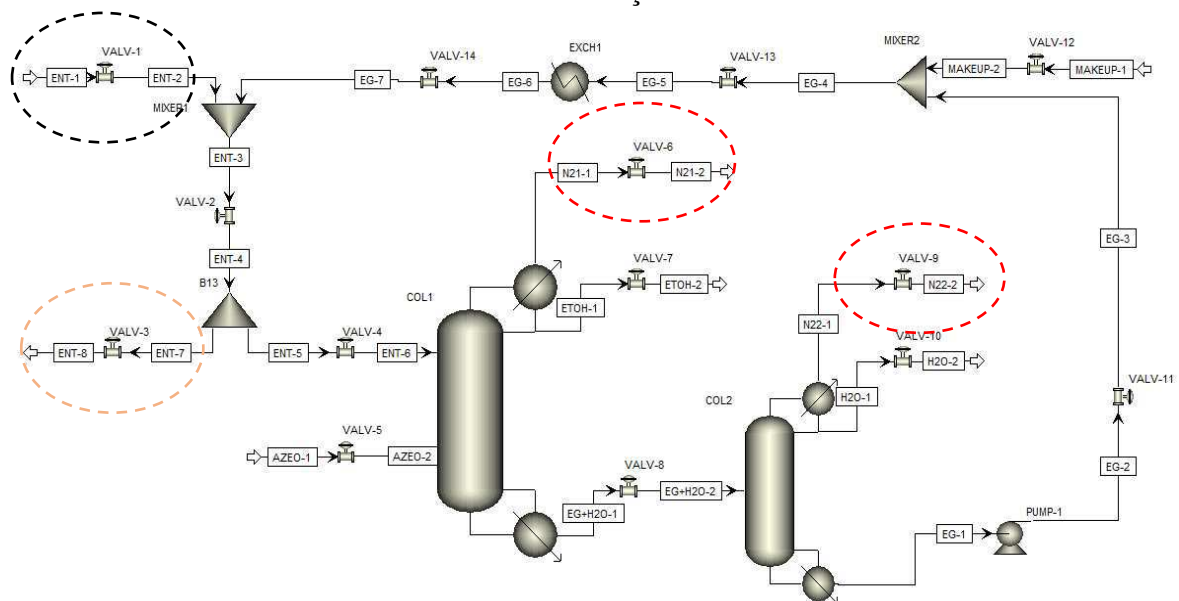
Diferente da operação em regime estacionário, o procedimento de partida é antecedido pelo completo esvaziamento do sistema, sendo esta condição denominada como estado vazio e frio. Deve-se observar que nessa condição a coluna encontra-se completamente vazia e pressurizada por um gás inerte, o qual deverá ser purgado em algum momento da operação de partida. Por esse motivo, foram adicionadas ao sistema correntes de purga. Tais correntes foram posicionadas no topo do vaso de refluxo de cada uma das colunas (N21-1 N22-1), como podem ser observadas, realçadas em vermelho, na Figura 2.

Outra modificação necessária diz respeito a alimentação de solvente ao sistema. Fundamentando-se na ideia anterior, de que as condições de operação entre o regime estacionário e a etapa de partida são completamente diferentes, observa-se que, durante a operação em regime estacionário, a vazão de solvente necessária para manter a proporção com

a mistura azeotrópica é mínima, sendo realizada por uma corrente de *make-up*, uma vez que o sistema já se encontra operando conforme desejado.

Como a corrente de *make-up* é extremamente pequena, a mesma não se mostra eficaz durante a etapa de partida, uma vez que o equipamento se encontra completamente vazio. Para contornar tal imprevisto implementou-se uma corrente de alimentação adicional ao sistema (ENT-1), como pode ser observado, realçado em preto, na Figura 2. Esta corrente tem como finalidade alimentar a coluna com solvente durante a partida, sendo gradativamente substituída pela corrente de *make-up* após esta operação. A corrente ENT-8, realçada em laranja, representa uma corrente de *by-pass*, caso o sistema apresente indícios de sobrecarga na alimentação.

Figura 2 – Fluxograma modificado do processo utilizado para simular a produção do etanol anidro via destilação extrativa.



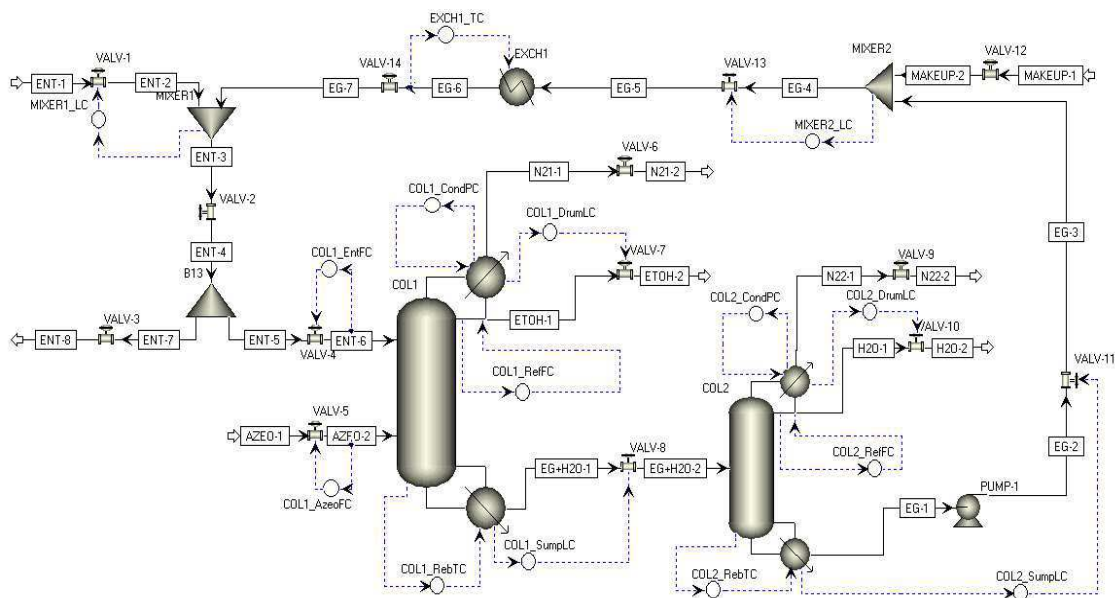
### 3.2 Regime transiente

Após concluídas todas as especificações do modelo em estado estacionário, a simulação foi exportada para a plataforma *Aspen Plus Dynamics*<sup>®</sup> no modo *Pressure Driven*. Quando a simulação em estado estacionário é exportada para o *Aspen Dynamics*<sup>®</sup> é necessário escolher entre dois tipos de simulação dinâmica: *Flow Driven* ou *Pressure Driven*. O modo dinâmico escolhido leva em consideração o efeito das pressões sobre as vazões das correntes envolvidas no processo e dos equipamentos necessários para a realização do fluxo de material.

Em seguida, no *Aspen Dynamics*<sup>®</sup>, foi implementado uma estrutura de controle regulatório ao modelo desenvolvido. Essa configuração de controle tomou como base as estruturas de controle relatadas na literatura consultada (Luyben, 2006; Gil et al., 2012; Tututi-Avila, 2014).

Os controladores propostos têm como objetivo minimizar possíveis distúrbios, buscando manter os valores das variáveis controladas tão próximas quanto possível de seus valores estabelecidos em regime estacionário. A Figura 3 ilustra o fluxograma do processo e a estrutura de controle proposta para monitorar as variáveis de temperatura, pressão, fluxo mássico e nível de líquido.

Figura 3 – Fluxograma modificado do processo utilizado para simular a produção do etanol anidro via destilação extrativa e sua configuração de controle.



Os controladores de vazão para a mistura azeotrópica (COL1\_AzeoFC) e para o solvente (COL1\_EntFC) atuam manipulando a posição de abertura das válvulas de suas respectivas correntes, enquanto o refluxo de cada uma das colunas é controlado manipulando o fluxo que retorna as respectivas colunas (COL1\_RefFC e COL2\_RefFC).

Os níveis de base, para ambas colunas, são controlados (COL1\_SumpLC e COL2\_SumpLC) através da manipulação da posição das válvulas localizadas a jusante as correntes de fluxo dos produtos de fundo. De forma análoga, os níveis para os vasos de refluxos

são controlados (COL1\_DrumLC e COL2\_DrumLC) através da manipulação do posicionamento das válvulas localizadas a jusante as correntes de fluxo dos produtos de topo. Os níveis de líquido para os tanques (MIXER1\_LC e MIXER2\_LC) são controlados através das respectivas vazões que os alimentam.

O controle de pressão do topo de ambas as colunas (COL1\_CondPC e COL2\_CondPC), é desempenhado manipulando a vazão de fluido de refrigeração que alimenta os respectivos condensadores de forma diretamente proporcional. O controle de temperatura de ambas as colunas (COL1\_RebTC e COL2\_RebTC) é realizado através da manipulação da vazão de fluido de aquecimento que alimenta os respectivos refeedores.

A Tabela 3 apresenta um quadro resumo contendo os controladores utilizados na construção do sistema de destilação extrativa, as variáveis controladas, as variáveis manipuladas e seus respectivos valores de funcionamento em regime estacionário.

Tabela 3 – Quadro resumo referente aos controladores, variáveis controladas, manipuladas e setpoints utilizados na implementação da configuração de controle do sistema extrativo.

Controlador	Variável		
	Controlada	Manipulada	Setpoint
COL1_AzeoFC	Fluxo mássico da mistura	Posição da válvula	5524,09 kg/h
COL1_EntFC	Fluxo mássico do solvente	Posição da válvula	4186,10 kg/h
COL1_RefFC	Nível do vaso de refluxo	Fluxo mássico	2311,36 kg/h
COL1_DrumLC	Nível do vaso de refluxo	Posição da válvula	1,21 m
COL1_SumpLC	Nível da base da coluna	Posição da válvula	1,19 m
COL1_CondPC	Pressão no topo da coluna	Fluxo de fluido	1 bar
COL1_RebTC	Temp. do 19º estágio	Fluxo de fluido	367,51 K
COL2_RefFC	Nível do vaso de refluxo	Fluxo mássico	544,91 kg/h
COL2_DrumLC	Nível do vaso de refluxo	Posição da válvula	0,69 m
COL2_SumpLC	Nível da base da coluna	Posição da válvula	1,05 m
COL2_CondPC	Pressão no topo da coluna	Fluxo de fluido	0,69 m
COL2_RebTC	Temp. do 4º estágio	Fluxo de fluido	365,39 K
MIXER1_LC	Nível tanque de mistura	Posição da válvula	1,25 m
MIXER2_LC	Nível tanque de mistura	Posição da válvula	1,25 m
EXCH1_TC	Temperatura do reciclo	Fluxo de fluido	353,15 K

A Tabela 4 apresenta os valores relacionados aos parâmetros de sintonia (ganho e tempo de integração), a ação adotada e o tipo para os controladores implementados ao fluxograma de



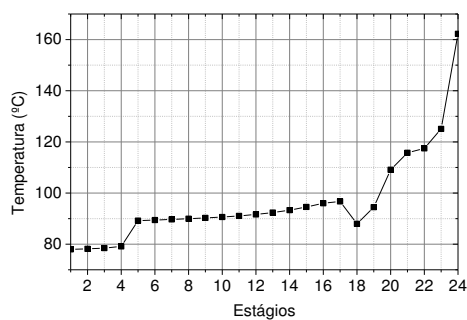
processo escolhido como estudo de caso. Os parâmetros dos controladores foram determinados pela ferramenta *tune*, disponibilizada pelo próprio *Aspen Dynamics*<sup>®</sup>.

Tabela 4 – Especificações utilizadas para a sintonia dos controladores presentes no fluxograma desenvolvido para representar o processo de destilação extrativa.

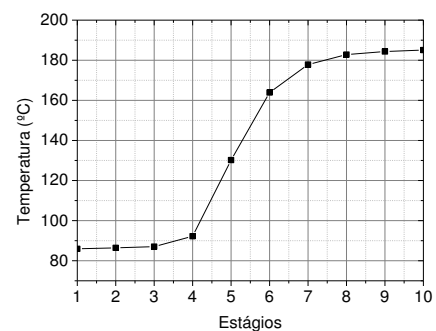
Controlador	Tipo	Ação	Parâmetros	
			$Kc$	$\tau$ (min)
COL1_AzeoFC	PI	Reversa	0,5	0,3
COL1_EntFC	PI	Reversa	0,5	0,3
COL1_RefFC	PI	Direta	0,5	0,3
COL1_DrumLC	PI	Direta	317,39	2,64
COL1_SumpLC	PI	Direta	268,68	2,64
COL1_CondPC	PI	Direta	33,60	2,64
COL1_RebTC	PI	Reversa	51,16	2,64
COL2_RefFC	PI	Direta	0,5	0,3
COL2_DrumLC	PI	Direta	1073,63	2,64
COL2_SumpLC	PI	Direta	1863,51	2,64
COL2_CondPC	PI	Direta	25,99	11,88
COL2_RebTC	PI	Reversa	311,69	3,96
MIXER1_LC	PI	Reversa	120,41	2,64
MIXER2_LC	PI	Direta	749,69	2,64
EXCH1_TC	PI	Direta	111,4	2,64

A localização do ponto de controle para a temperatura foi baseada no critério de inclinação descrito por Luyben (2006). Esse método sugere a escolha do estágio que apresente bruscas mudanças na temperatura estágio a estágio. Baseado no perfil de temperatura do estado estacionário, ilustrado pela Figura 4, selecionou-se o 19º estágio como ponto de controle para a coluna extrativa e o 4º e para a coluna de recuperação. Deve-se lembrar que no *Aspen Plus*<sup>®</sup> os estágios são contados de cima para baixo.

Figura 4 – Perfil de temperatura para a as colunas: (a) extrativa; (b) de recuperação.



(a)



(b)

### 3.3 Modelo vazio e frio

Após a implementação dos controladores, realizou-se o esvaziamento da unidade em estudo. O procedimento de esvaziamento preenche os equipamentos com um gás inerte a temperatura de 273,15 K e pressão de 1 bar, sendo essa condição denominada pela doutrina como condição vazia e fria. Para o desenvolvimento do modelo de destilação multicomponente vazio e frio utilizou-se a mesma metodologia apresentada por Vasconcelos et al. (2015), a qual é descrita de forma mais detalhada a seguir.

Inicialmente, todos os controladores foram colocados no modo manual, ajustando seus respectivos sinais de saída em seus valores mínimos de operação, isto é, em valores iguais a zero ou muito próximos de zero. De forma análoga, modificou-se os valores das posições das válvulas de purga para valores iguais a zero, simbolizando o fechamento das mesmas.

Em seguida, executou-se o *script Empty*, disponibilizado pelo próprio *Aspen Dynamics*<sup>®</sup>, para cada uma das colunas implementadas. Este *script* consiste em reinicializar os valores iniciais para as variáveis de processo de um determinado modelo de equipamento, neste caso em particular, para a coluna extrativa e para a coluna de recuperação, apresentando um modelo de equipamento no estado vazio e frio.

Na realidade o equipamento não esvazia como a definição da palavra sugere, sendo na verdade preenchido completamente com um gás inerte a temperatura de 293,15 K e pressão de 1 bar, o que corresponde ao seu estado inicial. Neste trabalho, o gás utilizado para realizar o esvaziamento do sistema foi o nitrogênio, o qual foi especificado junto com os outros componentes da simulação no modelo em regime estacionário no *Aspen Plus*<sup>®</sup>.

Por último, executou-se a simulação no modo *Initialization*. Esse modo consiste em especificar as condições iniciais para a execução subsequente dinâmica. Como inicialmente os controladores foram ajustados em seus valores mínimos, ao executar esse modo, todos os fluxos são automaticamente ajustados em zero.

As Figuras 5 e 6 ilustram os ajustes realizados para as malhas de controle e o resultado final do procedimento de esvaziamento para a configuração de controle implementada para ambas as colunas, extrativa e de recuperação.

Figura 5 – Ajuste realizado para a coluna extrativa: (a) solvente; (b) mistura azeotrópica; (c) refluxo; (d) vaso de refluxo; (e) fundo da coluna; (f) condensador; (g) temperatura.

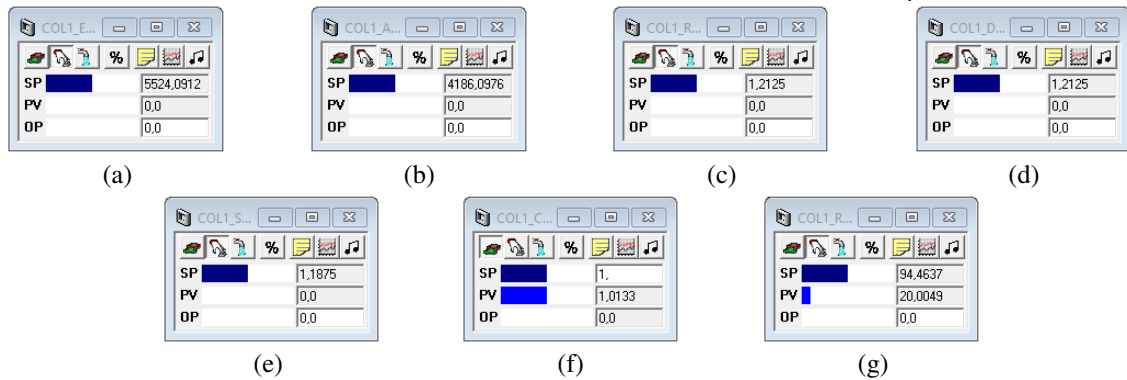
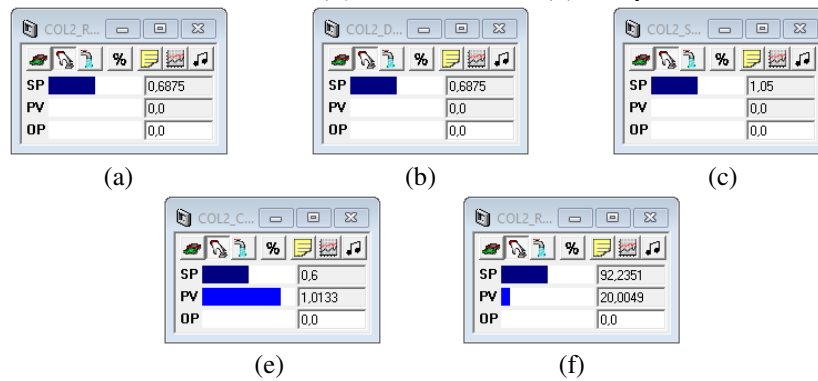


Figura 6 – Ajuste realizado para a coluna de recuperação: (a) refluxo; (b) vaso de refluxo; (c) fundo da coluna; (d) condensador; (e) temperatura.



As Tabelas 5 e 6 apresentam uma comparação entre os valores obtidos para a simulação em regime transiente e o modelo após a realização do procedimento de esvaziamento. As Tabelas ilustram os valores obtidos para as principais variáveis envolvidas no processo, como temperatura, pressão, nível e composição de nitrogênio na fase vapor, para determinados estágios das colunas de destilação em ambos regimes.

Tabela 5 – Comparação entre os resultados obtidos para o modelo de coluna vazia e fria da coluna extrativa com seus resultados em regime estacionário.

Estágios	Modelo em regime estacionário				Modelo de coluna vazia e fria			
	T (K)	P (bar)	N (m)	Y <sub>N2</sub>	T (K)	P (bar)	N (m)	Y <sub>N2</sub>
1	351,123	1,0	1,2125	0	293,155	1,013	0	1,0
12	364,780	1,956	0,0654	0	293,155	1,013	0	1,0
24	435,395	1,2	1,1875	0	293,155	1,013	0	1,0

Tabela 6 – Comparação entre os resultados obtidos para o modelo de coluna vazia e fria da coluna de recuperação com seus resultados em regime estacionário.

Estágios	Modelo em regime estacionário				Modelo de coluna vazia e fria			
	T (K)	P (bar)	N (m)	Y <sub>N2</sub>	T (K)	P (bar)	N (m)	Y <sub>N2</sub>
1	359,102	0,6	0,6875	0	293,155	1,013	0	1,0
5	403,338	0,644	0,0548	0	293,155	1,013	0	1,0
10	458,205	0,7	1,05	0	293,155	1,013	0	1,0

### 3.4 Conclusões

A busca por estratégias ótimas de partida para processos de destilação em escala industrial não é uma tarefa tão simples, uma vez que a realização de determinados experimentos em sua grande maioria promove situações imprevisíveis ou ainda desconhecidas, tornando a sua prática experimental inviável em termos econômicos, além de perigosa. Como solução pode-se mencionar o desenvolvimento de modelos rigorosos, através da simulação computacional, capazes de reproduzir os cenários de partida. Essa prática além de consolidada constitui uma técnica de baixo custo industrial.

O procedimento de esvaziamento realizado para o sistema de destilação em estudo apresentou dados satisfatórios para a representação do modelo no estado vazio e frio, pois foi possível a remoção de todos os componentes presentes no sistema de destilação, com exceção do nitrogênio. Portanto, pode-se concluir que o objetivo principal desta seção foi alcançado com sucesso.

## Capítulo 4

---

# Efeito do tempo de inicialização da purga sobre a etapa de partida

## **Capítulo 4 – Efeito do tempo de inicialização da purga sobre a etapa de partida de um sistema extrativo**

Segundo Kister (1990), após o desligamento da coluna, muitas operações são executadas para prepará-la para a inicialização. Essas práticas são referenciadas pela literatura como práticas de pré-inicialização ou de comissionamento e seu principal objetivo é corrigir possíveis problemas, além de eliminar da coluna materiais indesejados.

Ainda segundo o autor, um ponto que merece devida atenção são as situações em que uma coluna é utilizada para separar materiais combustíveis ou perigosos. Normalmente, nestas situações, utilizam-se um gás inerte para remover o ar presente no equipamento antes de dar início a partida do equipamento. Esta prática é denominada purga e o gás inerte mais comumente utilizado para sua realização é o nitrogênio.

Esta operação é responsável por prevenir a contaminação dos produtos e a formação de misturas combustíveis com o ar. A purga, quando não realizada de forma adequada, pode promover inúmeros problemas como a elevação demasiada da pressão do sistema, o aumento considerado na temperatura de vaporização e até mesmo a diminuição abrupta da temperatura do equipamento (Kister, 1990).

De acordo com a literatura técnica consultada, poucos trabalhos consideram a prática da purga durante a inicialização de uma coluna de destilação (Fabro et al., 2005; Weng et al., 2014; Zhao et al., 2014; Vasconcelos et al., 2015). Apesar desses estudos levarem em consideração a etapa de purga, nenhum deles justifica o momento em que o mesmo se inicia ou termina. Além disso, nenhum trabalho determina o tempo ótimo de execução da purga e seu impacto na determinação do procedimento ótimo de partida.

Diante disto, este capítulo teve como objetivo analisar a relação entre o tempo de realização da etapa de purga e seus efeitos durante a partida de um sistema de destilação extrativa, contribuindo sobretudo, para uma abordagem dinâmica mais realista. Este estudo é a primeira contribuição para a análise da etapa de purga com o objetivo de avaliar o tempo e a quantidade fluido de aquecimento empreendidos na realização do processo de partida de equipamentos de separação.

#### 4.1 Procedimentos de partida (*Start-up*)

O procedimento de inicialização desenvolvido neste trabalho de tese foi baseado em vários estudos publicados na literatura (Kister, 1990; Fabro et al., 2005; Zhao et al., 2014; Vasconcelos et al., 2014.a, 2014.b, 2015). Este procedimento é fundamentado em uma estratégia de partida convencional e foi subdividido em uma série de etapas para melhor compreensão técnica. As etapas a seguir representam o procedimento de inicialização para a coluna extrativa.

**Etapa 1:** Como primeiro passo, o controlador de pressão tem seu modo manual alterado para o modo automático. Esta etapa visa evitar o desvio abrupto de pressão na coluna ao longo de toda a inicialização do equipamento.

**Etapa 2:** Até que este passo comece, a coluna ainda é considerada vazia e fria. Neste ponto, as vazões de alimentação da coluna extrativa são inicializadas simultaneamente para as misturas azeotrópica e de solvente. O fluxo mássico aumenta gradualmente de zero até o seu valor nominal no tempo de 2 horas. Conforme a alimentação é introduzida na coluna, todos os estágios abaixo dos pratos de alimentação e o refeedor começam a ser preenchidos.

**Etapa 3:** O próximo passo é o aquecimento da coluna. Inicialmente, este passo foi projetado para ser inicializado após o nível de líquido na base da coluna atingir o valor pré-determinado de 0,2 m, representando o nível mínimo de segurança necessário para iniciar a etapa de aquecimento, evitando o esvaziamento e/ou transbordamento da base da coluna. O fluxo mássico do fluido de aquecimento aumenta gradualmente de zero para o seu valor nominal. À medida que o líquido na base da coluna fica mais quente, o vapor da mistura aumenta. Este vapor percorre toda a coluna até atingir o topo da coluna. No condensador, o vapor é condensado e retorna como vazão de refluxo (passo 5).

**Etapa 4:** A válvula de purga, localizada na parte superior do vaso de refluxo, precisa estar completamente aberta em algum momento durante a inicialização do sistema. Para determinar o efeito do tempo de purga, a válvula de purga é aberta para diferentes tempos de inicialização. Neste momento, o nitrogênio, que é usado como gás inerte para pressurizar a coluna, começa a ser expelido do sistema; depois disso, apenas etanol, água e etilenoglicol permanecem dentro da coluna. Portanto, após a remoção completa do nitrogênio, a válvula de

purga deve permanecer completamente fechada, evitando a perda do produto através da corrente de purga.

**Etapa 5:** O principal objetivo desta etapa é a inicialização do refluxo da coluna. Este passo só começa depois que o vaso de refluxo atinge um nível de líquido pré-estabelecido de 0,2 m, como o passo de aquecimento da coluna (etapa 3). Este valor representa o nível mínimo necessário para iniciar a vazão de refluxo, garantindo o não esvaziamento e/ou não transbordamento do vaso de refluxo e da base da coluna ao longo da simulação dinâmica. Neste ponto, a posição da válvula de refluxo tem seu ponto de ajuste alterado para seu valor nominal.

**Etapa 6:** Esta etapa representa o início da produção de etanol anidro no topo da coluna extrativa. Esta corrente de produto deverá apresentar uma composição mássica mínima de 99,9% de etanol. A retirada do produto principal só começa depois que a composição do etanol é alcançada, sendo esta especificação determinada para evitar a formação de produtos fora da especificação. Depois que a especificação do produto no vaso de refluxo é alcançada, o controlador de nível do tambor de refluxo tem seu modo manual alterado para o automático e seu *setpoint* fixado em seu valor estacionário, 1,21 m, conforme ilustrado na Tabela 3.

**Etapa 7:** Analogamente à etapa anterior, essa fase representa a retirada do produto de base da coluna extrativa e o início da operação de inicialização para a coluna de recuperação. A retirada da mistura residual começa após a composição do etanol na corrente de base atingir uma composição mássica menor que 0,01%. Neste ponto, o controlador de nível da base da coluna tem seu modo manual alterado para automático e seu *setpoint* alterado para seu valor estacionário, 1,19 m, conforme pode ser observado na Tabela 3.

**Etapa 8:** Na última etapa, os controladores que ainda se encontram no modo manual têm os respectivos modos alterados para o automático e seus *setpoints* alterados para valores nominais de operação em regime estacionário.

Vale salientar que a demarcação entre todas as etapas é meramente arbitrária, podendo ocorrer a coexistência de duas ou mais etapas de forma simultânea. A estrutura utilizada para desenvolver a etapa de inicialização da coluna de recuperação é baseada na sequência explicada anteriormente para a coluna extrativa, exceto pelo fato de que a alimentação da coluna de recuperação é uma variável dependente do nível da base da coluna extrativa e pelo motivo da válvula de purga apresentar um tempo fixo para abrir em todos os cenários.



Para implantação desta sequência de ações no modelo computacional, foram criados *multi-tasks* no *Aspen Dynamics*<sup>®</sup>. O *task* é definido como um conjunto de instruções executáveis durante a simulação dinâmica. Esse conjunto de instruções foi construído através de linguagem de programação própria do *Aspen Dynamics*<sup>®</sup>. Os *tasks* desenvolvidos neste trabalho, para ambas as colunas, encontram-se descritos no Apêndice A.

## 4.2 Resultado das simulações

Com a finalidade de avaliar o efeito da purga durante a etapa de partida de uma coluna de destilação extrativa, variou-se o momento de abertura da válvula de purga em 10 cenários diferentes. O incremento de tempo determinado teve como finalidade englobar, do ponto de vista operacional, todas as situações possíveis de inicialização da purga durante a partida de uma coluna de destilação. Para os primeiros cinco cenários (#1, #2, #3, #4 e #5), adotou-se o passo de 0,1 horas por se tratar de operação somente de preenchimento do equipamento. Já para os cinco últimos casos (#6, #7, #8, #9 e #10), adotou-se o incremento de 0,05 horas devido a dinâmica mais rápida das principais variáveis envolvidas no processo. Essa dinâmica “mais rápida” é resultado da execução simultânea de múltiplas tarefas, como a sobreposição das etapas de alimentação, aquecimento, purga e refluxo.

No entanto, observou-se que em alguns casos os resultados foram praticamente os mesmos. Para tornar este trabalho de tese mais didático, optou-se por discutir apenas os resultados mais relevantes, conforme mostra a Tabela 7: caso #1, purga realizada simultaneamente ao início da alimentação; caso #2, purga realizada durante a alimentação; caso #6, purga realizada simultaneamente ao início da etapa de aquecimento, caso #9, purga realizada durante a etapa de aquecimento. Apesar do caso #10 representar mero desdobramento da etapa de purga sendo realizada ao longo do aquecimento da coluna, optou-se por apresentá-lo, pois, o mesmo manifestou comportamento divergente dos outros casos.

Como explicado no tópico anterior, este capítulo avaliou apenas o efeito do tempo de inicialização da purga para a coluna extrativa, mantendo o momento de abertura da purga referente a coluna de recuperação (destilação convencional) num tempo constante para todos os cenários. Para todos os casos implementados, a etapa de purga para a coluna de recuperação foi inicializada ao mesmo tempo que a sua alimentação.

Tabela 7 – Cenários implementados para avaliação do efeito da purga durante a partida do sistema de destilação extrativa utilizado na produção do etanol anidro.

Caso (#)	Abertura da válvula de purga (h)	Cenários (Coluna Extrativa)
1	0,10	Inicialização da purga no início da alimentação do equipamento;
2	0,20	Inicialização da purga durante a alimentação gradativa;
6	0,55	Inicialização da purga no início da etapa de aquecimento do equipamento;
9	0,70	Inicialização da purga durante o aquecimento gradativo;
10	0,75	

Para proporcionar uma maior objetividade ao trabalho, optou-se por apresentar graficamente, apenas o comportamento dinâmico dos dois cenários com maior divergência entre os valores das principais variáveis envolvidas no processo de inicialização. Os processos ilustrados neste capítulo foram representados pelo cenário #2, o qual teve a purga inicializada logo após a alimentação da coluna extrativa, e o cenário #10, o qual apresentou abertura da purga durante a etapa de aquecimento. Os gráficos dos demais casos estudados encontram-se ilustrados no Apêndice A.

A análise do comportamento dinâmico é uma ferramenta indispensável quanto ao desenvolvimento de políticas ótimas de partida de uma coluna de destilação, pois sua compreensão permite a caracterização do processo, simplificação e resolução de problemas relacionados a operacionalidade, controle e design (Ruiz et al., 1988).

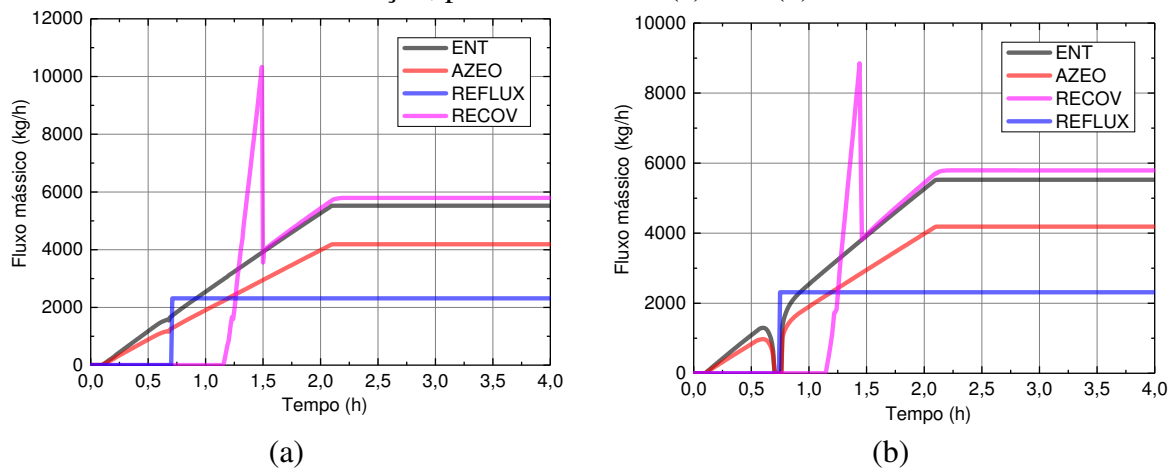
A Figura 7 representa o comportamento dinâmico da vazão de alimentação para o sistema sob investigação. Através desta figura observa-se que, tanto a alimentação da mistura azeotrópica quanto a de solvente foram inicializadas simultaneamente no tempo computacional de 0,10 h. Conforme pode-se observar, a vazão de alimentação aumenta de zero até o seu valor nominal de forma contínua através de um *ramp* com tempo de duração total de 2 horas.

Comparando os cenários apresentados na Figura 7, verifica-se que a taxa de alimentação para a coluna extrativa sofre uma queda, no tempo aproximado de 0,65 h. Esta variação se apresenta de forma sutil no cenário #2 (Figura 7.a) e aumenta gradativamente até a inviabilização da alimentação da coluna extrativa (Figura 7.b). Este fenômeno está intimamente

relacionado com o aumento da pressão interna do sistema e será detalhado em um momento mais oportuno deste capítulo.

Pode-se ainda constatar, através da Figura 7, o momento em que o produto de fundo, proveniente da coluna extrativa começa a ser introduzido na coluna de recuperação, dando início a operação de partida para a segunda coluna.

Figura 7 – Comportamento dinâmico para os fluxos mássicos que integram o processo de destilação, para os cenários: (a) #2 e (b) #10.



A Tabela 8 apresenta uma comparação entre os tempos de inicialização das vazões de alimentação e de refluxo que compõe o sistema extrativo para os cinco principais casos implementados. Com exceção ao último cenário (#10), percebe-se que o tempo de inicialização para a segunda coluna diminui à medida que o início da operação de purga é retardado.

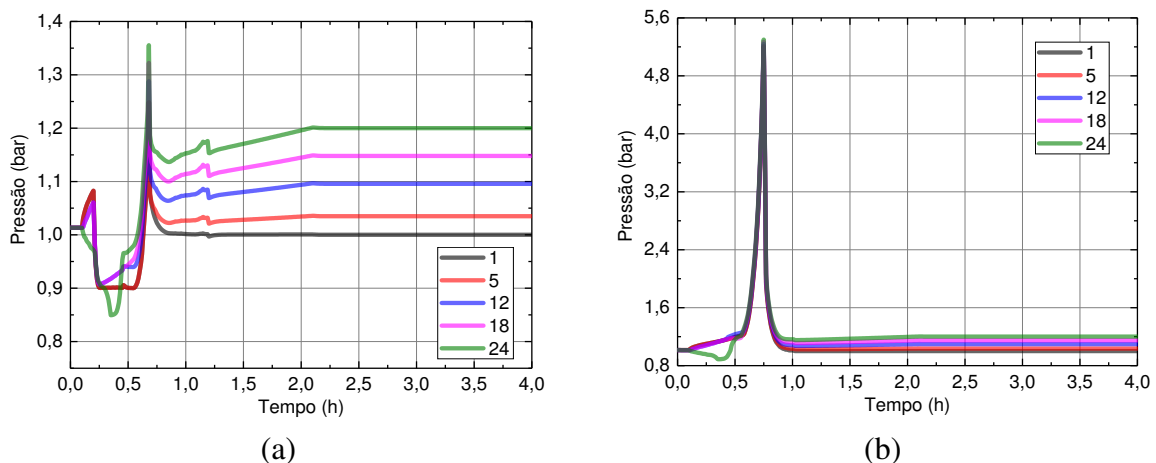
Tabela 8 – Comparação entre os tempos de inicialização das correntes de alimentação e de refluxo, para os cenários implementados com diferentes tempos de inicialização de purga.

	Cenário (#)	Solvente (ENT)	Etanol-água (AZEO)	Refluxo (C1_REF)	Col. Recuperação (RECOV)
Tempo inicial (h)	#1	0,10	0,10	0,71	1,16
	#2	0,10	0,10	0,71	1,16
	#6	0,10	0,10	0,71	1,14
	#9	0,10	0,10	0,71	1,11
	#10	0,10	0,10	0,75	1,14

O último cenário diverge do padrão observado nos outros casos devido a interrupção momentânea na alimentação do sistema extrativo, que acaba repercutindo no tempo de inicialização do refluxo da coluna e das outras fases subsequentes.

A Figura 8 representa o comportamento dinâmico da pressão de determinados estágios da coluna extrativa ao longo da etapa de partida. Ao analisar as Figuras 7 e 8 em conjunto, verifica-se que o comportamento dinâmico da alimentação é fortemente influenciado pelo comportamento dinâmico da pressão do equipamento. Isto é, à medida que a coluna é aquecida, a fração de vapor contida no equipamento aumenta, elevando, conseqüentemente, a pressão do sistema. Por sua vez, quando a pressão referente ao estágio de alimentação excede a pressão da corrente que o alimenta, impossibilita, momentaneamente, o abastecimento do equipamento.

Figura 8 – Comportamento dinâmico para a pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para os cenários: (a):#2 e (b) #10.



Ao iniciar a introdução de matéria prima na coluna extrativa ( $t = 0,10 h$ ), percebe-se um deslocamento ascendente no perfil de pressão dos estágios localizados na região de retificação, enquanto que os estágios localizados na região de esgotamento sofrem uma redução em seus valores, conforme pode ser observado na Figura 8. Observa-se ainda, para o cenário #2, que a abertura da válvula de purga promove uma queda na pressão dos estágios localizados tanto para a zona de retificação quanto para a de esgotamento.

Como pode ser observado na Figura 8, esta queda de pressão é seguida por um aumento na mesma, sendo justificado pelo início da etapa de aquecimento ( $t = 0,55 h$ ). Este aumento se

mantém constante até o instante em que o nitrogênio presente no sistema extrativo começa a ser eliminado, isto é, momento em que a pressão do sistema extrativo decresce até valores próximos aos de operação.

Portanto, pode-se inferir que, no tempo 0,67 h, o sistema extrativo adquire as condições mínimas de pressão e temperatura necessárias para eliminar o nitrogênio, conforme pode-se observar na Figura 8.a. Essa mesma condição é alcançada para o último cenário (Figura 8.b), porém a abertura tardia da válvula de purga inviabiliza a suavização da pressão interna do equipamento, elevando ainda mais a pressão do sistema extrativo para este cenário.

A Tabela 9 apresenta uma comparação entre os valores máximos de pressão obtidos para os principais cenários implementados na avaliação do efeito do tempo de inicialização da purga sobre a etapa de partida. Ao comparar os resultados obtidos, verifica-se que as maiores diferenças entre os valores de pressão e seus valores estacionários ocorreram para os últimos cenários (cenário #9 e #10), os quais apresentaram maior tempo de espera para inicialização da etapa de purga. Para estes cenários, constatou-se valores máximos de pressão de até 3,0 bar e 5,3 bar, respectivamente, os quais são considerados excessivamente altos comparados com os valores estacionários de operação.

Tabela 9 – Comparação entre os valores de pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para os cenários implementados com diferentes tempos de inicialização de purga.

Cenário (#)		Pressão (bar)				
		1	5	12	18	24
	<b>Setpoint</b>	<b>1,00</b>	<b>1,0348</b>	<b>1,0957</b>	<b>1,1478</b>	<b>1,20</b>
1	Máximo	1,257	1,257	1,296	1,331	1,363
2	Máximo	1,257	1,257	1,296	1,331	1,363
6	Máximo	1,254	1,254	1,294	1,328	1,361
9	Máximo	2,909	2,909	2,947	2,979	3,009
10	Máximo	5,207	5,207	5,241	5,271	5,300

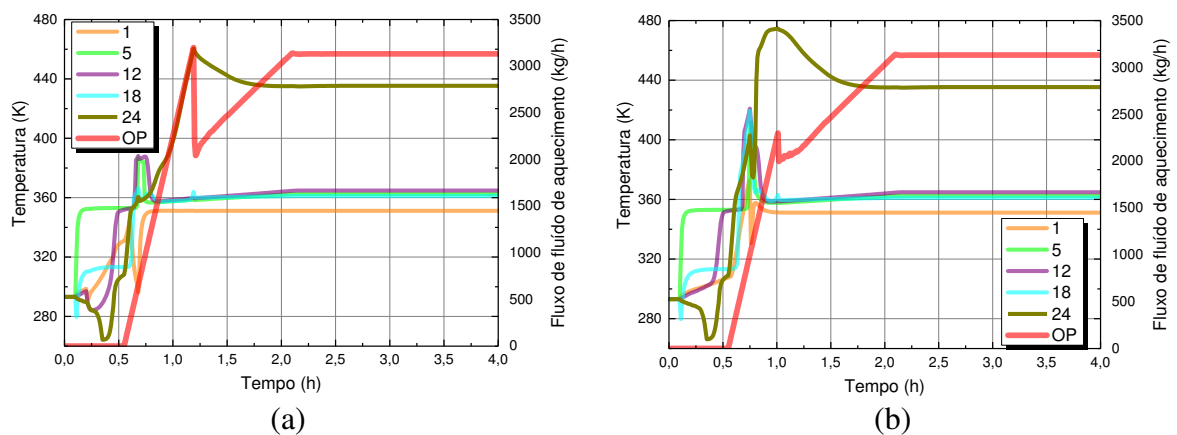
Com exceção dos últimos dois cenários, observa-se que o comportamento dinâmico dos perfis de pressão, para os outros casos, são bem próximo uns dos outros, e que seus resultados se encontram dentro dos limites de aceitabilidade para operações deste porte.

A Figura 9 evidencia o comportamento dinâmico da temperatura de determinados estágios da coluna extrativa e da taxa de fluido de aquecimento empreendido na partida. Para

os casos implementados, a etapa de aquecimento, foi inicializada no tempo computacional de 0,55 h. Analogamente a etapa de alimentação, a taxa de fluido de aquecimento que alimenta o refulvador aumenta de zero até superar em pelo menos 1 K a temperatura em regime estacionário do 19º estágio, considerado o mais sensível. O controlador de temperatura tem o seu modo manual alterado para o automático no momento em que a temperatura do estágio mais sensível excede o seu valor estacionário, sinalizando o final da etapa manual de aquecimento.

Através da Figura 9, verifica-se um declínio na temperatura do sistema logo após o início da etapa de alimentação ( $t = 0,10$  h). Comparando os estágios da coluna, observa-se que essa queda na temperatura é ainda mais acentuada para a região abaixo do estágio de alimentação de mistura azeotrópica etanol-água.

Figura 9 – Comportamento dinâmico para a temperatura de determinados estágios da coluna extrativa, para os cenários: (a) #2 e (b) #10.



De acordo com Kister (1990), quando se tem uma coluna de destilação pressurizada com um algum tipo de gás inerte, deve-se ter o máximo de cuidado ao alimentar o sistema com algum tipo de carga líquida, realizando esta tarefa sempre muito lentamente. O autor explica que ao introduzir um líquido em uma coluna pressurizada com algum tipo de gás inerte, a alimentação sofre uma vaporização instantânea devido a pressão excessivamente baixa.

Como consequência observa-se uma queda de temperatura nos estágios da coluna até que a fração de líquido evaporado se torne significativa na fração total do vapor. A forma como a alimentação da coluna é realizada pode promover estresses térmicos ao sistema, promovendo

a redução da vida útil da coluna e a exaustão do metal que o compõe. Esse exposto é fundamento válido não só para o comportamento inicial da temperatura nos estágios da coluna extrativa (Figura 9), como também justifica a queda de pressão relatada anteriormente (Figura 8).

Após a alimentação líquida atingir o equilíbrio com o vapor em condensação, verifica-se o estabelecimento na temperatura dos estágios bem próximo a temperatura da alimentação, isto é, em torno de 353,15 K para os estágios localizados na seção de retificação e de 313,15 K para os estágios na seção de esgotamento, como pode ser observado na Figura 9. Com o início do aquecimento ( $t = 0,55 h$ ), o perfil de temperatura apresenta um aumento em seus valores até o momento em que o refluxo da coluna extrativa é iniciado ( $t = 0,71 h$ ), instante em que o perfil de temperatura exhibe um decaimento, com exceção do refeedor (último estágio).

As Tabelas 10 e 11 apresentam uma comparação entre os resultados obtidos para a quantidade de fluido de aquecimento consumida pelo sistema extrativo durante a etapa de partida dos principais cenários implementados neste capítulo. Estes dados foram extraídos das Figuras 9 e A.3 para melhor compreensão dos efeitos do tempo de inicialização da purga sobre a operação de partida.

Utilizou-se como valor de referência os resultados obtidos para a quantidade de fluido de aquecimento referente ao cenário #1, por ser considerado o cenário mais simples de ser implementado na prática.

Tabela 10 – Dados obtidos para as quantidades de fluido de aquecimento utilizadas na etapa de partida, para os cenários implementados na avaliação dos efeitos da etapa de purga.

Cenários	Quantidade de fluido de aquecimento (kg)		
	Coluna Extrativa	Coluna de Recuperação	Total
1	6253,039	1473,033	7726,072
2	6252,668	1464,948	7717,616
6	6242,649	1460,518	7703,167
9	6192,086	1419,634	7611,720
10	6124,817	1418,444	7543,261

Para efeito de cálculo, o último cenário (#10) não foi considerado pois o aumento excessivo da pressão (Figura 8.b) e da temperatura (Figura 9.b) acaba proporcionando um retardo na fase de alimentação (Figura 7.b) e nas fases subsequentes, como é o caso da etapa de

refluxo, programado para iniciar no tempo 0,71h, sendo efetivamente iniciado apenas no tempo 0,79 h, o que torna o procedimento adotado para este cenário diferente dos anteriores.

Tabela 11 – Comparação entre as quantidades de fluido de aquecimento utilizadas na etapa de partida, para os cenários implementados na avaliação dos efeitos da etapa de purga.

<i>Cenários</i>	Desvio (%)		
	Coluna Extrativa	Coluna de Recuperação	Total
1	0	0	0
2	0,006	0,129	0,109
6	0,166	0,200	0,296
9	0,975	0,854	1,480
10	2,051	0,873	2,366

Ao analisar detalhadamente, observa-se que as Tabelas 10 e 11 simbolizam o custo operacional empregado para cada um dos refeedores implementados. Para a coluna extrativa, observa-se que, o aumento no tempo de espera para abertura da válvula de purga proporciona uma redução na quantidade de utilidade de aquecimento consumida na etapa de partida. Para o cenário #1 foram necessários 6253,04 kg de fluido de aquecimento, sendo considerado o maior valor dentre todos os casos, enquanto que o cenário #9 apresentou apenas 6192,08 kg. Ao comparar o cenário #9 com o #1, observa-se uma diminuição da quantidade de fluido de aquecimento de 0,975%.

Para a coluna de recuperação o padrão observado é análogo ao explanado anteriormente. Ou seja, com o aumento no retardo da inicialização da purga verifica-se uma diminuição da quantidade de fluido de aquecimento consumido durante a etapa de partida. Analisando individualmente caso a caso, observa-se que o cenário #9 apresentou o menor consumo de fluido de aquecimento. Em comparação com o cenário #1, verifica-se uma diminuição no consumo de 0,854%.

Avaliando o sistema como um todo, isto é, de forma global, verifica-se que o aumento na espera da inicialização da etapa de purga promove uma diminuição na quantidade de fluido de aquecimento consumido para o sistema extrativo durante a etapa de partida.

Apesar de apresentar os menores valores para o consumo energético, o cenário #10 foi desconsiderado para efeito de cálculo devido as suas condições de operação, pois considera-se que um equipamento como este é construído para suportar no máximo até cinco vezes a sua



pressão nominal de operação. Por não satisfazer essa restrição de segurança, considera-se o último cenário (Figura 8.b) impraticável do ponto de vista operacional.

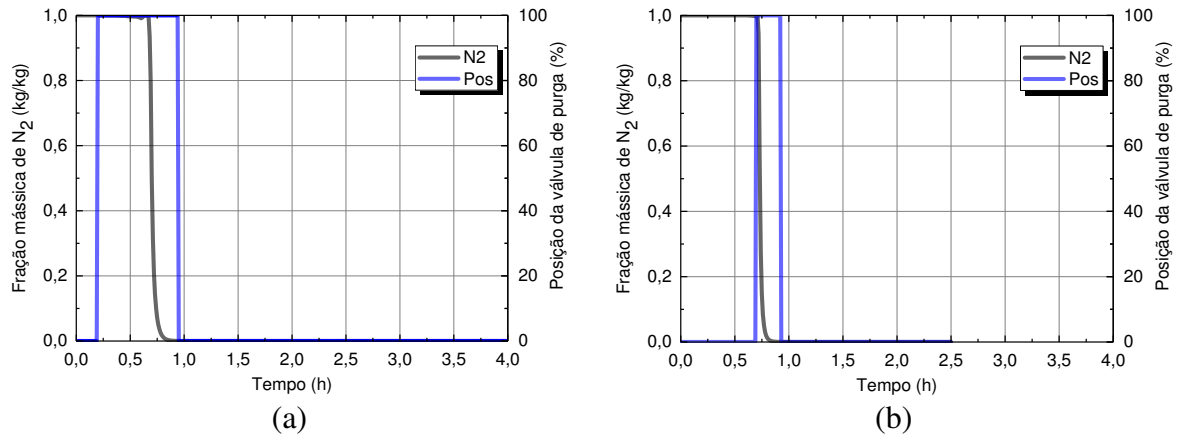
Apesar do penúltimo cenário (#9) apresentar valores de pressão dentro dos limites permitidos, como pode ser observado na Tabela 9, deve-se enfatizar que operar o equipamento acima dos valores nominais de operação pode acarretar inúmeros problemas, inclusive a diminuição de sua vida útil, sendo recomendado apenas em casos onde se prevalecerem nitidamente vantagens do ponto de vista econômico e de operação sem abrir mão das restrições de segurança. Isto é, apesar do cenário #9 apresentar máximos de pressões ( $P = 3 \text{ bar}$ ) dentro dos limites aceitáveis, este cenário não se apresenta como uma boa escolha, tendo em vista que a redução no consumo de utilidades é muito pequena (1,82 %) em relação ao estresse físico que o equipamento será submetido e os riscos iminentes ao operá-lo muito próximo ao seu limite.

Com exceção a estes dois últimos casos (#9 e #10), considera-se praticável todos os outros cenários, uma vez que o estudo de caso faz referência a um processo não reativo. De forma geral, a literatura consultada recomenda a inicialização da purga após o aquecimento. No entanto, de acordo com os resultados obtidos neste trabalho, recomenda-se a implementação no caso concreto de qualquer um dos cenários que antecedem a etapa de aquecimento (caso #1, caso #2) ou no momento em que o aquecimento é iniciado (caso #6).

O motivo principal de não aconselhar a realização da purga durante/após o aquecimento é devido a dinâmica rápida da coluna, podendo algumas frações de minutos comprometer todo o sistema. Além disso, com exceção dos processos em batelada, a operação de partida e de desligamento dos equipamentos, são situações atípicas, uma vez que o propósito é produzir continuamente. Por fim, salienta-se que o caso sob investigação é um processo não reativo, inexistindo taxa de conversão.

A Figura 10 ilustra o comportamento dinâmico para a composição de nitrogênio no topo da coluna e para a posição da válvula de purga. Ao associar as Figuras 7, 8 e 9, percebe-se que o nitrogênio só começa a ser eliminado do sistema após adquirir condições suficientes de temperatura e pressão, tornando os efeitos da abertura antecipada da purga, quanto a sua eliminação, insignificantes. Em outras palavras, a abertura antecipada da válvula de purga não implica na eliminação instantânea do nitrogênio presente no equipamento nem muito menos em redução do tempo empreendido na etapa de partida.

Figura 10 – Comportamento dinâmico da composição mássica do N<sub>2</sub> no topo da coluna extrativa e da posição da válvula de purga, para os cenários: (a) #2 e (b) #10.



De acordo com Yasouka et al. (1982) apud Reepmeyer et al. (2004), a transição entre o final do procedimento de partida e o início do regime estacionário é estabelecido quando as composições dos produtos satisfazem a condição descrita pela Equação 1.

$$MX = \sum_{j=1}^n (x_{i,dyn} - x_{i,st}) > 0,001 \quad (1)$$

Onde, a variável  $x_{(i,dyn)}$  representa a fração mássica do componente  $i$  na corrente de produto e  $x_{(i,st)}$  representa a fração mássica do componente  $i$  na corrente de produto em regime estacionário. Caso a função permaneça abaixo da especificação estipulada de forma definitiva pode-se afirmar que o estado estacionário foi alcançado.

As Tabelas 12 e 13 apresentam os tempos empreendidos na etapa de partida dos principais cenários implementados com diferentes tempos de inicialização da etapa de purga. Os resultados obtidos nesta tabela foram originados a partir da equação (1), representando os tempos necessários para se estabelecer o estado estacionário e, conseqüentemente, o final da operação de partida para as simulações desenvolvidas.

Tabela 12 – Determinação do tempo empregado na operação de partida, para os principais casos implementados na avaliação dos efeitos da etapa de purga.

Caso (#)	Tempo (h)			
	Coluna Extrativa		Coluna de Recuperação	
	Topo	Base	Topo	Base
1	0,80	1,89	2,12	1,57
2	0,80	1,89	2,12	1,57
6	0,80	1,88	2,15	1,54
9	0,81	1,86	2,81	1,34
10	1,17	1,89	2,60	1,39

Tabela 13 – Comparação entre tempo empregado na operação de partida, para os principais cenários implementados na avaliação dos efeitos da etapa de purga.

Caso (#)	Desvio (%)			
	Coluna Extrativa		Coluna de Recuperação	
	Topo	Base	Topo	Base
1	0	0	0	0
2	0	0	0	0
6	0	0,53	2,15	1,42
9	0,81	1,59	2,81	32,55
10	1,17	29,6	2,60	22,64

Como pode ser observado nas Tabelas 12 e 13, o atraso na inicialização da etapa de purga favorece, de forma muito sutil, o tempo empreendido para se atingir as condições nominais de operação no fundo da coluna extrativa. Ao comparar o tempo de partida para o produto de base referente ao cenário #1 com o cenário #9, verifica-se um ganho efetivo de 1,59% no tempo necessário para atingir as condições estacionárias da coluna extrativa, uma vez que esta corrente é a última a alcançar a tolerância imposta pela Equação (1).

Avaliando o tempo empreendido para a coluna de recuperação, observa-se que o tempo necessário para que a corrente de fundo alcance seus valores estacionários reduz a medida que o atraso na abertura da válvula de purga é intensificado. No entanto, observa-se comportamento distinto para a corrente de topo da coluna de recuperação. Isto é, o atraso na inicialização da etapa de purga prejudica o tempo empregado para se alcançar as condições nominais de operação para esta corrente. Ao comparar o cenário #1 com o #9, observa-se um aumento do tempo necessário de 2,12 h a 2,81 h, conforme pode ser observado nas Tabelas 12 e 13. Representando um aumento de 32,55% no tempo necessário para atingir as condições estacionárias para a corrente de topo da coluna de recuperação.

Analisando o sistema como um todo, isto é, de forma global, percebe-se que o caso #1 apresentou o menor tempo necessário para se alcançar o estado estacionário com tempo total de 2,12 h, enquanto que o caso #9 apresentou um tempo total de 2,81 h, sendo o maior tempo entre os cenários comparados. Apesar do tempo de inicialização da purga favorecer o tempo de partida para a coluna extrativa, o mesmo prejudica o tempo de partida para a coluna de recuperação. Como o sistema extrativo sob investigação é composto tanto pela coluna extrativa quanto pela de recuperação, pode-se afirmar que o retardo na abertura da válvula de purga prejudica o processo de forma global.

### **4.3 Conclusões**

Vários cenários foram implementados a partir do procedimento de partida padrão com a finalidade de mapear o efeito do tempo de inicialização da purga ao longo da inicialização do sistema. Ao analisar os resultados, conclui-se que apesar do retardamento no tempo de inicialização da purga favorecer o tempo de partida para a coluna extrativa, o mesmo prejudica o tempo de partida para a coluna de recuperação. Como a coluna de recuperação é a última a alcançar o estado estacionário pode-se afirmar que a mesma é responsável pelo tempo total de partida do sistema. Em outras palavras, tem-se que o aumento no tempo para inicializar a purga prejudica o tempo empreendido no processo global.

Fazendo uma análise em relação a quantidade de fluido de aquecimento utilizado no processo, observa-se que o aumento no tempo de inicialização da purga favorece a redução do gasto de utilidades tanto de forma individual (para cada uma das colunas), quanto de forma global.

A partir da correlação entre os parâmetros determinantes na análise da partida, conclui-se que nem sempre o procedimento ótimo, em termos de consumo de energia, é sinônimo de procedimento com menor tempo possível. Comparando os casos implementados neste trabalho, percebe-se que a purga apresenta maior eficiência energética ao ser iniciada após o aquecimento da coluna. Entretanto, verifica-se que a obtenção deste ganho, representa trabalhar com valores operacionais muitas vezes acima da média habitual, podendo comprometer o equipamento e colocar em risco a integridade dos operadores.

Além disso, a análise do comportamento dinâmico permitiu visualizar a correlação existente entre as principais variáveis de processo e os possíveis acidentes, melhorando a compreensão dos fenômenos que tornam a operação de partida um desafio na prática industrial.

Ao ponderar o estresse físico ao qual o equipamento será submetido, a quantidade de vezes que se espera realizar a sua partida, a segurança dos operadores, o fato do processo ser não reativo e do ganho energético ser inversamente proporcional ao tempo de empreendido, recomenda-se que a inicialização da purga seja realizada antes da etapa de aquecimento.

## **Capítulo 5**

---

# **Efeito do teor de solvente sobre a etapa de partida de um sistema extrativo**

## Capítulo 5 – Efeito do teor de solvente sobre a etapa de partida de um sistema extrativo

Os autores Figueiredo et al. (2014), introduziram uma nova abordagem de análise para as principais variáveis de decisão dos sistemas extrativos, no qual o teor de solvente na fase líquida, localizado no estágio de alimentação, é utilizado como parâmetro principal. Diferente das abordagens clássicas de otimização, a abordagem proposta permite que o efeito da razão de refluxo e da vazão de alimentação do solvente sejam avaliadas simultaneamente.

Segundo os autores, a especificação da fração molar de etilenoglicol no estágio de alimentação garante uma solução única para a coluna de destilação extrativa, tornando possível a determinação do ponto ótimo global de operação, uma vez que esta abordagem elimina o problema dos ótimos locais.

A investigação do ponto ótimo global de operação no processo extrativo através da inclusão do teor de solvente representa uma nova fase para a busca por condições ótimas de operação deste processo. Apesar de bastante promissor, esta metodologia ainda requer estudos complementares para fundamentar o seu uso em problemas de destilação extrativa, principalmente sob a ótica de controle e do comportamento dinâmico, cuja análises são de suma importância para a implementação do processo em escala industrial (Ramos, 2016).

Em nenhum trabalho foi avaliado a influência do teor de solvente durante a inicialização do sistema extrativo. Portanto a última etapa deste trabalho de tese teve como objetivo analisar o teor de solvente como parâmetro de otimização no desenvolvimento dos procedimentos de partida através da modelagem e simulação computacional. O principal objetivo deste capítulo é analisar, através do comportamento dinâmico gerado ao longo das simulações, a influência do teor de solvente na região extrativa durante a inicialização de um processo de destilação, tanto em termos operacionais quanto em econômicos.

### 5.1 Simulações em regime estacionário

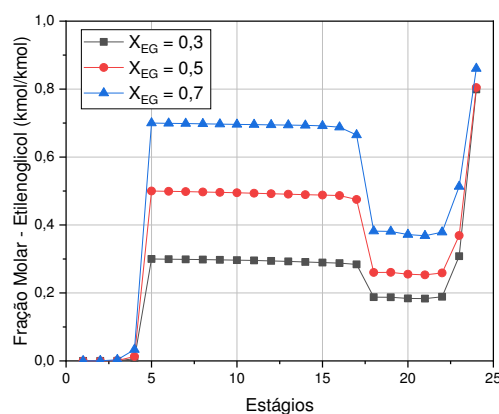
Os modelos desenvolvidos neste capítulo partiram da simulação estacionária do sistema extrativo elaborado no *Capítulo 3* deste trabalho, ilustrado na Figura 2. Os novos

modelos foram simulados considerando os teores de 30%, 50% e 70% de solvente na região extrativa, sendo as especificações obtidas através da ferramenta *Design Spec*, que faz parte do pacote computacional *Aspen Plus*<sup>®</sup>. As variáveis manipuladas adotadas para a realização dos cálculos para a coluna extrativa foram a carga térmica do refeedor e a taxa de destilado produzido no topo da coluna.

Adotou-se o valor de 30% em teor de solvente na região extrativa por se tratar do menor valor possível para finalizar as simulações sem erros e advertências. De forma análoga, o valor de 70% foi selecionado por representar o maior valor de teor de solvente dentre as simulações implementadas sem erros. A simulação desenvolvida com teor de solvente em 50% foi escolhida por se tratar de um ponto médio entre os dois extremos.

A Figura 11 ilustra os perfis de composição para o etilenoglicol na fase líquida presente na coluna extrativa, para os três casos implementados (30%, 50% e 70%). Pode-se observar que o teor de solvente apresenta comportamento semelhante para todos os casos implementados. Observa-se também que a região localizada entre os estágios de alimentação de mistura azeotrópica e de solvente apresentam valores de composição muito próximos uns dos outros, quase constantes, em todos os casos simulados.

Figura 11 – Perfis de composição para o etilenoglicol presente na coluna extrativa na fase líquida.



A composição molar do etanol obtido no topo da coluna extrativa foi determinada inicialmente em 99,9%, para cada um dos modelos simulados, porém, durante as simulações dinâmicas, verificou-se a ocorrência de transbordamentos no vaso de refluxo para a simulação



de partida operada com teor de solvente em 30%. Para padronizar os três procedimentos de partida, tornando os resultados alcançados os mais fidedignos possíveis, a composição molar do etanol foi recalculada em 99,5% para todos os casos implementados neste capítulo. De forma análoga, foi constatado transbordamentos para o vaso de refluxo da coluna de recuperação, ao operar o modelo dinâmico com teor de 30% em solvente na região extrativa. Enquanto a composição molar da água foi mantida em 99,9%.

A especificação para o etanol produzido como destilado na coluna extrativa também foi obtida através da ferramenta *Design Spec*, onde a variável manipulada escolhida foi o fluxo de destilado da coluna extrativa. As Tabelas 14 e 15 apresentam as especificações dos equipamentos que compõem o processo para os três teores de solventes.

Tabela 14 – Dados de entrada e resultados da coluna extrativa para os teores de 30, 50 e 70% em solvente.

<b>Variáveis (coluna extrativa)</b>	<b>X<sub>EG</sub> = 0,3</b>	<b>X<sub>EG</sub> = 0,5</b>	<b>X<sub>EG</sub> = 0,7</b>
Vazão da mistura azeotrópica (kmol/h)	100,0	100,0	100,0
Vazão de solvente (kmol/h)	58,0	60,0	90,0
Vazão de refluxo (kmol/h)	154,298	67,414	39,35
Vazão de destilado (kmol/h)	84,573	84,573	84,573
Estágio de alimentação da mistura azeotrópica	18	18	18
Estágio de alimentação de solvente	5	5	5
Carga térmica do refeedor (kW)	2963,92	2026,32	1867,18
Carga térmica do condensador (kW)	2603,33	1656,45	1350,67
Pressão de topo (bar)	1	1	1
Queda de pressão (bar)	0,2	0,2	0,2
Número de estágios	24	24	24

Tabela 15 – Dados de entrada e resultados da coluna de recuperação para os teores de 30, 50 e 70% em solvente.

<b>Variáveis (coluna de recuperação)</b>	<b>X<sub>EG</sub> = 0,3</b>	<b>X<sub>EG</sub> = 0,5</b>	<b>X<sub>EG</sub> = 0,7</b>
Vazão de alimentação (kmol/h)	72,572	74,572	104,573
Vazão de refluxo (kmol/h)	23,979	24,786	36,612
Vazão de destilado (kmol/h)	14,429	14,429	14,431
Estágio de alimentação	6	6	6
Carga térmica do refeedor (kW)	518,084	528,06	667,265
Carga térmica do condensador (kW)	441,625	450,9	586,881
Pressão de topo (bar)	0,6	0,6	0,6
Queda de pressão (bar)	0,1	0,1	0,1
Número de estágios	10	10	10

Os diâmetros de ambas colunas de destilação foram calculados utilizando a ferramenta *Tray Sizing* do próprio *Aspen Plus*<sup>®</sup>, enquanto as dimensões dos vasos de refluxo e as alturas das bases de ambas as colunas foram especificadas para fornecer 10 minutos de *hold-up* líquido quando os mesmos apresentarem 50% do seu volume total, da mesma forma que o modelo estacionário desenvolvido no *Capítulo 3* deste trabalho. Os valores referentes ao dimensionamento das colunas, extrativa e de recuperação, estão dispostos na Tabela 16.

O modelo termodinâmico utilizado para elaboração das simulações em regime estacionário também foi o NRTL (*Non-Random-Two-Liquids*). Adotou-se as mesmas abordagens nos cálculos dos condensadores e dos refeedores das duas colunas do *Capítulo 3*. Isto é, para os condensadores, aplicou o método da Média Logarítmica da Diferença de Temperaturas (MLDT), especificando a temperatura média de entrada do fluido frio em 293,15 K e a diferença entre a temperatura do fluido e quente do frio especificada em 283,15 K. Para os refeedores, adotou o método de transferência de calor *Condensing*, especificando o calor latente do fluido de aquecimento com valor o padrão do *Aspen Plus*<sup>®</sup> de 542,18 cal/gm.

Tabela 16 – Dados utilizados no dimensionamento das colunas extrativa e de recuperação, para o sistema operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente.

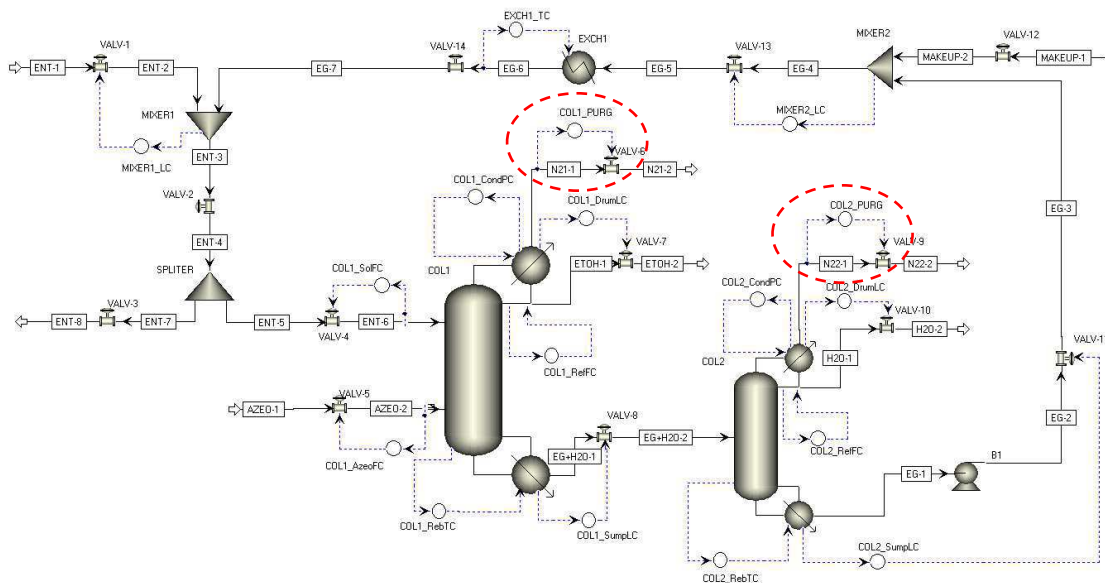
Variáveis (dimensionamento)	$X_{EG} = 0,3$		$X_{EG} = 0,5$		$X_{EG} = 0,7$	
	Extrativa	Recup.	Extrativa	Recup.	Extrativa	Recup.
Diâmetro da coluna (m)	1,1597	0,5345	0,9193	0,5398	0,8279	0,6102
Diâmetro do vaso de refluxo (m)	1,166	0,4286	1,0029	0,4316	0,9369	0,4722
Comprimento vaso de refluxo (m)	2,332	0,8572	2,0058	0,8632	1,8739	0,9424
Diâmetro da base da coluna (m)	0,7457	0,7351	0,7434	0,7537	0,8585	0,851
Altura da base da coluna (m)	1,4913	1,4701	1,4838	1,5074	1,7171	1,702

## 5.2 Simulações em regime transiente

Após concluídas todas as especificações do modelo em estado estacionário, as simulações foram exportadas para a plataforma *Aspen Dynamics*<sup>®</sup> no modo *Pressure Driven*. Em seguida, na plataforma *Aspen Dynamics*<sup>®</sup>, foi implementado a mesma estrutura de controle

regulatório utilizada no *Capítulo 3*, com exceção dos controles implementados no topo de cada uma das colunas, com a finalidade de automatizar o procedimento de abertura e fechamento da válvula de purga, como podem ser observados, realçados em vermelho, na Figura 12.

Figura 12 – Fluxograma do processo utilizado para simular a produção do etanol anidro para os teores de 30, 50 e 70% em teor de solvente e sua configuração de controle.



A malha de controle implementada tem como objetivo assegurar que as variáveis do processo mantenham seus valores estacionários independente da ocorrência de distúrbios no sistema analisado.

Os controladores propostos são os mesmos utilizados no desenvolvimento do modelo em regime transiente ilustrado no *Capítulo 3*. Sendo assim, as malhas de controle de fluxo mássico (COL1\_AzeoFC e COL1\_EntFC) foram realizadas através da manipulação da posição das válvulas que antecedem as respectivas correntes de alimentação da coluna extrativa. As malhas de controle para os níveis (COL1\_DrumLC, COL2\_DrumLC, COL1\_SumpLC e COL2\_SumpLC) foram executadas através da manipulação das vazões de destilado e de produto de base de ambas as colunas.

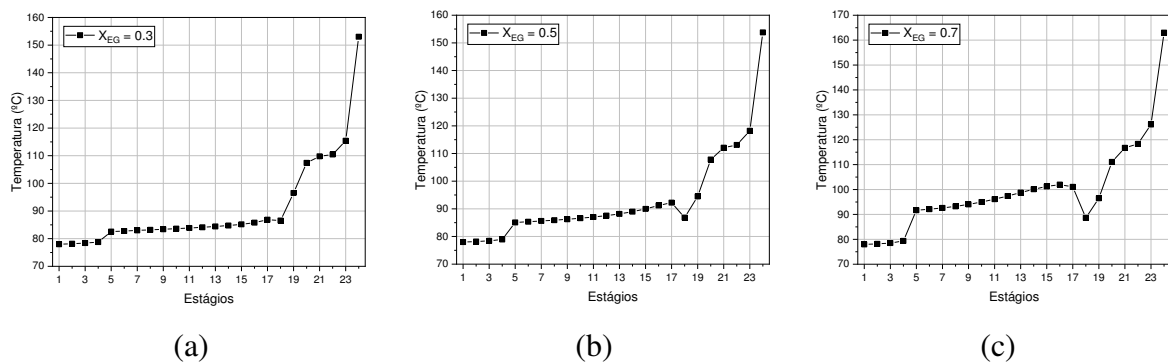
Os controladores de pressão (COL1\_CondPC e COL2\_CondPC) utilizam as vazões de fluido refrigerante como variáveis manipuladas. Enquanto os controles de temperatura (COL1\_RebTC e COL2\_RebTC) atuam manipulando a vazão de fluido de aquecimento

introduzidos nos revedores de cada uma das colunas. A localização do estágio utilizado para realizar o controle de temperatura foi embasada a partir dos mesmos critérios utilizados para o fluxograma desenvolvido no *Capítulo 3*, isto é, baseado no critério de inclinação.

As Figuras 13 e 14 apresentam os perfis de temperatura para os teores de 30%, 50% e 70% em solvente, para as colunas: extrativa e de recuperação, respectivamente. Como pode ser observado, os resultados sugerem como escolha: o 19º estágio para a coluna extrativa e o 3º estágio da coluna de recuperação para a realização dos controles de temperatura.

Ao comparar o modelo simulado no *Capítulo 3*, operando com teor de 65% na região extrativa, utilizado na avaliação do tempo ótimo de realização da purga, com os modelos desenvolvidos neste capítulo, operando com 30, 50 e 70% em teor de solvente, utilizados na análise do teor de solvente, pode-se observar a escolha de estágios distintos para a realização do controle de temperatura da coluna de recuperação. Essa mudança é decorrente da alteração realizada na especificação da água recuperada no topo da coluna, a qual se fez necessária para a correta padronização dos modelos implementados.

Figura 13 – Perfil de temperatura da coluna extrativa do sistema para obtenção do etanol anidro com (a) 30%, (b) 50% e (c) 70% em teor de solvente.



Vale salientar que a avaliação do tempo de inicialização da purga e do teor de solvente durante a partida de um sistema de destilação extrativa não foram realizadas em conjunto, logo a escolha de diferentes pontos de controle se apresenta dentro dos limites de normalidade sendo considerado totalmente plausível. Os controladores foram determinados como do tipo PI (*Proportional-Integral*). Os parâmetros dos controladores foram sintonizados com a ferramenta *Tune* do *Aspen Plus*<sup>®</sup>. A Tabela 17 apresenta as especificações de todos os controladores

existentes no fluxograma, enquanto a Tabela 18 apresenta os *setpoints* para todos os controladores implementados no processo de separação escolhido como estudo de caso.

Figura 14 – Perfil de temperatura da coluna de recuperação do sistema para obtenção do etanol anidro com (a) 30%, (b) 50% e (c) 70% em teor de solvente.

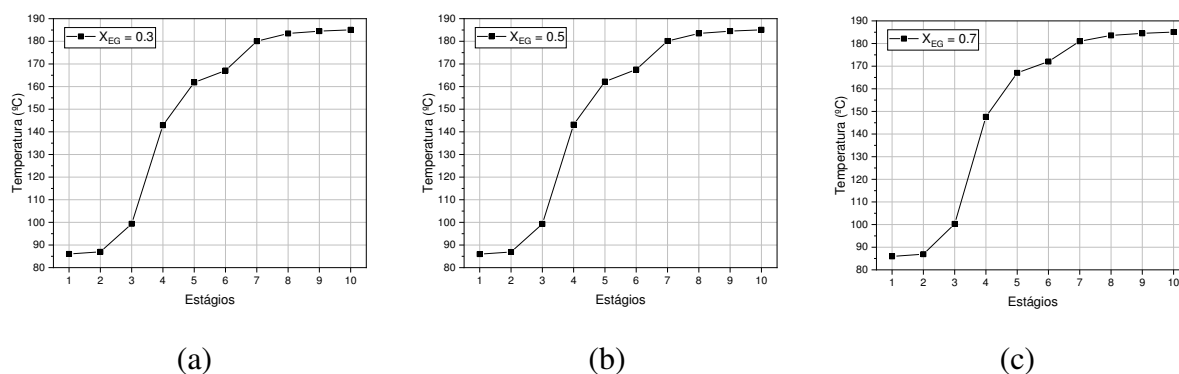


Tabela 17 – Resumo dos parâmetros utilizados no desenvolvimento da malha de controle.

Controlador	30%		50%		70%	
	$K_c$	$\tau_i$	$K_c$	$\tau_i$	$K_c$	$\tau_i$
C1_AzeoFC	0,5	0,3	0,5	0,3	0,5	0,3
C1_EntFC	0,5	0,3	0,5	0,3	0,5	0,3
C1_RefFC	0,5	0,3	0,5	0,3	0,5	0,3
C1_PURG	0,5	0,3	0,5	0,3	0,5	0,3
C1_DrumLC	551,277	2,64	350,425	2,64	285,596	2,64
C1_SumpLC	197,758	2,64	198,586	2,64	105,624	2,64
C1_CondPC	34,172	3,96	22,606	7,92	19,199	38,28
C1_RebTC	16,90	320,76	1,22	3,13	50,217	2,64
C2_RefFC	0,5	0,3	0,5	0,3	0,5	0,3
C2_PURG	0,5	0,3	0,5	0,3	0,5	0,3
C2_DrumLC	520,482	2,64	531,378	2,64	695,248	2,64
C2_SumpLC	1427,588	3,96	1159,519	3,96	1425,638	3,96
C2_CondPC	17,68	5,28	19,996	2,64	23,937	2,64
C2_RebTC	120,421	2,64	97,429	2,64	110,747	2,64
MIXER1_LC	313,477	2,64	315,85	2,64	315,85	2,64
MIXER2_LC	1156,948	2,64	1148,038	2,64	742,752	2,64
EXCH1_TC	0,613	1,199	0,532	1,2	0,61	1,2

Após a implementação das malhas de controle, realizou-se o esvaziamento dos três casos desenvolvidos neste tópico (30%, 50% e 70% em teor de solvente). O procedimento adotado para o esvaziamento dos modelos de destilação é idêntico ao método utilizado no Capítulo 3. Como resultado, obteve-se um modelo de coluna vazio e frio para cada um dos

casos analisados. O modelo de coluna vazio desenvolvido neste trabalho é representado pelo sistema extrativo preenchido apenas com nitrogênio nas condições de 293,15 K e 1 bar.

Tabela 18 – *Setpoints* utilizados no desenvolvimento da malha de controle.

Controlador	30%	50%	70%
	<i>Setpoint</i>	<i>Setpoint</i>	<i>Setpoint</i>
C1_AzeoFC (kmol/h)	100,0	100,0	100,0
C1_EntFC (kmol/h)	58,0	60,0	90,0
C1_RefFC (kmol/h)	154,298	67,414	39,35
C1_DrumLC (m)	1,46	1,25	1,17
C1_SumpLC (m)	0,93	0,94	1,07
C1_CondPC (atm)	1	1	1
C1_RebTC (K)	96,506	94,4649	96,488
C2_RefFC (kmol/h)	23,979	24,786	36,612
C2_DrumLC (m)	0,54	0,54	0,59
C2_SumpLC (m)	0,92	0,93	1,06
C2_CondPC (atm)	0,6	0,6	0,6
C2_RebTC (K)	99,3697	99,3436	100,294
MIXER1_LC (m)	1,25	1,25	1,25
MIXER2_LC (m)	1,25	1,25	1,25
EXCH1_TC (K)	80	80	80

### 5.3 Etapa de partida

O procedimento de partida adotado para esta análise tomou como base a sequência padrão de ações utilizada no *Capítulo 4*, com as devidas ressalvas. Para evitar o favorecimento ou desfavorecimento de um procedimento sob o outro, aproximou-se ao máximo as sequências de ações adotadas entre os três casos. Esta ação teve como finalidade minimizar a ocorrência de possíveis interferências devido a tomada de ações em tempos distintos, preservando, desta forma, os resultados obtidos. As etapas a seguir representam o procedimento de inicialização adaptado para a coluna extrativa.

Inicialmente, o controlador de pressão tem seu modo alterado para o automático. Em seguida, as vazões de alimentação (mistura azeotrópica e solvente) da coluna extrativa são inicializadas simultaneamente. As vazões de alimentação aumentam gradualmente até alcançarem seus respectivos *setpoints*, no tempo computacional de 2 horas. Após a base da coluna atingir o valor pré-determinado de 20% do nível em estado estacionário, dá-se início ao

aquecimento da coluna. Este valor representa o nível mínimo de segurança determinado para iniciar o aquecimento, garantindo que a coluna não esvazie ou transborde.

O fluxo mássico do fluido de aquecimento aumenta gradualmente até a temperatura do estágio considerado o mais sensível atingir a temperatura nominal de operação. À medida que a base da coluna é aquecida, o vapor aumenta, percorrendo toda a coluna até o condensador. No topo o vapor é condensado, produzindo nível no vaso de refluxo. Após o vaso de refluxo atingir o valor de 20% de seu nível em estado estacionário, inicia-se o refluxo da coluna. Análogo a medida determinada para a base da coluna, este valor representa o nível mínimo de segurança determinado para iniciar o refluxo, garantindo que o vaso não esvazie.

A válvula de purga é aberta no tempo computacional 0,3 h até a completa remoção do nitrogênio presente na coluna extrativa. O tempo de inicialização da purga foi determinado a partir dos resultados do *Capítulo 4*, onde as conclusões sugerem que a abertura da válvula de purga ocorra antes de dar início a etapa de aquecimento.

Em seguida deve-se aguardar as variáveis do sistema se aproximarem de seus respectivos valores em estado estacionário. Quando a corrente de destilado alcançar seu valor no estacionário, dá-se início a produção de etanol anidro no topo da coluna extrativa. Esta corrente de produto deverá apresentar uma composição mínima de 99,5% molar de etanol. Depois que a especificação do produto no topo da coluna é alcançada, o controlador de nível do vaso de refluxo tem seu modo manual alterado para o automático.

De maneira análoga a anterior, a retirada do produto de base deve ser iniciada no momento em que a especificação da corrente atingir o seu valor estacionário. A retirada da mistura residual começa após a composição do etanol na corrente de base atingir uma composição mássica menor que 0,001%. Neste ponto, o controlador de nível da base da coluna tem seu modo manual alterado para o automático.

Por fim, os controladores que ainda se encontrarem no modo manual terão os respectivos modos alterados para o automático e seus *setpoints* alterados para valores nominais de operação em regime estacionário. A demarcação entre todas as fases é meramente arbitrária, podendo ocorrer a coexistência de duas ou mais etapas de forma simultânea. A sequência de ações desenvolvida para representar a etapa de partida da coluna de recuperação baseou-se no procedimento supracitado.

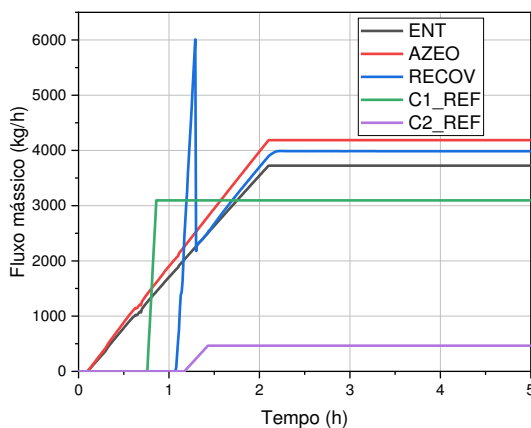
## 5.4 Resultados e discussões

Os modelos computacionais desenvolvidos neste capítulo, os quais apresentam 30%, 50% e 70% em teor de solvente na região extrativa, foram avaliados através do comportamento dinâmico apresentado pelas principais variáveis envolvidas no processo: pressão, temperatura, composição, tempo necessário para realizar a etapa de partida e quantidade de fluido de aquecimento utilizado durante a partida.

Observou-se que os resultados obtidos para os diferentes teores de solvente apresentaram comportamento dinâmico bem próximos. Portanto, para fins de ilustração, optou-se por representar graficamente apenas o comportamento dinâmico de um dos três casos implementados neste capítulo. Esta medida tem por finalidade proporcionar ao trabalho uma metodologia mais simples e didática. O processo ilustrado neste capítulo será representado pelo teor de 50% de solvente na região extrativa. Os gráficos dos demais casos estudados encontram-se ilustrados no *Apêndice C*.

A Figura 15 ilustra o comportamento dinâmico dos fluxos mássicos que integram o sistema extrativo, para a simulação operando com 50% em teor de solvente. Pode-se observar que as correntes de mistura azeotrópica e de solvente foram inicializadas simultaneamente no tempo computacional de 0,10 h, aumentando de zero até seus valores estacionários através de uma função *Ramp* com duração total de 2,0 h.

Figura 15 – Comportamento dinâmico dos fluxos mássicos que integram o processo de separação, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na coluna extrativa.





A Tabela 19 apresenta uma comparação entre os tempos de inicialização das vazões de alimentação e de refluxo que compõe o sistema extrativo para os três casos implementados.

Tabela 19 – Comparação entre os tempos de inicialização para as correntes de alimentação e de refluxos, para a simulação operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente.

		Solvente (ENT)	Etanol-água (AZE0)	Refluxo (C1_REF)	Col. Recuperação (RECOV)	Refluxo (C2_REF)
Tempo inicial (h)	30%	0,10	0,10	0,92	1,45	1,57
	50%	0,10	0,10	0,77	1,07	1,18
	70%	0,10	0,10	0,73	0,96	1,09

Ao confrontar os valores apresentados, percebe-se que a simulação com teor de 70% em solvente apresentou os menores tempos de inicialização tanto para a coluna de recuperação quanto para os refluxos de ambas as colunas. Observa-se ainda um padrão entre os teores de solventes e os tempos de inicialização obtidos para as correntes de refluxo e de alimentação da coluna de recuperação, isto é, quanto maior o teor de solvente presente na região extrativa, menor o tempo de inicialização das correntes de fluxo mássico que integram o sistema extrativo.

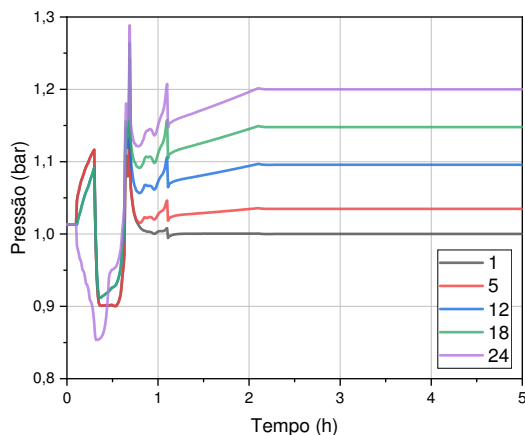
A Figura 16 representa o comportamento dinâmico da pressão de determinados estágios da coluna extrativa ao longo da etapa de partida. Com o início da alimentação da coluna,  $t = 0,10$  h, verifica-se um deslocamento positivo nos valores de pressão dos estágios localizados na região de retificação, enquanto os estágios localizados na região de esgotamento sofrem uma redução. Em seguida, pode ainda ser observado que a abertura da válvula de purga,  $t = 0,30$  h, promove uma queda na pressão dos estágios localizados em ambas a zonas.

Logo após, pode ser observado um aumento no perfil de pressão devido ao início da etapa de aquecimento da coluna extrativa (Figura 17). Este aumento é interrompido por uma queda abrupta no perfil de pressão, devido ao início do processo de eliminação do nitrogênio presente no sistema extrativo (Figura 19). Observa-se ainda, um segundo decaimento, de menor magnitude em comparação com o primeiro, o qual pode ser justificado pelo início da retirada do produto de base e, conseqüentemente, do início da alimentação da coluna de recuperação ( $t = 1,07$ ), como pode ser observado na Figura 15.

A Tabela 20 apresenta uma comparação entre os valores máximos de pressão, de determinados estágios, obtidos para as simulações operando com 30%, 50% e 70% em teor de

solvente na região extrativa. Ao contrapor os resultados obtidos, verifica-se que as maiores diferenças entre os valores de pressão, e seus respectivos valores estacionários, ocorrem na região de esgotamento.

Figura 16 – Comportamento dinâmico da pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na região extrativa.



Como pode ser observado na Tabela 20, a simulação com menor teor de solvente na região extrativa, 30%, apresentou as maiores diferenças de valores de pressão, tanto para a seção de retificação quanto para a de esgotamento, em comparação com os valores de pressão para o sistema operando em estado estacionário, apresentando desvios em seus valores de até 30,10%. Apesar destas diferenças, observa-se que o comportamento dinâmico dos perfis de pressão, para todos os casos, é bem próximo um dos outros, e que todos os resultados apresentados estão dentro dos limites de normalidade.

Tabela 20 – Comparação entre os valores de pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente.

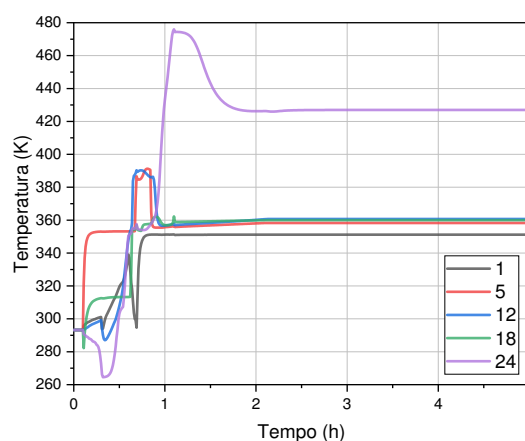
$X_{EG}$		Pressão (bar)				
		1	5	12	18	24
	<b>Setpoint</b>	<b>1,00</b>	<b>1,0348</b>	<b>1,0957</b>	<b>1,1478</b>	<b>1,20</b>
30%	Máximo	1,3010	1,3017	1,339	1,3596	1,3843
	Desvio	30,10%	25,79%	22,20%	18,45%	15,36
50%	Máximo	1,2038	1,204	1,2421	1,2638	1,2886
	Desvio	20,38%	16,35%	13,36%	10,11%	7,38%
70%	Máximo	1,212	1,2121	1,2518	1,2865	1,3214
	Desvio	21,20%	17,13%	14,25%	12,08%	10,12%

A Figura 17 ilustra o comportamento dinâmico da temperatura de determinados estágios da coluna extrativa ao longo da etapa de partida. Como condição necessária para o início do aquecimento da coluna, determinou-se o atingimento de 20% do nível da base da coluna extrativa. A partir desta Figura, verifica-se uma diminuição nos valores de temperatura logo após o início da etapa de alimentação ( $t = 0,10 h$ ), sendo mais acentuada para a região abaixo do estágio de alimentação de mistura azeotrópica etanol-água.

Este fenômeno decorre da vaporização instantânea da carga líquida ao ser introduzida no equipamento, devido à baixa pressão do sistema em relação a carga de alimentação. Por sua vez, a vaporização da alimentação promove uma queda de temperatura nos estágios da coluna até que a fração de líquido evaporado se torne significativa na fração total do vapor. Como explicado no *Capítulo 4*, este fenômeno interfere diretamente na pressão do sistema (Figura 16), evidenciando o elevado grau de acoplamento entre as principais variáveis envolvidas no processo.

Com o início do aquecimento ( $t = 0,55 h$ ), o perfil de temperatura da coluna extrativa apresenta um aumento em seus valores para todos os estágios até o momento em que o refluxo da coluna extrativa é iniciado ( $t = 0,77 h$ ), como pode ser visto na Figura 17.

Figura 17 – Comportamento dinâmico da temperatura de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na região extrativa.



A Tabela 21 estabelece uma comparação entre as informações reproduzidas nas Figuras 16 e C.3. Esta tabela ilustra os valores máximos de temperatura, de determinados

estágios, obtidos durante a partida, para as simulações operando com 30%, 50% e 70% em comparação com seus respectivos valores estacionários. Ao analisar os resultados obtidos para os três casos implementados, pode ser observado que os valores de temperatura apresentam baixo grau de divergência, podendo-se concluir que os perfis de temperatura apresentam comportamento dinâmico semelhantes entre si.

Tabela 21 – Comparação entre os valores de temperatura de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente.

$X_{EG}$		Temperatura (K)				
		1	5	12	18	24
30%	<b>Setpoint</b>	351,11	355,71	357,27	359,71	426,17
	Máximo	351,33	391,63	392,13	365,34	477,26
	Desvio	0,06%	10,10%	9,76%	1,57%	11,99%
50%	<b>Setpoint</b>	351,11	358,24	360,69	359,99	426,94
	Máximo	351,28	391,24	390,29	367,22	475,94
	Desvio	0,05%	9,21%	8,21%	2,01%	11,48%
70%	<b>Setpoint</b>	351,11	364,82	370,55	361,76	436,15
	Máximo	351,33	387,85	388,63	373,15	473,44
	Desvio	0,06%	6,31%	4,88%	3,15%	8,55%

A taxa de fluido de aquecimento que alimenta o refervedor aumenta de forma linear através de uma função *Ramp*, sendo a conclusão da etapa de aquecimento vinculada uma condicionante. Isto é, para ser considerada finalizada, momento em que o controlador tem seu modo manual alterado para o automático, a temperatura do 19º estágio, considerado o estágio mais sensível, deve exceder o valor da temperatura em estado estacionário em pelo menos 1 K, como pode ser observado na Figura 18.

Para a simulação operando com teor de 50% em solvente na região extrativa, a taxa de fluido de aquecimento tem o seu ponto de virada, do modo manual para o automático, no tempo  $t = 1,11$  h. Pode-se observar uma queda na taxa de aquecimento logo após a mudança para o modo automático. Este decréscimo está relacionado com o excesso de energia fornecida ao sistema para manutenção temperatura, sendo corrigido assim que a temperatura do estágio mais sensível excede o valor da temperatura em estado estacionário em pelo menos 1 K.

A Tabela 22 apresenta os dados referentes a quantidade de fluido de aquecimento consumido pelo sistema durante a operação de partida operando com 30%, 50% e 70% em teor

de solvente na região extrativa. Estes dados foram extraídos das Figuras 18 e C.4, para melhor assimilação dos efeitos do teor de solvente sobre a etapa da partida. Como pode ser observado, à medida que o teor de solvente aumenta, percebe-se uma redução na quantidade de fluido de aquecimento utilizado para a coluna extrativa.

Figura 18 – Comportamento dinâmico da taxa de fluido de aquecimento utilizado na coluna extrativa, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na região extrativa.

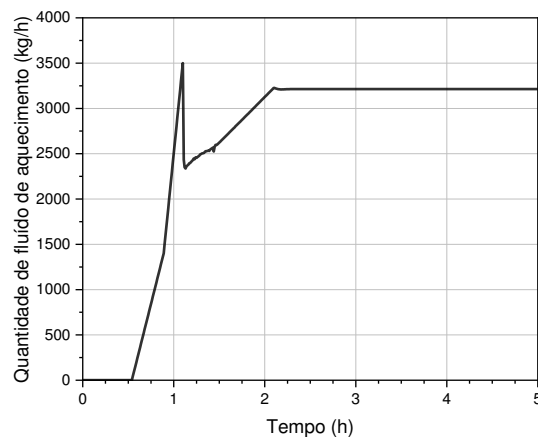


Tabela 22 – Comparação entre as quantidades de fluido de aquecimento utilizadas na etapa de partida, para a simulação operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente.

$X_{EG}$	Quantidade de fluido de aquecimento (kg)		
	Coluna Extrativa	Coluna de Recuperação	Total
30%	18.494,80	2.538,44	21.033,24
50%	12.848,43	2.906,22	15.754,65
70%	11.317,43	3.228,94	14.546,37

Para a simulação operando com teor de 70% em solvente, foram necessários 11317,43 kg de fluido de aquecimento para realizar a partida da coluna extrativa, ao passo que a simulação com 30% em teor de solvente necessitou de 18494,80 kg na realização do mesmo procedimento, representando um aumento de 63,42 % na quantidade de utilidade consumida durante a partida.

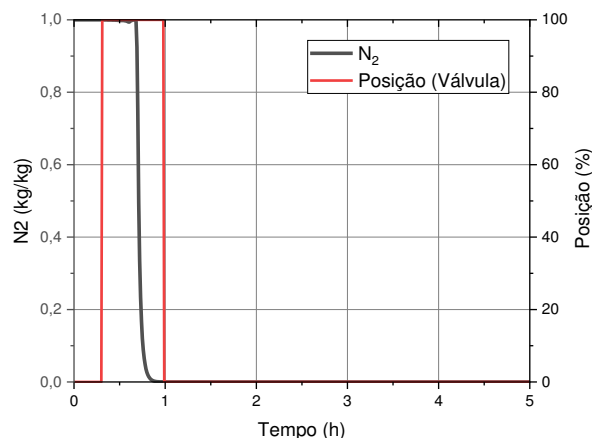
Para a coluna de recuperação o padrão observado é inverso ao efeito supracitado. Em outras palavras, o aumento no teor de solvente para a região extrativa promove um aumento na quantidade de fluido de aquecimento consumido durante a etapa de partida da coluna de recuperação. Analisando individualmente caso a caso, observa-se que foram necessários 2538,44 kg de fluido de aquecimento para finalizar a etapa de partida para a simulação com

30%, a proporção que a simulação com 70% em teor de solvente demandou 3228,94 kg, caracterizando um aumento no consumo de 27,20%.

Avaliando o sistema como um todo, verifica-se que o aumento no teor de solvente utilizado na região extrativa promove uma diminuição na quantidade de fluido de aquecimento consumido durante a etapa de partida. Foram necessários 21033,24 kg de fluido de aquecimento para realizar a partida do sistema operando com 30% em teor de solvente, ao mesmo tempo que a simulação com 70% em teor de solvente necessitou de apenas 14546,37 kg, representando uma redução de 30,84% no consumo de fluido de aquecimento. Portanto, pode-se concluir que o aumento no teor de solvente na região extrativa, promove uma redução na quantidade de fluido de aquecimento utilizada para a realização da etapa de partida.

A Figura 19 evidencia o comportamento dinâmico para a composição de nitrogênio no topo da coluna e para a posição da válvula de purga para o sistema operado com 50% em teor de solvente. A válvula de purga é aberta em  $t = 0,30 h$ , dando início a operação de purga, no entanto, o nitrogênio só começa a ser eliminado da coluna extrativa efetivamente no tempo computacional  $t = 0,70 h$ . Conforme exposto no *Capítulo 4*, a eliminação do nitrogênio só tem início após a coluna extrativa adquirir as condições operacionais mínimas de temperatura e pressão, independentemente do tempo de abertura da válvula de purga.

Figura 19 – Comportamento dinâmico da fração mássica do nitrogênio no topo da coluna extrativa e da posição da válvula de purga, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na região extrativa.



Os resultados apresentados na Tabela 23 correspondem ao tempo de abertura e fechamento da válvula de purga e do momento em que o nitrogênio começar a ser efetivamente eliminado do sistema para os três casos simulados. Comparando-se os resultados alcançados, percebe-se que a simulação com menor teor de solvente na região extrativa, 30%, apresentou o maior tempo necessário para completar a purga, enquanto a simulação com 70% em teor de solvente apresentou o menor tempo necessário para realizar a etapa de purga.

Tabela 23 – Dados referentes a etapa de purga para a coluna extrativa operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente.

Variáveis	Teor de solvente		
	30%	50%	70%
Abertura da válvula de purga (h)	0,30	0,30	0,30
Início da purga de N <sub>2</sub> (h)	0,84	0,69	0,69
Fechamento da válvula de purga (h)	1,32	0,99	0,92

Para determinar o fim do procedimento de partida e, conseqüentemente, o início do regime estacionário, utilizou-se a função *MX*, descrita no *Capítulo 4* deste trabalho (*Equação 1*). Esta função representa o momento em que as correntes de topo e fundo alcançam seus respectivos valores em regime estacionário, sinalizando o final da etapa de partida. Como condição para estabelecer o estado estacionário, a função deve permanecer com valores abaixo da tolerância estipulada de forma absoluta, sendo adotado a tolerância de  $10^{-3}$ .

A representação gráfica da função *MX* para o sistema extrativo operando com 50% em teor de solvente é representado pela Figura 20. Como pode ser observado, o tempo necessário para que a coluna extrativa realize a partida é de 1,66 h para a corrente de topo e de 2,42 h para a corrente de fundo. Analisando a coluna de recuperação, percebe-se que a corrente de base realiza a partida no tempo 1,89 h, enquanto a corrente de topo realiza no tempo 3,15 h.

Avaliando o processo de separação como um todo, pode-se concluir que o tempo de partida é determinado pela coluna de recuperação, uma vez que sua corrente de topo é a última a alcançar o estado estacionário. Portanto, o tempo de partida para a simulação operando com teor de solvente em 50% na região extrativa é de 3,15 h.

A Tabela 24 estabelece uma comparação entre as informações reproduzidas nas Figuras 19 e C.6. Isto é, esta tabela apresenta os tempos necessários para se estabelecer o estado

estacionário e, conseqüentemente, o final da operação de partida para as simulações operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente.

Figura 20 – Comportamento dinâmico da função MX, para a simulação operando com 50% em teor de solvente na região extrativa.

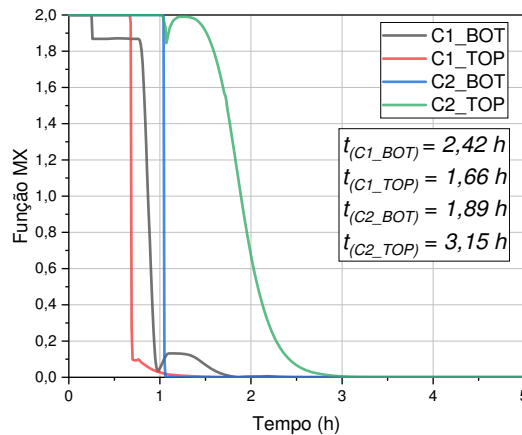


Tabela 24 – Determinação do tempo empregado na operação de partida, para a simulação operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente.

$X_{EG}$	Tempo (h)			
	Coluna Extrativa		Coluna de Recuperação	
	Topo	Base	Topo	Base
30%	1,30	2,68	3,63	1,49
50%	1,66	2,42	3,15	1,89
70%	2,22	2,37	1,08	2,59

Através destes resultados pode-se inferir que o aumento no teor de solvente da região extrativa prejudica o tempo empreendido para se atingir as condições nominais de operação para o topo da coluna extrativa. No entanto, este aumento também favorece a redução do tempo empregado para a corrente de fundo da coluna extrativa. Como a corrente de fundo demanda o maior tempo de partida em todos os casos, pode-se afirmar que esta corrente é o fator determinante na partida da coluna extrativa. Deste modo, o aumento do teor de solvente para a região extrativa representa uma redução no tempo de partida para a coluna extrativa.

Ao comparar a simulação com teor de 30% em solvente, o qual representa o maior tempo de partida para a coluna extrativa, com a simulação com 70% de teor em solvente, a qual



representa o menor tempo, verifica-se uma redução de 11,57% no tempo necessário para atingir as condições estacionárias.

Avaliando o tempo empreendido para a coluna de recuperação, observa-se um comportamento inverso a dinâmica para as correntes de produtos que integram a coluna extrativa. Isto é, o aumento no teor de solvente para a região extrativa aumenta o tempo de partida para a corrente de fundo, enquanto o tempo de partida para a corrente de topo sofre uma diminuição. Apesar de apresentar comportamento específico inverso, percebe-se que o aumento do teor de solvente para a coluna extrativa repercute de forma positiva na coluna de recuperação, pois este aumento promove uma redução no tempo empreendido.

Como pode ser observado na Tabela 24, a simulação operando com 30% em teor de solvente realizou a operação de partida no tempo  $t = 3,63$  h, sendo considerado o maior entre os casos, ao passo que a simulação com 70% em teor de solvente apresentou um tempo total de  $t = 2,59$  h, sendo considerado o menor tempo entre os casos implementados. Ao comparar estes dois extremos, observa-se uma redução de 28,65% no tempo empreendido para execução da partida para o sistema operado com 70% em teor de solvente.

Como o sistema extrativo é composto tanto pela coluna extrativa quanto pela de recuperação, pode-se afirmar que o aumento no teor de solvente presente na região extrativa beneficia o processo de forma global, pois o mesmo proporciona uma redução no tempo imposto para realização da partida.

Analisando o sistema de forma global, percebe-se que a simulação com teor de solvente de 70% apresentou o menor tempo de 2,59 h para se alcançar o estado estacionário, enquanto o caso simulado com 30% em teor de solvente apresentou um tempo de partida igual a 3,63 h, sendo o maior tempo entre os cenários comparados.

## 5.5 Conclusões

Ao analisar os resultados obtidos, conclui-se que o teor de solvente presente na região extrativa exerce influência sobre as principais variáveis envolvidas na etapa de partida de um sistema de destilação extrativo. Em termos de quantidade de fluido de aquecimento, o aumento no teor de solvente proporcionou uma redução de até 30,81% na quantidade de fluido de

aquecimento para a coluna extrativa. Já para a coluna de recuperação, apresentou comportamento contrário ao da coluna extrativa, isto é, o aumento no teor de solvente originou um aumento de até 27,20 % na quantidade de fluido de aquecimento empregado na partida.

Ao analisar o conjunto total, observa-se que o aumento no teor de solvente presente na região extrativa promove uma redução de até 30,84% no consumo de fluido de aquecimento durante a etapa de partida.

Em relação ao tempo empregado para a realização da partida, constatou-se que o aumento do teor de solvente presente na região extrativa provoca uma redução no tempo empreendido tanto para a coluna extrativa quanto para a coluna de recuperação. Por ser a última a alcançar o estado estacionário, a coluna de recuperação é a responsável pelo tempo total de partida do sistema. Ao analisar os resultados obtidos, observa-se ganhos de até 1 hora e 4 minutos no tempo de partida, representando uma redução de 28,65% no tempo global de partida.

## **Capítulo 6**

---

# **Conclusões e sugestões para trabalhos futuros**

---

## Capítulo 6 – Conclusões e sugestões para trabalhos futuros

### 6.1 Conclusões

A influência do tempo de inicialização da etapa de purga sobre a etapa de partida do processo de destilação extrativa, idealizado para a produção de etanol anidro, foi investigada através da avaliação do comportamento dinâmico das principais variáveis envolvidas no processo, considerando dez casos distintos.

Foi verificado que, o tempo de abertura para a válvula de purga para a coluna extrativa pode influenciar a inicialização do sistema extrativo. Ao analisar o tempo de partida empreendido, percebe-se que o aumento no atraso para abertura da válvula de purga prejudica o sistema extrativo, aumentando o tempo necessário para completar a partida e, conseqüentemente, alcançar as especificações em regime estacionário.

Em relação a quantidade de fluido de aquecimento utilizado no processo de partida, foi constatado que a abertura da válvula de purga após o início da etapa de aquecimento da coluna apresentou menor consumo na quantidade de fluido de aquecimento para realização da partida do sistema. No entanto, foi verificado que a obtenção deste ganho, representa trabalhar com valores operacionais de pressão e temperatura muitas vezes acima da média habitual, podendo comprometer o equipamento e colocar em risco a integridade dos operadores.

Sendo assim, ao ponderar o estresse físico ao qual o equipamento será submetido, a segurança do processo e dos operadores e ao fato do ganho energético ser inversamente proporcional ao tempo de empreendido, conclui-se que a inicialização da etapa de purga antes da etapa de aquecimento é considerada a melhor opção para a realização da etapa de partida. Apesar deste trabalho não ter contemplado a avaliação do tempo de inicialização da purga para outros teores, pode-se afirmar que esta conclusão se estender para outros valores, uma vez que o comportamento dinâmico das principais variáveis, como pressão e temperatura, tendem a apresentar o mesmo perfil, variando apenas a sua intensidade.

A influência do teor de solvente presente na região extrativa sobre a etapa de partida do processo de destilação extrativa, projetado para a produção de etanol anidro, foi investigada

através da avaliação do comportamento dinâmico das principais variáveis envolvidas no processo, considerando o modelo operando com 30%, 50% e 70% em teor de solvente.

Ao analisar os resultados obtidos, foi constatado que o teor de solvente presente na região extrativa exerce influência sobre as principais variáveis envolvidas na etapa de partida de um sistema de destilação extrativo. Ao comparar o comportamento dinâmicos das variáveis de processo como pressão, temperatura e nível, verificou-se que a dinâmica apresentada por estas variáveis são semelhantes, apresentando diferenças, entre os casos simulados, dentro da normalidade para a operação de partida.

Em termos de quantidade de fluido de aquecimento, foi observado que o aumento no teor de solvente proporcionou uma redução de até 30,84% no consumo global de fluido de aquecimento para a realização da etapa de partida, representando uma diminuição no consumo de até 6486,87 kg de fluido de aquecimento.

Em relação ao tempo empregado para a realização da partida, foi verificado que o aumento do teor de solvente presente na região extrativa provoca uma redução de até 1 hora e 4 minutos no tempo empreendido tanto para a coluna extrativa quanto para a coluna de recuperação, configurando uma redução expressiva de 28,65% no tempo global de partida.

Portanto, conclui-se que o aumento no teor de solvente presente na região extrativa, proporciona uma melhora no tempo empreendido e na quantidade de fluido de aquecimento consumido na operação de partida. Em outras palavras, operar o sistema com alto teor de solvente, além de representar a condição ótima em regime estacionário, também representa a melhor escolha para a realização da etapa de partida.

Diante dos fatos apresentados, pode-se afirmar que, para garantir a melhor relação entre custo-benefício para a etapa de partida de um sistema de destilação extrativa, deve-se optar por realizar a abertura da válvula de purga antes da inicialização da etapa de aquecimento e sempre com a maior concentração possível de solvente na região extrativa.

Pode-se ainda estender os resultados obtidos para outros sistemas químicos com configuração parecida ao apresentado no referido trabalho.

## **6.2 Sugestões para trabalhos futuros**

- Estudo do efeito de teor de solvente envolvendo outros sistemas químicos ou outros tipos de solventes.
- Estudo do efeito de teor de solvente envolvendo outros procedimentos de partida, como estratégias consagradas pela literatura: com refluxo total e sem refluxo.

---

## Referências

- BAROLO, M.; GUARISE, G. B.; RIENZI, S. A.; TROTTA, A.; Nonlinear Model-Based Startup of a Distillation Column: An Experimental Study. *Ind. Eng. Chem. Res.*, v. 33, p. 3160-3167, 1994.
- BERTUCCO, A.; GUARISE, G. B.; RIENZI, S. A.; TROTTA, A.; Computer Controlled Distillation Column Start-up. *Proc. Italian-Yugoslav Austrian Chem. Eng. Conf.*, 4th, 1984.
- BLACK, C.; DITSLER, D. E., Dehydration of aqueous ethanol mixtures by extractive distillation. In: R. F. Gould, *Extractive and azeotropic distillation. Advance in Chemistry Series* v. 115, p. 1-15, 1972.
- BLAHUSIAK, M.; KISS, A. A.; KERSTEN, S. R. A.; SCHUUR, B.; Quick assessment of binary distillation efficiency using a heat engine perspective, *Energy*, v. 116, p. 20-31, 2016.
- BRITO, R. P. *Processo de Destilação Extrativa: Modelagem Dinâmica, Simulação e Avaliação de Nova Configuração*, Tese de Doutorado, Unicamp, 1997.
- DIAS, M.; ENSINAS, A.; NEBRAC, S.; MACIEL, R.; ROSSELLA, C.; Wolf, M. Production of Bioethanol and Other Bio-based Materials from Sugarcane Bagasse: Integration to Conventional Bioethanol Production Process. *Chemical Engineering Research and Design*, v. 87, p. 1206–1216, 2009.
- DU, Y.; ZHAO, R., JIN, L.; WANG, S.; YU, G.; Start-up process dynamics of plate distillation columns, *Chinese Journal of Chemical Engineering*, v. 3, p. 1-10, 1988
- 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, p. 1091–1097, 2000.
- EMHAMED, A. M.; CZUCZAI, B.; REV, E.; LELKES, Z.; Analysis of Extractive Distillation with Mathematical Programming, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 47, p. 9983-9995, 2008.
- FABRO, J. A.; ARRUDA, L. V. R.; NEVES, F. JR.; Startup of a distillation column using intelligent control techniques. *Computers and Chemical Engineering*, v. 30, p. 309-320, 2005.
- FIEG, G.; WOZNY, G.; Experimental and theoretical studies of the dynamics of startup and product switchover operations of distillation columns. *Chemical Engineering and Processing*, v.32, p. 283-290, 1993.
- FIGUEIRÊDO, M. F.; BRITO, K. D.; RAMOS, W. B.; VASCONCELOS, L. G. S.; BRITO, R. P.; Optimization of the Design and Operation of Extractive Distillation Processes, *Separation Science and Technology*, v. 50, p. 2238-2247, 2015.
- FIGUEROA et al. Improvements on Anhydrous Ethanol Production by Extractive Distillation Using Ionic Liquid as Solvent. *Procedia Engineering* 42 1016 – 1026, 2012.

- FORNER, F.; BREHELIN, M.; ROUZINEAU, D.; MEYER, M.; REPKE, J.U.; Startup of a reactive distillation process with a decanter. *Chem. Eng. Process.* v. 47. p. 1976 -1985. 2008.
- FRANK, T. C. Break azeotropes with pressure sensitive distillation. *Chemical Engineering Progress.* v. 93, n. 4, p. 52-63, 1997.
- GANGULY, S.; SARAF, D. N.; Startup of a distillation column using nonlinear analytical model predictive control, *Ind. Eng. Chem. Res.*, v. 32, p. 1667-1675, 1993.
- GIL, I. D. et al. Extractive distillation of acetone/methanol mixture using water as entrainer. *Ind. Eng. Chem. Res.* v. 48, p. 4858, 2009.
- GIL, I. D.; GÓMEZ, J. M.; and RODRÍGUEZ, G.; Control of an extractive distillation process to dehydrate ethanol using glycerol as entrainer, *Computers and Chemical Engineering*, v. 39, p. 129-14239, 2012.
- HAN, M.; PARK, S.; Startup of Distillation Columns Using Profile Position Control Based on a Nonlinear Wave Model. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 38, p. 1565-1574, 1999.
- KERDDONFAK, D.; SRINOPHAKUN T. R.; Dynamic Simulation and Start-up Scenario a Pilot Distillation Column for Separating C6-C8 Hydrocarbons, *Appl Sci Technol*, v.8, n. 1, p. 77-85, 2015.
- KISTER, H. Z.; *Distillation Operation*. McGraw Hill Professional - Technology & Engineering - 729 pages, 1990.
- KRUSE, C.; FIEG, G.; WOZNY, G. A new time-optimal strategy for column startup and product changeover. *J. Proc. Cont.*, v. 6, 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.
- LEK-UTAIWAN, P.; SUPHANIT, B.; DOUGLAS, P. L.; MONGKOLSIRI, N. Design of extractive distillation for the separation of close-boiling mixtures: Solvent selection and column optimization. *Computers and Chemical Engineering*, 35, 1088-1100, 2011.
- LI, G.; BAI P.; New operation strategy for separation of ethanol-water by extractive distillation. *Ind. Eng. Chem. Res.*, v.51, n.6, p.2723-2729, 2012.
- LIGERO, E. L., *Separação da Mistura Etanol/Água Através da Técnica de Mudança de Pressão e Adição de Componente de Arraste – Economia de Energia*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campina, 1994.
- LOWE, K.; WOZNY, G.; A New Strategy for Product Switchover and Startup for a Heat- and Mass-Integrated Distillation System. *Chemical Engineering and Processing*, v. 40: p. 295–302, 2001.



LUYBEN, W. L.; American Institute of Chemical Engineers. Distillation Design and Control Using Aspen Simulation, 1st ed., John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, 2006.

MANCA, D.; MANENTI, F.; Improving Safety and Reliability in the Start-Up of Separation Units, Chemical Engineering Transactions, ISBN 978-88-95608-07-5, v. 13, p. 93-100, 2008.

MUJTABA, I. M.; Optimization of Batch Extractive Distillation Processes for Separating Close Boiling and Azeotropic Mixtures. Chemical Engineering Research and Design, v. 77, p. 588-596, 1999.

NUNES, I. C.; FIGUEIRÊDO, M. F.; BRITO, K. D.; BRITO, R. P.; Effect of solvent feeding time on the start-up operation of an extractive distillation column. 26th European Symposium on Computer Aided Process Engineering - ESCAPE 26. v. 38, p. 1407–1412, 2016.

NUNES, I. C.; DAMASCENO, A. S.; VASCONCELOS, A. L. U. FIGUEIRÊDO, M. F.; BRITO, R. P.; BRITO, K. D.; RAMOS, W. B.; Effect of Purging Time During Distillation Column Startups, Industrial & Engineering Chemistry Research, v. 57, p. 8771-8783, 2018.

RAMOS, W. B.; Avaliação Do efeito do teor de solvent e da integração térmica no controle do processo de obtenção de etanol anidro via destilação extrativa, Tese de doutorado, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2016.

REEPMEYER, F.; REPKE, J. U.; WOZNY, G.; Time optimal start-up strategies for reactive distillation columns, Chemical Engineering Science, v. 59, p. 4339 – 4347, 2004.

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.

SEADER, J. D., HENLEY, E. J., ROPER, D.K. **Separation Process Principles**. Third edition, New York: Wiley, 2011.

SCENNA, N. J.; BENZ, S. J.; FRANCESCONI, J. A.; RODRIGUEZ, N. H.; Start-Up of Homogeneous Azeotropic Distillation Columns with Multiple Steady States. Ind. Eng. Chem. Res., v. 43, p. 553-565, 2004.

SORENSEN E., SKOGESTAD S. Optimal startup procedures for batch distillation. Computers and Chemical engineering, vol. 20, p. S1275-S1262, 1996.

TUTUTI-AVILA, S.; GUTIÉRREZ. A.J.; HAHN, J. Control analysis of an extractive dividing-wall column used for ethanol dehydration. Chemical Engineering Processing. v. 82, pp. 88-100. 2014.

VARBANOV, P.; KLEIN, A.; REPKE, J. U.; WOZNY, G.; Minimising the startup duration for mass- and heat-integrated two-column distillation systems: A conceptual approach. Chemical Engineering and Processing, v. 47, p. 1456–1469, 2008.

VASCONCELOS, A. L. U.; Desenvolvimento e avaliação de partida de um sistema de colunas de destilação termicamente acopladas para a obtenção do etanol anidro, Tese de doutorado, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2015.

WENG, K. C.; LEE, H. Y.; Dynamic Start-Up Policies of Extractive Distillation for Dehydration of Iso-Propyl Alcohol Process. The 5th International Symposium on Advanced Control of Industrial Processes ADCONIP 2014, Hiroshima, Japan, 2014.

WERLE, L. O; MARANGONI, C; TELEKEN, J. G.; MACHADO, R. A. F. An experimental startup of a distillation column using new proposal of distributed heating for reduction of the transients. 10th International Symposium on Process Systems Engineering. Salvador, 2009.

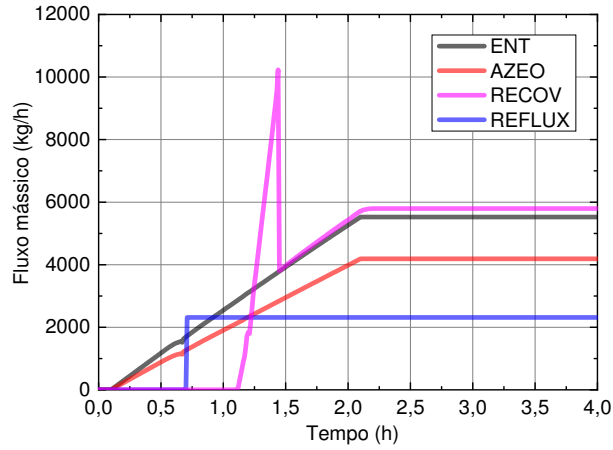
WOINAROSCHY, A.; ISOPESC, R.; Time-optimal control of dividing-wall distillation columns. Industrial & Engineering Chemistry Research. v. 49, p. 9195–9208, 2010.

WOZNY, G.; LI, P. Optimization and experimental verification of start-up policies for distillation columns. Computers and Chemical Engineering, v. 28, p. 253–265, 2004.

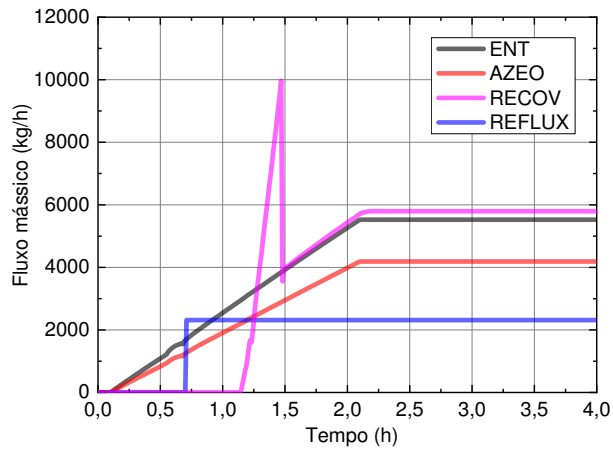
ZHAO, Y. C.; ZHANG, J.; QIU, T.; ZHAO, J. S.; XU, Q.; Flare Minimization during Startups of An Integrated Cryogenic Separation System via Dynamic Simulation, Industrial & Engineering Chemistry Research, v. 53, p. 1553-1562, 2014.

## Apêndice A: Resultados complementares do capítulo 4

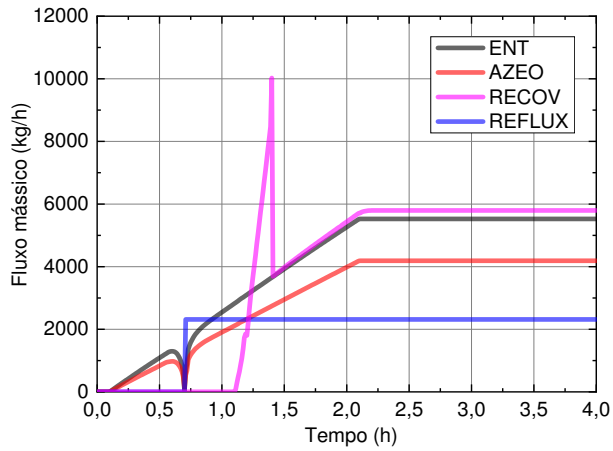
Figura A. 1 – Comportamento dinâmico para os fluxos mássicos que integram o processo de destilação, para os cenários: (a) #1, (b) #6 e (c) #9.



(a)

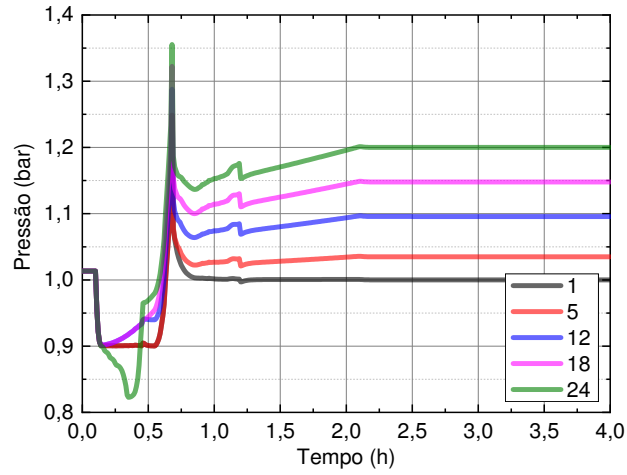


(b)

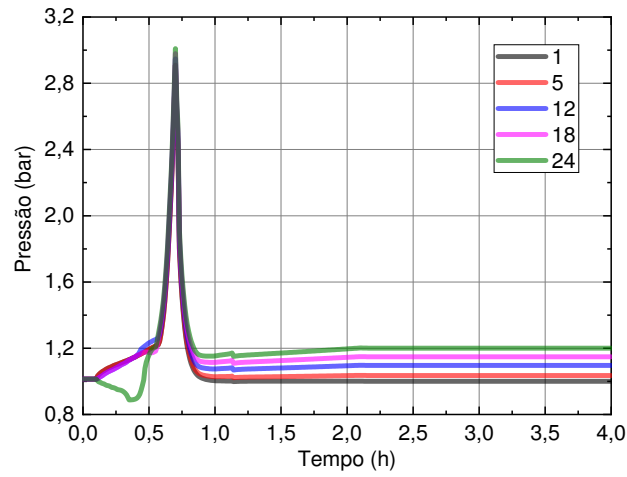


(c)

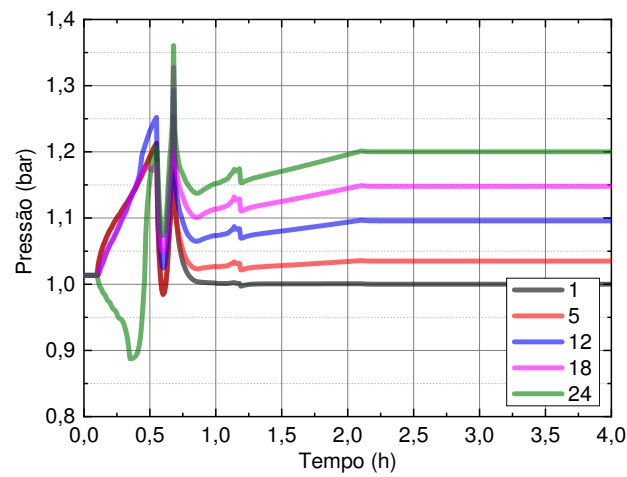
Figura A. 2 – Comportamento dinâmico para a pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para os cenários: (a) #1, (b) #6 e (c) #9.



(a)

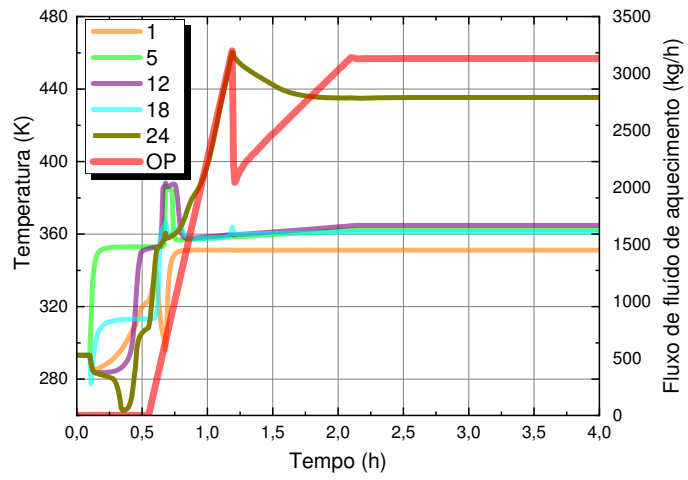


(b)

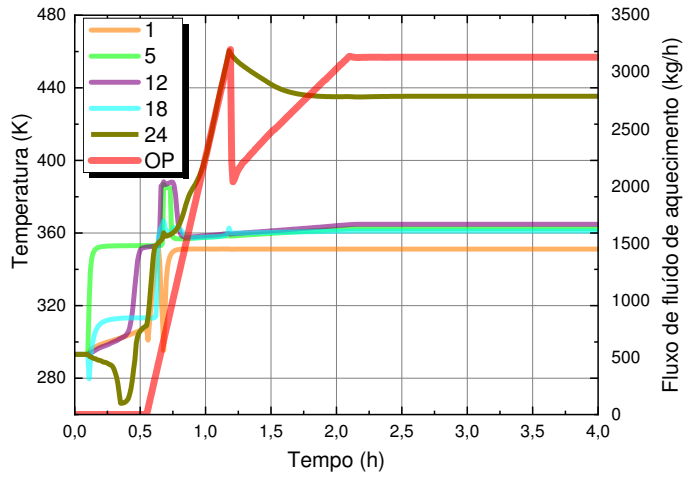


(c)

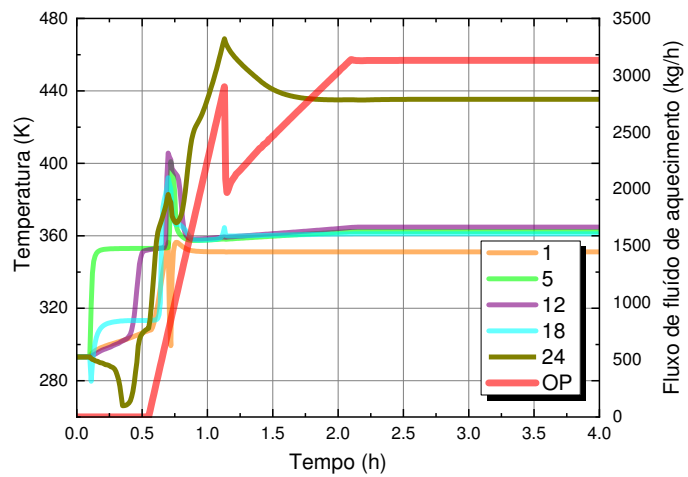
Figura A. 3 – Comportamento dinâmico para a temperatura de determinados estágios da coluna extrativa, para os cenários: (a) #1, (b) #6 e (c) #9.



(a)

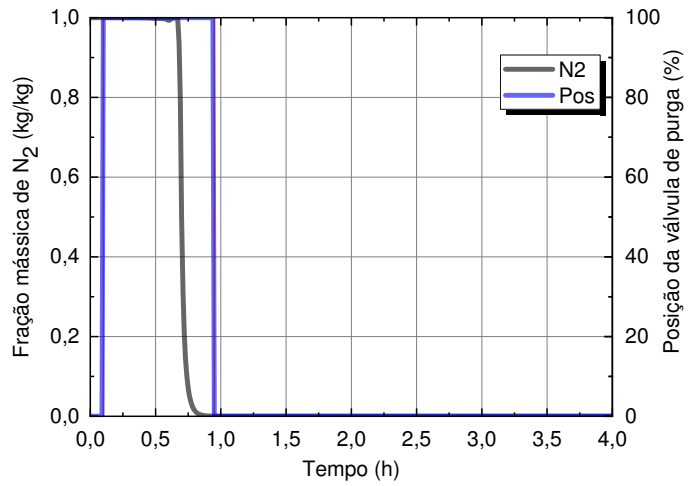


(b)

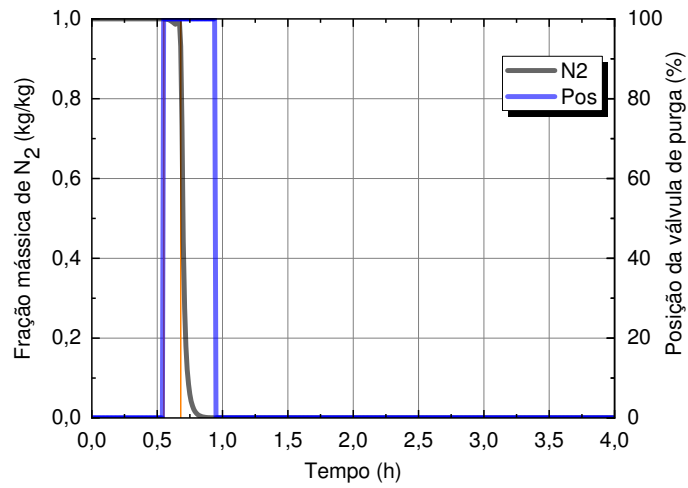


(c)

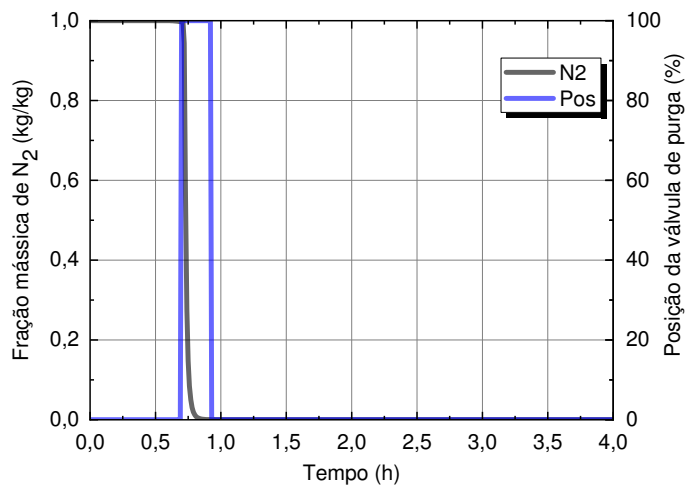
Figura A. 4 – Comportamento dinâmico da composição mássica do N<sub>2</sub> no topo da coluna extrativa e da posição da válvula de purga, para os cenários: (a) #1, (b) #6 e (c) #9.



(a)

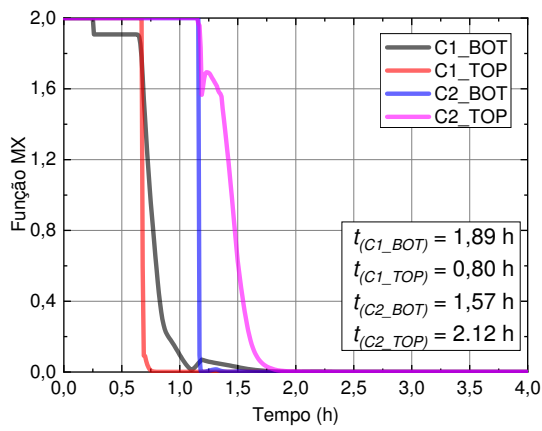


(b)

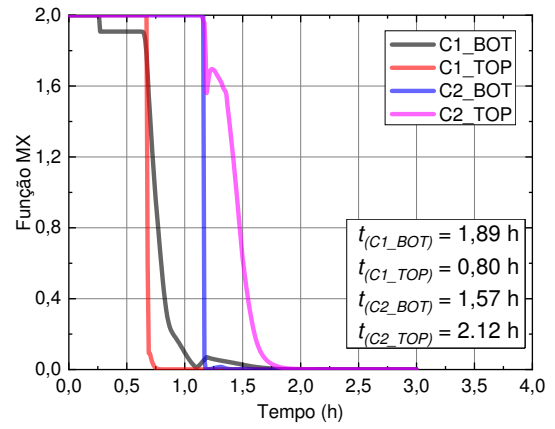


(c)

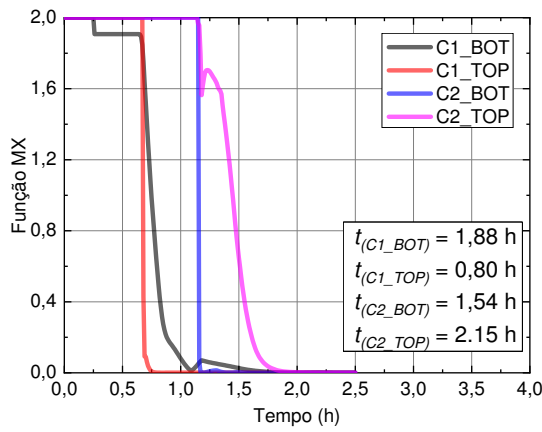
Figura A. 5 – Comportamento dinâmico da função MX, para os cenários: (a) #1, (b) #2, (c) #6, (d) #9 e (e) #10.



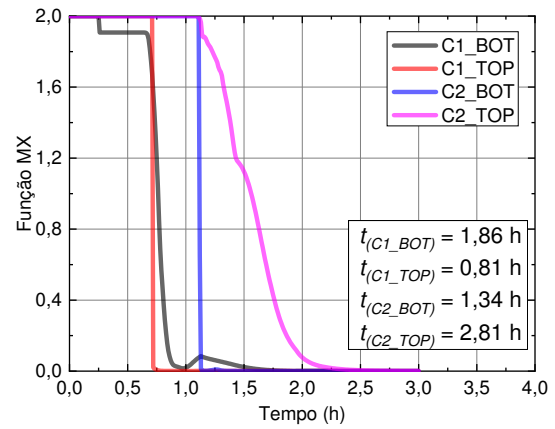
(a)



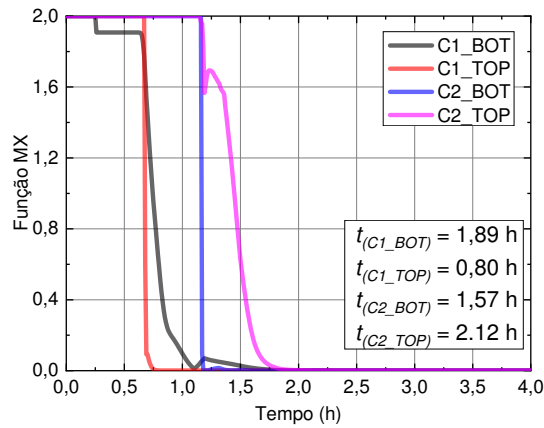
(b)



(c)



(d)



(e)

## Apêndice B: *Tasks* desenvolvidos para os modelos implementados no capítulo 4.

Colstartup1

Task Colstartup1 Runs at 0

// Colocar o controle de pressão em modo automático:

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

//Pause;

End

Colstartup2

Task Colstartup2 Runs at 0.1

// Iniciar a alimentação de solvente na coluna extrativa:

```
While (Blocks("COL1_SolFC").OPMan < 50) do  
  Blocks("COL1_SolFC").OPMan: Blocks("COL1_SolFC").OPMan + 0.25;  
  wait 0.01;  
endwhile;
```

// Colocar a alimentação de solvente em modo automático:

```
Blocks("COL1_SolFC").Automan: 0;  
Blocks("COL1_SolFC").SP: 4186.10;
```

End

Colstartup3

Task Colstartup3 Runs at 0.1

// Iniciar a alimentação de mistura etanol-água na coluna extrativa:

```
While (Blocks("COL1_AzeoFC").OPMan < 50) do  
  Blocks("COL1_AzeoFC").OPMan: Blocks("COL1_AzeoFC").OPMan + 0.25;  
  wait 0.01;  
endwhile;
```

// Colocar a alimentação de mistural etanol-água em modo automático:



```
Blocks("COL1_AzeoFC").Automan: 0;  
Blocks("COL1_AzeoFC").SP: 5524.09;
```

```
End
```

#### Colstartup4

Task Colstartup4 Runs at 0

```
// Aguardar a especificação de nível para o fundo da coluna extrativa:
```

```
Wait for Blocks("COL1_SumpLC").PV >= 0.2;
```

```
// Iniciar o aquecimento da coluna extrativa:
```

```
While (Blocks("COL1_RebTC").Opman <= 1800) do  
  Blocks("COL1_RebTC").OPMan: Blocks("COL1_RebTC").OPMan + 50;  
  Wait 0.01;
```

```
Endwhile;
```

```
While (Blocks("COL1_RebTC").PV <= 95.46) do  
  Blocks("COL1_RebTC").OPMan: Blocks("COL1_RebTC").OPMan + 50;  
  Wait 0.01;  
Endwhile;
```

```
// Colocar o controle de temperatura em modo automático:
```

```
Wait for Blocks("COL1").Stage(19).T >= 94.46;  
Blocks("COL1_RebTC").Automan: 0;  
Blocks("COL1_RebTC").SP: 94.46;
```

```
End
```

#### Colstartup5

Task Colstartup5 Runs at 0

```
// Colocar o controle de nível para o vaso da coluna extrativa no modo automático:
```

```
Wait for Streams("N21-1").Zmn("NITROGEN") <= 0.0001;  
Wait for Streams("ETOH-1").Zmn("ETOH") >= 0.9999;
```

```
Blocks("COL1_DrumLC").Automan: 0;  
Blocks("COL1_DrumLC").SP: 1.2125;
```

```
//Pause;  
End
```

#### Colstartup6

Task Colstartup6 Runs at 0

// Iniciar o refluxo para a coluna extrativa (COL1):

```
Wait for Blocks("COL1_DrumLC").PV >= 0.2;  
Blocks("COL1_RefFC").OPMan: 2311.3586;
```

End

#### Colstartup7

Task Colstartup7 Runs at \*

// Abrir a válvula para remoção do nitrogênio:

```
Blocks("B4").pos: 100;
```

// Aguardar a remoção total do nitrogênio:

```
Wait for Streams("N21-1").Zmn("NITROGEN") <= 0.0001;
```

// Iniciar a purga do Nitrogênio para a Coluna Extrativa:

```
Blocks("B4").pos: 0;  
Wait 0.01;
```

End

\* Tempo de inicialização da purga: 0,10 h, 0,20 h, 0,30 h, 0,40 h, 0,50 h, 0,55 h, 0,60 h, 0,65 h, 0,70 h e 0,75 h.

#### Colstartup8

Task Colstartup8 Runs at 0

// Aguardar a remoção total do nitrogênio:

```
Wait for Streams("N21-1").Zmn("NITROGEN") <= 0.0001;
```

// Colocar o controle de pressão, para a coluna de recuperação, em modo automático:

```
Blocks("COL2_CondPC").Automan: 0;  
Blocks("COL2_CondPC").SP: 0.6;
```

```
// Aguardar especificação de etanol na corrente de fundo da coluna extrativa:

    Wait for Streams("EG+H2O-1").Zmn("ETOH") <= 0.0001;

// Iniciar a alimentação da coluna de recuperação:

While (Blocks("COL1_SumpLC").PV >= 1.2) do
    Blocks("COL1_SumpLC").OPMan: Blocks("COL1_SumpLC").OPMan + 3;
    wait 0.01;
endwhile;

// Colocar o controle de nível para o fundo da coluna extrativa no modo automático:

Blocks("COL1_SumpLC").Automan: 0;
Blocks("COL1_SumpLC").SP: 1.1875;

End
```

#### Colstartup9

Task Colstartup9 Runs at 0

```
// Abrir a válvula para remoção do nitrogênio da coluna de recuperação:

    Wait for Blocks("COL1_SumpLC").OPMan >= 0.1;

    Blocks("B7").pos: 100;
    Wait 0.01;

// Aguardar a remoção total do nitrogênio:

    Wait for Streams("N22-1").Zmn("NITROGEN") <= 0.0001;
    Blocks("B7").pos: 0;

End
```

#### Colstartup10

Task Colstartup10 Runs at 0

```
// Iniciar o refluxo para a coluna extrativa (COL1):

    Wait for Blocks("COL2_DrumLC").PV >= 0.2;

    Blocks("COL2_RefFC").Automan: 1;
    Blocks("COL2_RefFC").OPman: 544.907;

End
```

**Colstartup11**

Task Colstartup11 Runs at 0

// Aguardar a especificação de nível para o fundo da coluna de recuperação:

Wait for Blocks("COL2\_SumpLC").PV &gt;= 0.2;

// Iniciar o aquecimento da coluna de recuperação:

While (Blocks("COL2\_RebTC").Opman &lt;= 599) do

Blocks("COL2\_RebTC").OPMan: Blocks("COL2\_RebTC").OPMan + 60;

Wait 0.01;

Endwhile;

// Colocar o controle de temperatura em modo automático:

Wait for Blocks("COL2\_RebTC").PV &lt;= 92;

Blocks("COL2\_RebTC").Automan: 0;

Blocks("COL2\_RebTC").SP: 92.2351;

End

**Colstartup12**

Task Colstartup12 Runs at 0

// Colocar o controle de nível para o vaso da coluna de recuperação no modo automático:

Wait for Streams("N22-1").Zmn("NITROGEN") &lt;= 0.0001;

Wait for Streams("H2O-1").Zmn("H2O") &gt;= 0.999;

Blocks("COL2\_DrumLC").Automan: 0;

Blocks("COL2\_DrumLC").SP: 0.6875;

End

**Colstartup13**

Task Colstartup13 Runs at 0

// Aguardar a especificação de nível para o fundo da coluna de recuperação:

Wait for Streams("N22-1").Zmn("NITROGEN") &lt;= 0.0001;

Wait for Streams("EG-1").Zmn("EG") &gt;= 0.999;

// Iniciar o reciclo de solvente:

```
While (Blocks("COL2_SumpLC").Opman <= 50) do
  Blocks("COL2_SumpLC").Opman: Blocks("COL2_SumpLC").Opman + 2.5;
  Wait 0.01;
Endwhile;

// Colocar o controle de nível para o fundo da coluna de recuperação no modo automático:

Blocks("COL2_SumpLC").Automan: 0;
Blocks("COL2_SumpLC").SP: 1.05;

End
```

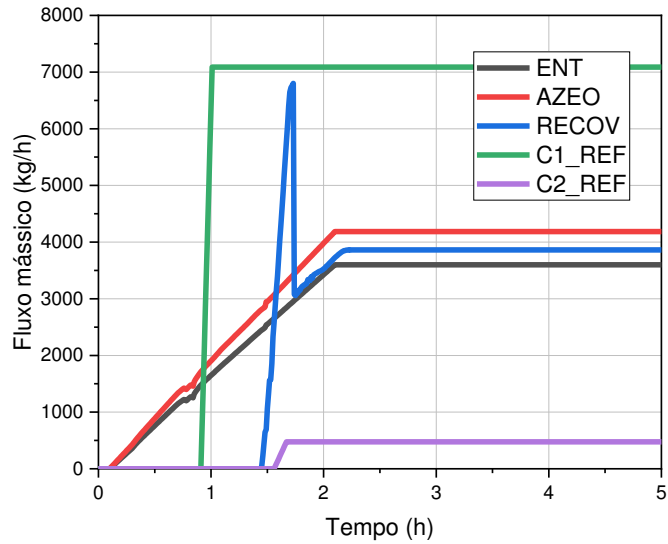
```
Colstartup14
Task Colstartup14 Runs at 0

  Wait 4;

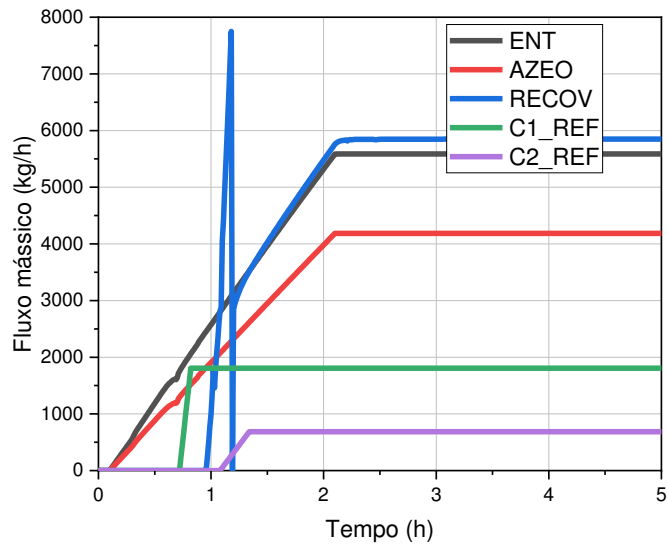
End
```

## Apêndice C: Resultados complementares do capítulo 5

Figura C. 1 – Comportamento dinâmico dos fluxos mássicos que integram o processo, para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente.

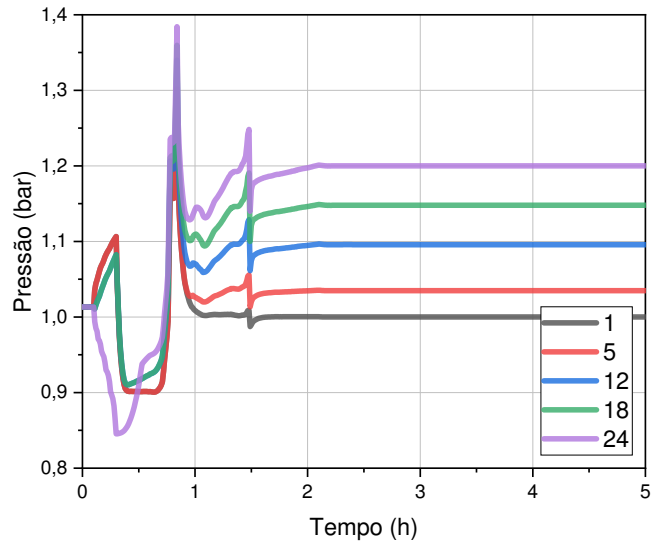


(a)

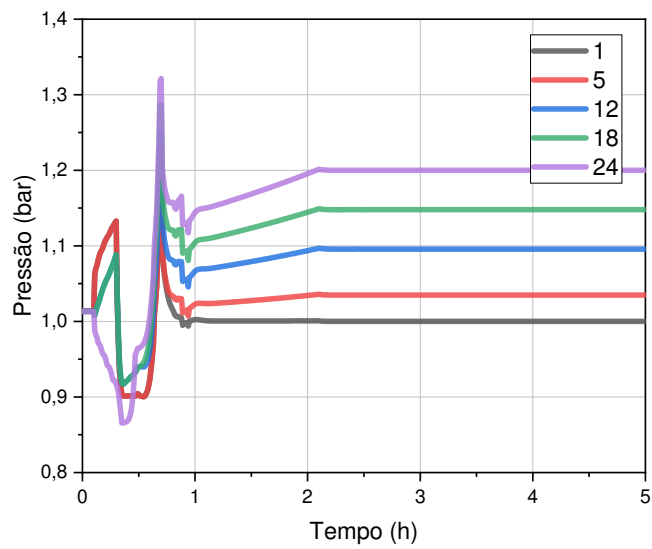


(b)

Figura C. 2 – Comportamento dinâmico para a pressão de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente.

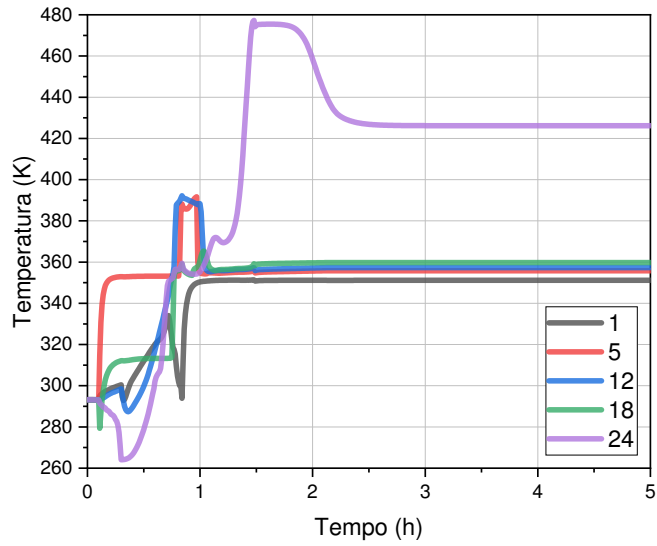


(a)

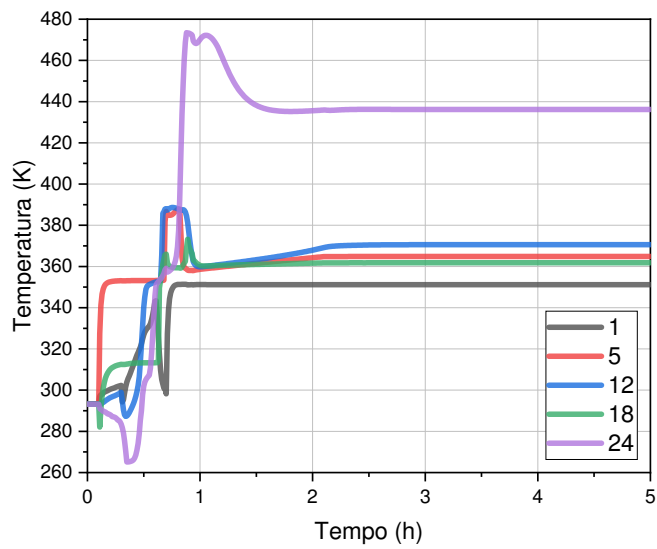


(b)

Figura C. 3 – Comportamento dinâmico para a temperatura de determinados estágios da coluna extrativa, para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente.



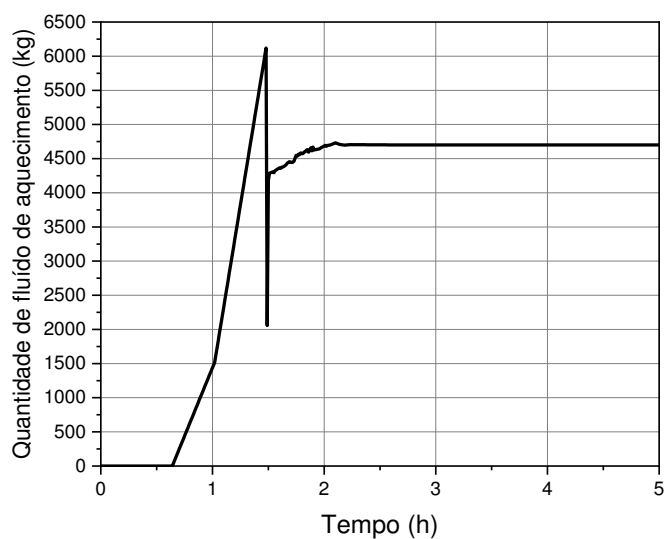
(a)



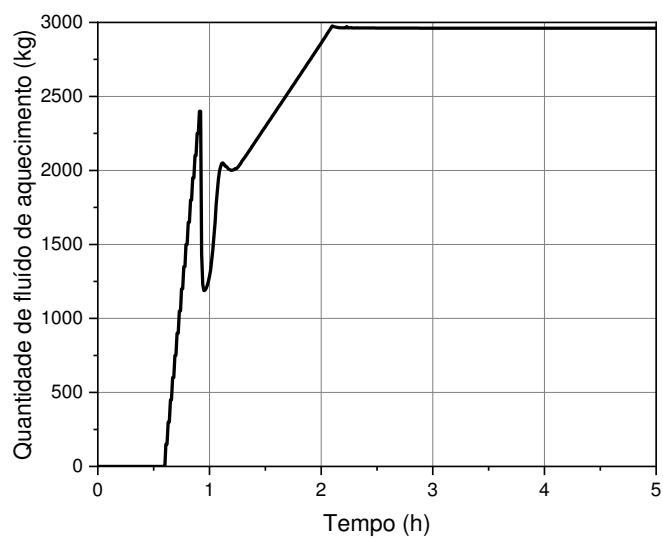
(b)



Figura C. 4 – Comportamento dinâmico da taxa de fluido de aquecimento utilizado na coluna extrativa, para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente.

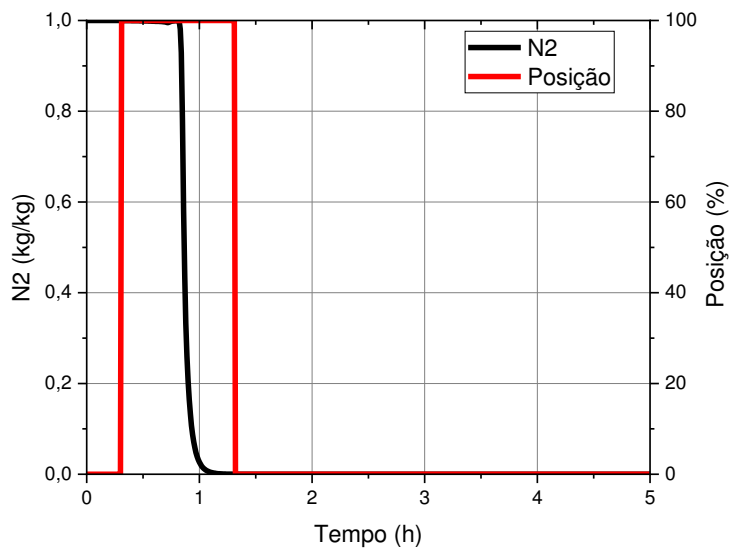


(a)

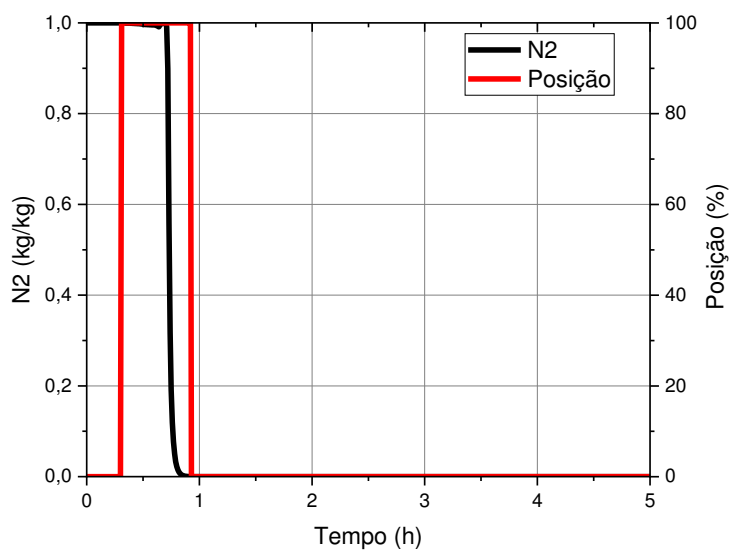


(b)

Figura C. 5 – Comportamento dinâmico da composição mássica do N<sub>2</sub> no topo da coluna extrativa e da posição da válvula de purga, para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente.

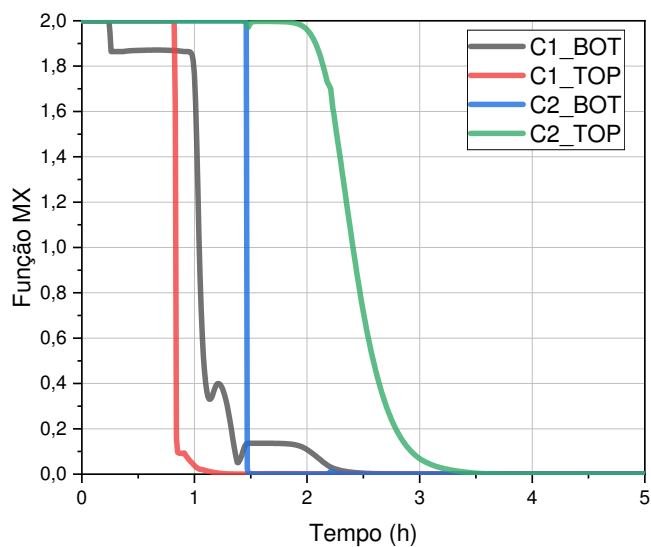


(a)

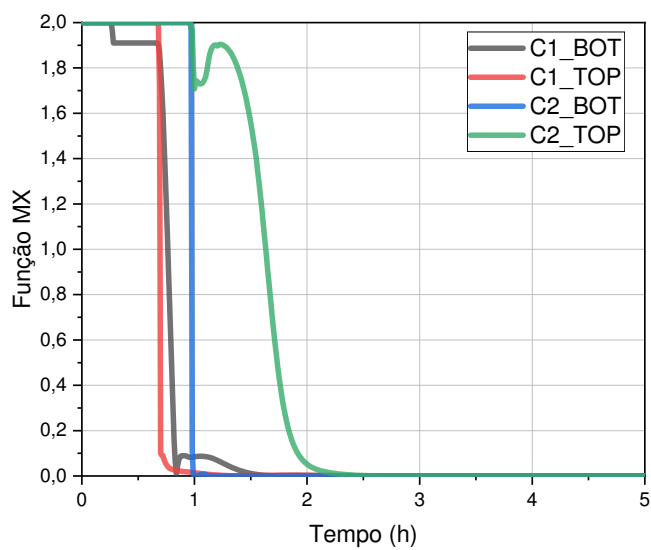


(b)

Figura C. 6 – Comportamento dinâmico da função MX, para os cenários para a simulação operando com: (a) 30% e (c) 70% em teor de solvente.



(a)



(b)

## Apêndice D: *Tasks* desenvolvidos para os modelos implementados no capítulo 5.

Colstartup\_100

Task Colstartup\_100 Runs at 0

// Colocar o controle de pressão em modo automático:

Blocks("COL1\_CondPC").Automan: 0;

Blocks("COL1\_CondPC").SP: 1;

//Pause;

End

Colstartup\_101

Task Colstartup\_101 Runs at 0.1

// Iniciar a alimentação de solvente na coluna extrativa:

While (Blocks("COL1\_SolFC").OPMan < 50) do

Blocks("COL1\_SolFC").OPMan: Blocks("COL1\_SolFC").OPMan + 0.25;

wait 0.01;

endwhile;

// Colocar a alimentação de solvente em modo automático:

Blocks("COL1\_SolFC").Automan: 0;

Blocks("COL1\_SolFC").SP: \*;

End

\* Vazão mássica de solvent (*Setpoint*): 3599,9695 (30%); 3724,1064 (50%); 5586,1596 (70%).

Colstartup\_102

Task Colstartup\_102 Runs at 0.1

// Iniciar a alimentação de mistura etanol-água na coluna extrativa:

While (Blocks("COL1\_AzeoFC").OPMan < 50) do

Blocks("COL1\_AzeoFC").OPMan: Blocks("COL1\_AzeoFC").OPMan + 0.25;

wait 0.01;

endwhile;

```
// Colocar a alimentação de mistural etanol-água em modo automático:
```

```
Blocks("COL1_AzeoFC").Automan: 0;
Blocks("COL1_AzeoFC").SP: 4186.0976;
```

```
End
```

### Colstartup\_103

Task Colstartup\_103 Runs at 0

```
// Aguardar a especificação de nível para o fundo da coluna extrativa:
```

```
Wait for Blocks("COL1_SumpLC").PV >= *;
```

```
// Iniciar o aquecimento da coluna extrativa:
```

```
While (Blocks("COL1_RebTC").PV <= 90) do
  Blocks("COL1_RebTC").OPMan: Blocks("COL1_RebTC").OPMan + 40;
  Wait 0.01;
Endwhile;
```

```
While (Blocks("COL1_RebTC").PV < 100) do
  Blocks("COL1_RebTC").OPMan: Blocks("COL1_RebTC").OPMan + 100;
  Wait 0.01;
Endwhile;
```

```
Wait for Blocks("COL1").Stage(19).T >= **;
Wait for Streams("EG+H2O-1").Zmn("ETOH") <= 0.0001;
```

```
// Colocar o controle de temperatura em modo automático:
```

```
Wait for Blocks("COL1").Stage(19).T >= 94.46;
Blocks("COL1_RebTC").Automan: 0;
Blocks("COL1_RebTC").SP: ***;
```

```
End
```

\* 20% do nível do fundo da coluna: 0,18642 (30%); 0,18842 (50%); 0,21464 (70%) .

\*\* Valor de temperatura próximo ao *setpoint*: 97 (30%); 95 (50%); 97 (70%) .

\*\*\* Temperatura do 19º estágio (*Setpoint*): 96,5062 (30%); 94,4649 (50%); 96,488 (70%) .

### Colstartup\_104

Task Colstartup\_104 Runs at 0

```
// Colocar o controle de nível para o vaso da coluna extrativa no modo automático:
```

```
Wait for Streams("N21-1").Zmn("NITROGEN") <= 0.0001;
Wait for Streams("ETOH-1").Zmn("ETOH") >= 0.995;
```

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

```
End
```

\*\* Nível de vaso de refluxo (*Setpoint*): 1,4575 (30%); 01,2536 (50%); 1,1712 (70%).

#### Colstartup\_105

Task Colstartup\_105 Runs at 0

// Iniciar o refluxo para a coluna extrativa (COL1):

```
Wait for Blocks("COL1_DrumLC").PV >= *;
```

```
While (Blocks("COL1_RefFC").OPMan < *) do
```

```
  Blocks("COL1_RefFC").OPMan: Blocks("COL1_RefFC").OPMan + **;
```

```
  Wait 0.01;
```

```
Endwhile;
```

```
End
```

\* 20% do nível do vaso de refluxo: 0,2915 (30%); 0,25072 (50%); 0,23424 (70%).

\*\* Refluxo mássico (*Setpoint*): 7086,70 (30%); 3096,2758 (50%); 1807,5234 (70%) .

\*\*\* Passo (Refluxo dividido por 10): 708,67 (30%); 309,62758 (50%); 180,75234 (70%) .

#### Colstartup\_106

Task Colstartup\_106 Runs at 0.3

// Abrir a válvula para remoção do nitrogênio:

```
Blocks("COL1_PURG").OPMan: 100;
```

// Aguardar a remoção total do nitrogênio:

```
Wait for Streams("N21-1").Zmn("NITROGEN") <= 0.0001;
```

// Iniciar a purga do Nitrogênio para a Coluna Extrativa:

```
Blocks("COL1_PURG").OPMan: 0;
```

```
End
```

#### Colstartup\_107

```
Task Colstartup_107 Runs at 0

// Aguardar a remoção total do nitrogênio:

Wait for Streams("N21-1").Zmn("NITROGEN") <= 0.0001;

// Colocar o controle de pressão, para a coluna de recuperação, em modo automático:

Blocks("COL2_CondPC").Automan: 0;
Blocks("COL2_CondPC").SP: 0.6;

// Aguardar especificação de etanol na corrente de fundo da coluna extrativa:

Wait for Streams("EG+H2O-1").Zmn("ETOH") <= 0.0001;

// Iniciar a alimentação da coluna de recuperação:

While (Blocks("COL1_SumpLC").PV >= 1) do
  Blocks("COL1_SumpLC").OPMan: Blocks("COL1_SumpLC").OPMan + 4;
  wait 0.01;
endwhile;

// Colocar o controle de nível para o fundo da coluna extrativa no modo automático:

Blocks("COL1_SumpLC").Automan: 0;
Blocks("COL1_SumpLC").SP: *;

End
```

\* Nível de fundo (*Setpoint*): 0,9321 (30%); 0,9421 (50%); 1,0732 (70%).

#### Colstartup\_108

```
Task Colstartup_108 Runs at 0

// Abrir a válvula para remoção do nitrogênio da coluna de recuperação:

Wait for Blocks("COL1_SumpLC").OPMan >= 0.1;

Blocks("COL2_PURG").OPMan: 100;
Wait 0.01;

// Aguardar a remoção total do nitrogênio:

Wait for Streams("N22-1").Zmn("NITROGEN") <= 0.0001;
Blocks("COL2_PURG").OPMan: 0;

End
```

Colstartup_109
<p>Task Colstartup_109 Runs at 0</p> <p>// Iniciar o refluxo para a coluna extrativa (COL1):</p> <p>    Wait for Blocks("COL2_DrumLC").PV &gt;= 0.1079;</p> <p>    While (Blocks("COL2_RefFC").OPMan &lt; *) do          Blocks("COL2_RefFC").OPMan: Blocks("COL2_RefFC").OPMan + **;          Wait 0.01;      Endwhile;</p> <p>End</p>

\* Refluxo mássico (*Setpoint*): 432,2972 (30%); 446,834 (50%); 660,0321 (70%) .

\*\* Passo (Refluxo dividido por 10): 43.22972 (30%); 44,6834 (50%); 66,00321 (70%) .

Colstartup_110
<p>Task Colstartup_110 Runs at 0</p> <p>// Aguardar a especificação de nível para o fundo da coluna de recuperação:</p> <p>    Wait for Blocks("COL2_SumpLC").PV &gt;= *;</p> <p>// Iniciar o aquecimento da coluna de recuperação:</p> <p>    While (Blocks("COL2_RebTC").Opman &lt; 400) do          Blocks("COL2_RebTC").OPMan: Blocks("COL2_RebTC").OPMan + 100;          Wait 0.02;      Endwhile;</p> <p>// Colocar o controle de temperatura em modo automático:</p> <p>    Wait for Blocks("COL2_RebTC").PV &lt;= **;          Blocks("COL2_RebTC").Automan: 0;          Blocks("COL2_RebTC").SP: ***;</p> <p>End</p>

\* 20% do nível do fundo da coluna: 0,18378 (30%); 0,18586 (50%); 0,11786 (70%).

\*\* Valor de temperatura proximo ao *setpoint*: 99 (30%); 99 (50%); 100 (70%) .

\*\*\* Refluxo mássico (*Setpoint*): 99,3082 (30%); 99,3436 (50%); 100,048 (70%) .

Colstartup_111
Task Colstartup_111 Runs at 0



```
// Colocar o controle de nível para o vaso da coluna de recuperação no modo automático:

Wait for Streams("N22-1").Zmn("NITROGEN") <= 0.0001;
Wait for Streams("H2O-1").Zmn("H2O") >= 0.999;

Blocks("COL2_DrumLC").Automan: 0;
Blocks("COL2_DrumLC").SP: *;

End
```

\*\* Nível de vaso de refluxo (*Setpoint*): 0,5358 (30%); 0,5395 (50%); 0,5893(70%).

#### Colstartup\_112

Task Colstartup\_112 Runs at 0

```
// Aguardar a especificação de nível para o fundo da coluna de recuperação:
```

```
Wait for Streams("N22-1").Zmn("NITROGEN") <= 0.0001;
Wait for Streams("EG-1").Zmn("EG") >= 0.999;
```

```
// Iniciar o reciclo de solvente:
```

```
While (Blocks("COL2_SumpLC").Opman <= 50) do
  Blocks("COL2_SumpLC").Opman: Blocks("COL2_SumpLC").Opman + 2.5;
  Wait 0.01;
Endwhile;
```

```
// Colocar o controle de nível para o fundo da coluna de recuperação no modo automático:
```

```
Blocks("COL2_SumpLC").Automan: 0;
Blocks("COL2_SumpLC").SP: *;
```

```
End
```

\*\* Nível do fundo da coluna (*Setpoint*): 0,9189 (30%); 0,9293 (50%); 1,0638 (70%).

#### Colstartup\_113

Task Colstartup\_113 Runs at 0

```
Wait 5;
```

```
End
```

## Apêndice E: Artigo #1

# DESENVOLVIMENTO DE PROCEDIMENTOS DE PARTIDA PARA O PROCESSO DE DESIDRATAÇÃO DO ETANOL

I. C. NUNES<sup>1</sup>, M. F. FIGUEIRÊDO<sup>1</sup> e R. P. BRITO<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia,  
Departamento de Engenharia Química.

E-mail para contato: icarocnunes@gmail.com

*RESUMO – O presente trabalho surgiu a partir da observação da literatura técnica consultada, a qual apresenta poucos relatos de estudos sistemáticos sobre estratégias de partida voltadas para a destilação extrativa. Por esta razão, o processo de desidratação do etanol utilizando etilenoglicol como solvente foi utilizado como estudo de caso. A fim de avaliar o tempo necessário para que o sistema em estudo possa alcançar o estado estacionário, esse trabalho teve como objetivo desenvolver procedimentos de partida a partir de duas estratégias clássicas da literatura: operando com refluxo total e com remoção total do destilado. Os resultados demonstraram que o menor tempo necessário para alcançar o estado estacionário foi obtido pelo procedimento baseado na política de refluxo total. O tempo referente a esse procedimento foi de 4,11 horas. As simulações foram desenvolvidas através do software computacional Aspen Plus e Aspen Plus Dynamics.*

## 1. INTRODUÇÃO

A etapa de partida para uma coluna de destilação pode ser compreendida pelo período que se inicia no momento em que a matéria-prima é introduzida no equipamento, até a completa estabilização do processo. De acordo com Kruse *et al.* (1996), esse período representa um dos processos mais complexos observados na prática industrial devido as bruscas modificações em diversas variáveis relevantes ao processo.

Segundo Fieg *et al.* (1993), a principal finalidade do estudo direcionado a partida dos processos químicos e dos equipamentos é minimizar o tempo necessário para se alcançar o estado estacionário mantendo as especificações dos produtos.

Embora vários estudos tenham reportado os mais diversos problemas relacionados com o comportamento dinâmico das colunas de destilação durante a partida, poucos trabalhos têm abordado o estudo das estratégias de partida direcionado a destilação extrativa. Mais especificamente, de acordo com Weng e Lee (2014), antes deles, nenhum trabalho havia relatado estudos de partida direcionados a destilação de misturas azeotrópicas.

Por esse motivo, o processo de desidratação do etanol anidro utilizando etilenoglicol como solvente foi escolhido como estudo de caso. O objetivo desse trabalho é desenvolver procedimentos de partida com o intuito de obter uma estratégia apropriada para o sistema sob investigação.

## 2. DESCRIÇÃO DO PROBLEMA

O fluxograma elaborado para representar o processo de desidratação do etanol anidro utilizando o etilenoglicol como solvente é apresentado na Figura 1. Esse fluxograma foi desenvolvido através da plataforma *Aspen Plus*. As condições operacionais para o sistema sob investigação foram baseadas no trabalho de Figueirêdo *et al.* (2015).

Para o desenvolvimento da malha de controle, o modelo desenvolvido foi exportado para a plataforma *Aspen Plus Dynamics* como uma simulação do tipo “pressure-driven”. A Figura 1 detalha esse esquema de controle proposto. Após a implementação dos controladores, realizou-se o esvaziamento do sistema. O procedimento de esvaziamento consiste em preencher os equipamentos com um determinado gás inerte a temperatura de 293 K e pressão de  $10^5$  Pa. Essa condição é denominada estado vazio e frio e é concebida a partir de um *script* pré-construído pelo próprio *software*.

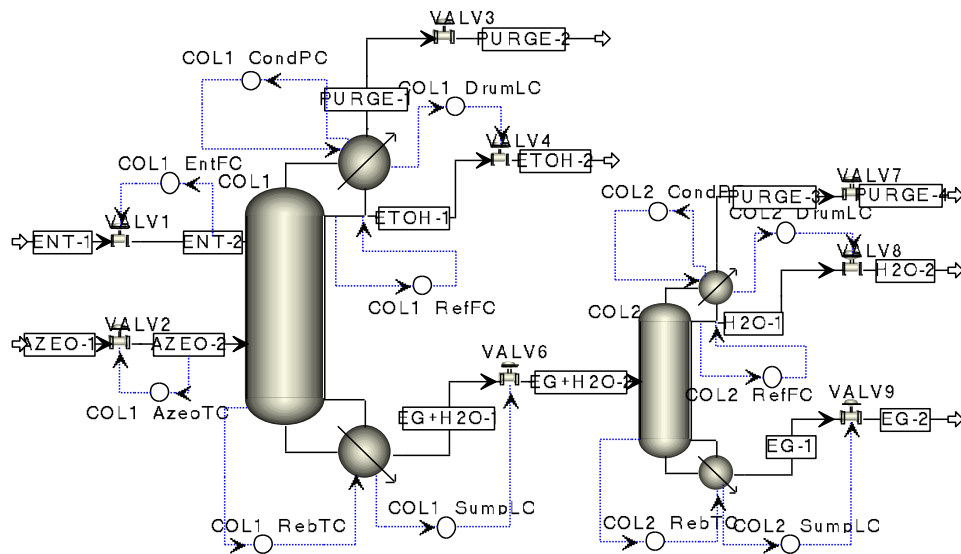


Figura 1 – Fluxograma simplificado do processo de desidratação do etanol anidro e sua malha de controle.

### 3. ESTRATÉGIAS DE PARTIDA

Neste trabalho, os procedimentos operacionais responsáveis por conduzir a unidade em estudo ao estado estacionário foram desenvolvidos a partir de duas abordagens clássicas da literatura: operando com refluxo total (Ruiz *et al.*, 1988) e com remoção total de destilado ou refluxo zero (Kruse *et al.*, 1996).

Como o próprio nome sugere, a estratégia de partida proposta por Ruiz *et al.* (1988) consiste em iniciar uma coluna de destilação retornando todo o líquido condensado na forma de refluxo. Como essa estratégia não apresenta retirada de destilado no topo da coluna, no início do processo, é necessário determinar um ponto de comutação para o refluxo, isto é, um ponto em que o refluxo é fixado em seu valor nominal de operação.

De acordo com Yasouka *et al.*, (1987), o tempo ótimo de alternância, isto é, o momento em que o refluxo deve ser fixado em seu valor estacionário, é o momento em que a diferença entre a temperatura nominal e a temperatura aferida em todos os estágios atinge o seu valor mínimo. A função característica que determina o momento ótimo de alternância proposto pelos autores é representada pela Equação 1.

$$M_T = \sum_{j=1}^n |T_j - T_j^{st}| \quad (1)$$

Onde  $T_j$  e  $T_j^{st}$  representa a temperatura aferida no estágio  $j$  durante a operação de partida e seu valor nominal de operação, respectivamente.

A estratégia proposta por Kruse *et al.* (1996) fundamenta-se na ideia de iniciar a partida de uma coluna removendo todo o líquido condensado na forma de destilado. Como no início a estratégia não apresenta nenhum fluxo retornando a coluna, se faz necessário determinar o momento em que o refluxo é iniciado e fixado em seu valor estacionário. Ainda de acordo com os autores, o momento apropriado para iniciar o refluxo também poderá ser determinado a partir da Equação 1. De forma análoga, o tempo ótimo de alternância para o refluxo deverá ser selecionado no momento em que a Equação 1 apresentar menor valor.

Segundo Weng e Lee (2014), devido à elevada pureza dos produtos, o procedimento de partida terá sido finalizado quando as composições dos produtos satisfizerem a condição descrita pela Equação 2.

$$|X_{p,i} - X_{p,i}^{st}| \leq 0,001$$

(2)

Onde,  $X_{p,i}$  é a fração mássica do componente  $i$  na corrente de produto e  $X_{p,i}^{st}$  é a fração mássica do componente  $i$  na corrente de produto em regime estacionário.

Nesse trabalho, para ambas estratégias de partida, considerou-se tanto a alimentação da mistura azeotrópica quanto a alimentação do solvente são introduzidos de forma contínua, ou seja, sem interrupção. Durante todo o procedimento de partida, o aquecimento da coluna foi realizado manualmente até alcançar o valor da temperatura nominal de operação.

### 3.1. Refluxo Total

O procedimento de partida, desenvolvido segundo a estratégia proposta por Ruiz *et al.*, (1988), é representado pela seguinte sequência de ações:

#### Coluna extrativa

No tempo  $t = 0$ , inicia-se a alimentação da coluna extrativa. Tanto a mistura etanol-água quanto o solvente, etilenoglicol, são introduzidos simultaneamente. Logo após o nível de líquido no fundo da coluna atingir o valor pré-determinado de 0,6 m dá-se início ao aquecimento gradativo da coluna.

As correntes de alimentação de mistura etanol-água e de solvente foram controladas a fim de garantir que a taxa de fluxo se mantivesse constante durante toda a operação.

A medida que a coluna é aquecida, o líquido no fundo da coluna começa a evaporar. Esse vapor, por sua vez, ascende ao longo de toda a coluna até alcançar o condensador. Enquanto isso acontece, a pressão interna do sistema começa a aumentar. Para evitar mudanças na pressão interna no condensador e na coluna, dá-se início ao controle de pressão. A pressão do condensador é controlada através da manipulação do fluxo de fluido refrigerante que o alimenta. O valor estacionário para a pressão no topo da coluna é de  $10^5$  Pa.

Em seguida, abre-se a válvula de purga, localizada no topo do vaso de refluxo, iniciando assim, o processo de purga do nitrogênio. O nitrogênio é um gás inerte normalmente utilizado para pressurizar e esvaziar uma coluna. Após a completa eliminação de todos os gases inertes essa válvula é fechada, sendo mantida nessa posição durante todo o resto da operação.

Além disso, durante o início do procedimento de partida não há retirada de destilado no topo da coluna, isto é, todo o produto retorna para a coluna. Após o tempo ótimo de alternância, o refluxo é fixado em seu valor nominal de operação, enquanto que o controle de nível para o vaso de refluxo é alterado para o modo automático. O nível do vaso de refluxo é controlado através do fluxo de destilado no topo que deixa a coluna. O fluxo que retorna a coluna é fixado em 2310,45 kg/h, enquanto que o nível do vaso é fixado em 1,2075 m.

Nesse momento, deve-se iniciar o controle da temperatura e aguardar a composição no fundo da coluna atingir o seu valor desejado. O controle da temperatura do 21º estágio é realizado através do fluxo de vapor de aquecimento que alimenta o refeedor. A temperatura nominal de operação para o estágio de número 21 é de 371,76 K.

Por fim, deve-se iniciar o controle de nível para o fundo da coluna alterando o controlador para o modo automático e fixando seu valor em 1,075 m. Nesse momento a alimentação da coluna de recuperação é iniciada.

#### Coluna de recuperação

De forma análoga a primeira coluna, deve-se aguardar o nível do fundo da coluna atingir um valor mínimo de operação. Esse valor foi pré-fixado em 0,5 m. Após atingir o nível mínimo exigido, inicia-se o aquecimento da coluna, a eliminação do nitrogênio e a modificação do controle da pressão para o modo automático. O valor estacionário para a pressão no topo da segunda coluna é de  $6 \times 10^4$  Pa.

Até o tempo ótimo de alternância, todo o destilado de topo é retornado para a coluna. Após esse tempo, inicia-se o controle do nível para o vaso de refluxo manipulando o fluxo de produto no topo que deixa a coluna. O nível de operação é então fixado em 0,57 m. O valor nominal de operação para o refluxo é de 526,31 kg/h.

Nesta etapa, a coluna encontra-se sem a presença dos gases inertes, com sua válvula de purga devidamente fechada e seu refluxo fixado em seu valor nominal de operação. Deve-se então continuar o aquecimento gradativo da coluna até sua temperatura atingir seu valor nominal de operação, representado por 364,41 K. Nesse instante, o controle de temperatura referente ao 4º estágio é alterado para o automático.

Assim que a especificação desejada, no fundo da coluna, é alcançada, dá-se início a retirada de destilado na base da coluna, alterando o controle de nível do fundo da coluna para o modo automático. O valor fixado para o nível do fundo da coluna é 1,0625 m.

#### Avaliação do tempo de partida

O resultado do tempo ótimo de alternância entre a operação com refluxo total e seu valor nominal de operação é selecionado através do menor valor da função característica  $MT$ , como ilustra a Figura 2.a. A partir desse gráfico, observa-se que para a coluna extrativa o refluxo deve ter o seu valor alterado no tempo 0,92 h enquanto que a coluna de recuperação deve ter o seu refluxo alterado no tempo 2,46 h.

A Figura 2.b representa o momento em que a composição dos principais produtos alcança seus respectivos valores nominais, estabelecendo, por sua vez, o regime estacionário. Observa-se que o etanol alcança a condição imposta pela Equação 2 no tempo  $t = 0,7$  h, enquanto que o etilenoglicol, presente no fundo da coluna extrativa, alcança essa mesma condição no tempo  $t = 1,61$  h. Portanto, o tempo de partida para a primeira coluna é de 1,61 h.

De forma análoga, o etilenoglicol, recuperado no fundo da segunda coluna, alcança a composição desejada no tempo  $t = 2,77$  h, enquanto que a água, recuperada no topo da coluna, alcança sua composição nominal no tempo 4,11 h, como mostra a Figura 2.b. Portanto, o tempo de partida total para o sistema de colunas é de 4,11 h.

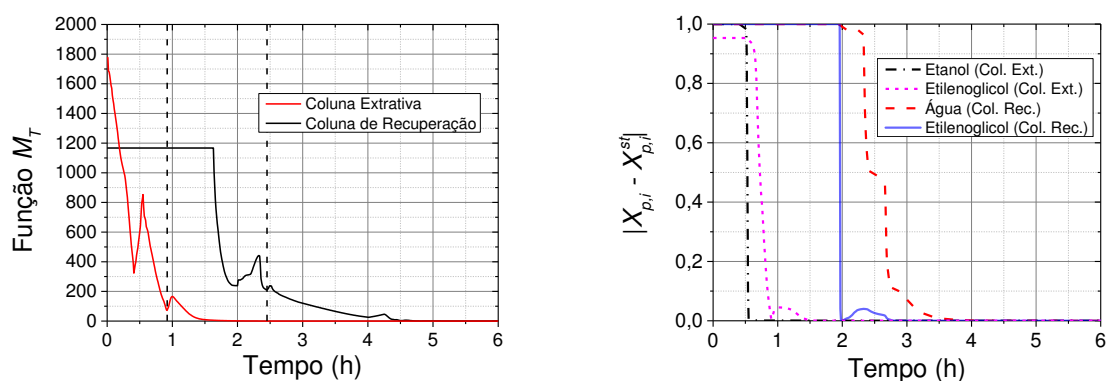


Figura 1 – (a) Tempo ideal de alternância para o refluxo; (b) determinação do tempo total de

partida para a estratégia de refluxo total.

### **3.2. Remoção Total de Destilado**

O procedimento de partida, baseado na estratégia proposta por Kruse et al., (1996), é representado pela seguinte sequência de ações:

#### Coluna extrativa

No tempo  $t = 0$ , inicia-se a alimentação da coluna extrativa. Deve-se aguardar o fundo da coluna atingir o valor pré-fixado em 0,6 m dando início ao aquecimento gradativo da coluna.

Após o pré-aquecimento da coluna, dá-se início ao processo de eliminação dos gases inertes. Enquanto isso acontece, o controlador de pressão é colocado no modo automático e seu valor nominal fixado em  $10^5$  Pa.

Ao contrário da estratégia anterior, durante o início da partida da coluna não existe fluxo retornando para a unidade. Nessa estratégia todo o líquido condensado no topo da coluna é descartado. Após o tempo ótimo de alternância, o refluxo é fixado em seu valor nominal de operação, ao mesmo tempo que o controle do nível para o vaso é iniciado. O nível de operação é então fixado em 1,2075 m.

Após alcançar a temperatura nominal de operação, aciona-se o controlador de temperatura do 21º estágio. Em seguida, deve-se iniciar o controle de nível para o fundo da coluna, dando início a alimentação da coluna de recuperação.

#### Coluna de recuperação

Deve-se aguardar o nível do fundo da coluna atingir o nível de 0,5 m. Na sequência, inicia-se o aquecimento da coluna, a eliminação do nitrogênio e a modificação do controle da pressão para o modo automático.

De forma análoga a coluna extrativa, deve-se aguardar o tempo ideal de alternância para iniciar o refluxo. Após esse tempo, o fluxo que retorna a coluna é fixado em seu valor nominal de operação, ao mesmo tempo que o controle de nível para o vaso de refluxo é alterado para o modo automático.

Deve-se então continuar o aquecimento gradativo da coluna até sua temperatura atingir seu valor nominal de operação, dando início ao controle de temperatura do 4º estágio. Assim que a especificação desejada, no fundo da coluna, é alcançada, dá-se início a retirada de destilado na base da coluna.



### Avaliação do tempo de partida

O resultado do tempo ótimo de alternância entre a operação com refluxo zero e seu valor nominal é selecionado através do menor valor da função característica MT, como é mostrado na Figura 3.a. Observa-se através desse gráfico que o tempo de alternância entre a operação sem refluxo e seu valor nominal deve ocorrer no tempo 0,41 h para a coluna extrativa, enquanto que a coluna de recuperação deve ter o seu refluxo alterado no tempo 2,87 h.

A Figura 3.b representa o momento em que a composição dos principais produtos alcança seus respectivos valores nominais, estabelecendo, desta forma, o regime estacionário. Observa-se que o etanol alcança a condição imposta pela Equação 2 no tempo  $t = 1,65$  h, enquanto que o etilenoglicol, presente no fundo da coluna extrativa, alcança essa mesma condição no tempo  $t = 2,14$  h. Portanto, o tempo de partida para a primeira coluna é de 2,14 h.

De forma análoga, o etilenoglicol, recuperado no fundo da segunda coluna, alcança a composição desejada no tempo  $t = 2,87$  h, enquanto que a água, recuperada no topo da coluna, alcança sua composição nominal no tempo 4,34 h, como mostra a Figura 3.b. Portanto, o tempo de partida para o sistema de colunas é de 4,34 h.

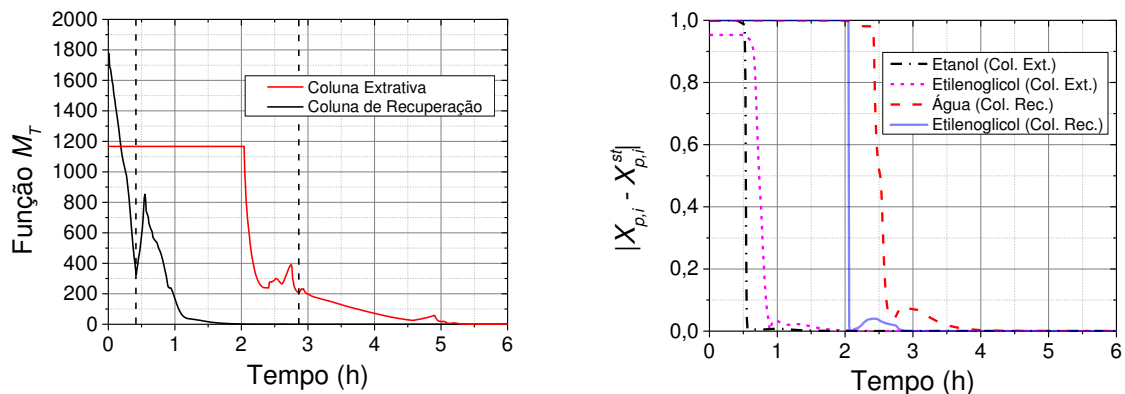


Figura 1 – (a) Tempo ideal de alternância para o refluxo; (b) determinação do tempo total de partida para a estratégia de refluxo total.

## 4. RESULTADOS DAS SIMULAÇÕES

Nesse trabalho, para ambas estratégias de partida, considerou-se tanto o fluxo de mistura azeotrópica quanto o fluxo de solvente alimentados continuamente a coluna extrativa,

ou seja, sem interrupção. Durante todo o procedimento de partida, o aquecimento da coluna foi realizado manualmente até alcançar o valor da temperatura nominal de operação.

A Tabela 1 apresenta os tempos de partida necessários para cada procedimento desenvolvido. Como pode ser observado na Tabela 1, a determinação do tempo de partida total, para ambos os procedimentos, é realizada a partir do tempo de partida para a coluna de recuperação, uma vez que essa coluna demanda mais tempo para alcançar o estado estacionário. Portanto, pode-se concluir que o menor tempo. Portanto, para o sistema em estudo, o procedimento de partida operando com refluxo total demandou menor tempo para atingir o seu valor estacionário.

Tabela 1 – Resultados para o tempo de partida.

	Refluxo total		Refluxo zero	
	Col. Ext.	Col. Rec.	Col. Ext.	Col. Rec.
Tempo (h)	2,77	4,11	2,87	4,34

## 5. CONCLUSÃO

De modo geral, pode-se afirmar que o trabalho alcançou seu objetivo com sucesso, pois a partir do modelo desenvolvido, foi possível a elaboração de procedimentos de partida baseando-se em duas estratégias clássicas da literatura. A partir desse trabalho foi possível determinar qual estratégia de partida é mais apropriada para o processo de desidratação do etanol anidro. A partir das simulações, constatou que o procedimento de partida operado com refluxo total apresenta necessita de um menor tempo para alcançar o estado estacionário. Esse trabalho também alcançou seu objetivo ao representar a partida de um procedimento não convencional de destilação.

## 6. REFERÊNCIAS

FIEG, G; WOZNY, G. Experimental and theoretical studies of the dynamics of startup and product switchover operations of distillation columns, Chem. Eng. & Proc., v. 32, p. 283-290, 1993.

FIGUEIRÊDO, M. F.; BRITO, K. D.; RAMOS, W. B.; VASCONCELOS, L. G. S.; BRITO, R. P. Optimization of the Design and Operation of Extractive Distillation Processes,

Separation Science and Technology, v. 50, p. 2238-2247, 2015.

KRUSE, C.; FIEG, G.; WOZNY, G. A new time-optimal strategy for column startup and product changeover. J. Proc. Cont., v. 6, p. 187-193, 1996.

RUIZ, C. A.; CAMERON, I. T.; GANI, R. A generalized dynamic model for distillation column – III. Study of startup operations. Comput. Chem. Eng., v. 12, p. 1-14, 1988.

WENG, K. C.; LEE, H. Y. Dynamic Start-Up Policies of Extractive Distillation for Dehydration of Iso-Propyl Alcohol Process, 5th International Symposium on Advanced Control of Industrial Processes ADCONIP, Hiroshima, Japan, 2014.

YASUOKA, H.; NAKANISHI, E.; KUNUGITA, E. Design of an online startup system for a distillation column based on a simple algorithm. Int. Chem. Engineering, vol. 27, pp. 466, 1987.

## Apêndice F: Artigo #2

### Effect of Solvent Feeding Time on the Start-up Operation of an Extractive Distillation Column

Ícaro Cazé Nunes<sup>a\*</sup>, Marcella Feitosa de Figueirêdo<sup>a</sup>, Karoline Dantas Brito<sup>a</sup> and Romildo Pereira Brito<sup>a+</sup>

<sup>a</sup> Federal University of Campina Grande, Department of Chemical Engineering, Av. Aprígio Veloso, 882, Bodocongó, Campina Grande – PB, 58109-970, Brazil

icarocnunes@gmail.com

#### Abstract

Just a few papers have addressed the study of start-up operating policies for extractive distillation. For this reason, this paper deals with the design of start-up procedure and the influence of solvent feeding time. The start-up procedure developed is based on total reflux policy. To evaluate the spent time three cases is studied: the solvent feed being introduced at the same time of azeotropic mixture feed, the solvent feed being started thirty minutes and an hour after the azeotropic mixture feed was started. The results showed that the shortest time required to reach the steady state was achieved when both feed streams were feeding at the same time, the startup period was 2.86 hours.

**Keywords:** Start-up, extractive distillation, azeotropic mixture.

#### 1. Introduction

The start-up of chemical processes and equipment can be understood as the period of time that involves the initial introducing of raw material into the equipment until the full stabilization of the process. According to Kruse et al. (1996), this period represents a complex process in industrial practice because of the abrupt changes that occurs in many relevant process variables. Also according to authors, many factors have impacts on the performance of start-up operation.

In particular, the start-up of distillation columns is a challenging in the industry due to its strongly nonlinear transition nature, high coupling degree between process variables and occurrence of dead time. The time required to perform the start-up operation can vary depending on its equipment characteristic, complexity of most chemical processes and even the practical knowledge and experience of the operator. During the start-up operation, the process becomes non-productive and costly, since the equipment gets far from its nominal production conditions (Wozny and Li, 2004).

The optimization of start-up operating policies for distillation columns is of great interest, since it allows achieve steady state more quickly. Therefore, an appropriate start-up procedure is able to reduce expenses related with raw material as well as its output off-spec products.

Although several studies have reported the most diverse problems related with the dynamic behavior of distillation columns during start-up operation, few papers have addressed the study of start-up operating policies for azeotropic mixture. More specifically, according to Weng and Lee (2014), before them, none study has reported the start-up operating polices of an extractive distillation process.

For this reason, the extractive column used at ethanol dehydration process, using ethylene glycol as a solvent, was chosen as a case of study. The purpose of this paper is to develop a procedure for obtaining appropriate start-up policies to the system under investigation. Furthermore, this paper has investigated the influence of solvent feeding time over the start-up time.

#### 2. Problem statement

In general, the principle behind extractive distillation process for the production of anhydrous ethanol is the introduction of a selective solvent. According to Figueirêdo (2015), for the production of anhydrous ethanol using ethylene glycol, when the solvent is added near the top of the column, it interacts with components of the mixture and brings the water together with it to the bottom of column, whereas the ethanol is obtained at the top. In

sequence, the mixture of ethylene glycol and water is sent to a recovery column, which is responsible to obtain ethylene glycol at the bottom and the water at the top.

To represent the extractive column, a rigorous model of multicomponent distillation with reflux condenser and decoupled vessel was developed using commercial software Aspen Plus<sup>®</sup>. The extractive distillation column contains 24 stages and two feed streams, as shown in Figure 1. For the simulations, the NRTL thermodynamic property package was used. The steady state operating polices of the extractive distillation column under investigation was based on consulted literature (Meirelles et al., 1992).

For development of the control strategy, the model developed was exported to a pressure-driven simulation in Aspen Dynamics<sup>®</sup> platform. Figure 1 reports the control scheme proposed for the system under investigation. The feed streams of azeotropic mixture and solvent were controlled in order to guarantee the constant flow rate. The top pressure of the column was controlled by manipulating the condenser medium flow. Reflux drum level was controlled by manipulating the distillate flow rates. The base level was controlled by manipulating its bottom flow rates. The reboiler heating medium flow rate was used to control the temperature in a particular stage. The temperature of the 16<sup>th</sup> stage was selected as the control point.

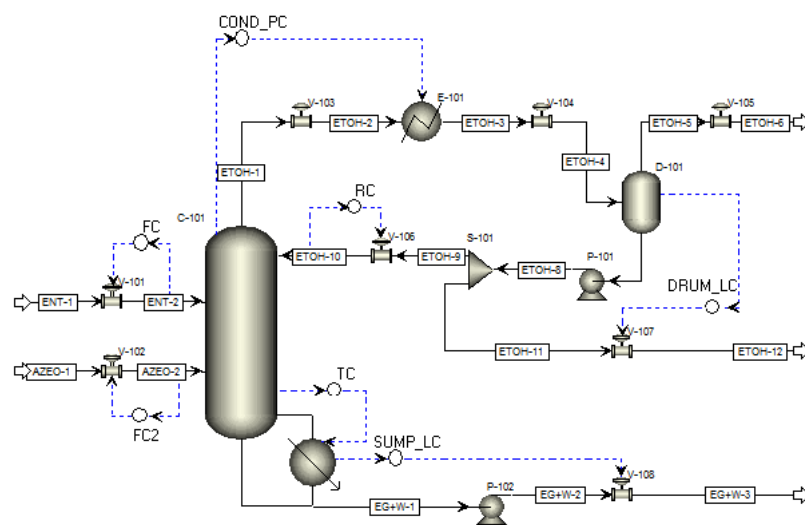


Figure 1: Extractive column distillation flowsheet and control scheme

### 3. Start-up polices

After the control scheme be implemented, the column is emptied using a script in Aspen Dynamics. This script is called empty, it fills the column with an inert gas at 293.15 K and pressure of  $10^5$  Pa. This condition is called cold empty state. The start-up procedure developed in this paper is the result of numerous simulations and is based on total reflux strategy (Ruiz et al., 1988; Fabro et al., 2005; Weng and Lee, 2014). The start-up procedure for the system under investigation has the following steps.

#### 3.1. Step 1: feed the condenser

This first step feeds the condenser with full charge. Based on the engineering judgment about distillation columns and through the simulations has checked it this step must be performs before any other. This action prevents an abrupt pressure increase into the column.

#### 3.2. Step 2: feed the column

Until this step has begun, the column is considered completely empty and cold. This phase injects the feed flow, composed of a mixture of ethanol and water, as well as a solvent stream. As the feed enters the column, the trays below feed stage and the reboiler are filled. At this phase, the feed controllers have its set points changed to 10 %. To complete this step, the sump level of the column needs to reaches a predetermined value of 0.3 m.

#### 3.3. Step 3: open the purge valve

After the liquid level at column's sump reaches 0.3 m, the purge valve, which is located at the top of the reflux drum, is completely opens. At this moment, the nitrogen, used as inert gas to pressurize the column, starts to be expelled from system, leaving only the mixture of ethanol, water and ethylene glycol. After the complete removal of nitrogen, the purge valve must remain completely closed, avoiding the product loss through the purge stream. Still at this step, the pressure controller has its manual mode changed to automatic mode.

#### 3.4. Step 4: heat the column

After the beginning of purge procedure, the next objective is heats the column until the desired product composition is achieve. This step happens gradually over all start-up procedure. As the liquid at the column's sump gets hottest, the mixture steam increases. This steam ascends the column until it reaches the top of the column. At the condenser, this steam is condensed and returns as reflux flows.

#### 3.5. Step 5: open the reflux valve

After reaches a predetermined minimum liquid level at the reflux vessel, the reflux valve opens. The valve position has its set point changed to 100 %.

#### 3.6. Step 6: start the bottom production

This step is characterized by the start of output bottom product. This stream is composed of residual mixture of ethylene glycol and water and is sent to recovery column. It should be noted that, the recovery column is not the focus of this paper, so it was bypassed. To reaches the composition of ethanol less than 1 %, at the bottom, the steam flow that feed the reboiler must be changed to steady state value. After the specification of composition is reached, the output of residual mixture starts. At this point, the level controller of sump has its manual mode changed to automatic and its set point changed to 0.81 m.

#### 3.7. Step 7: start the distillate production

Analogously to preview phase, this step represents the start of output top product. This is stream is composed of 99.5 % of ethanol. This specification is predetermined in order to avoid the off-spec product formation. After the specification of concentration at the reflux drum is reached, the level controller of reflux drum has its manual mode changed to automatic and its set point changed to 0.6 m.

#### 3.8. Step 8: put controllers in automatic mode

At this last step, all controllers remaining has its set point changed to its steady state values and its manual mode changed to automatic mode. The azeotropic feed controller (FC) has its set point changed to 4,186.09 kg/h, the entrained feed controller has its set point changed to 4,655.13 kg/h, the reflux feed controller has its set point changed to 1,525.34 kg/h, and the temperature controller has its set point changed to 365.41 K.

## 4. Simulations results

The proposed start-up procedure was developed taking into consideration both feed streams introduced into the column at the same time. In order to evaluate the behaviour of spent time for the system reach steady state, the time for feed the solvent in the column was changed, performing appropriate modifications at start-up procedure. In this paper, a start-up policy with three cases are studied: the solvent feed being introduced at the same time of azeotropic mixture feed, the solvent feed being started thirty minutes and an hour after the azeotropic mixture feed was started.

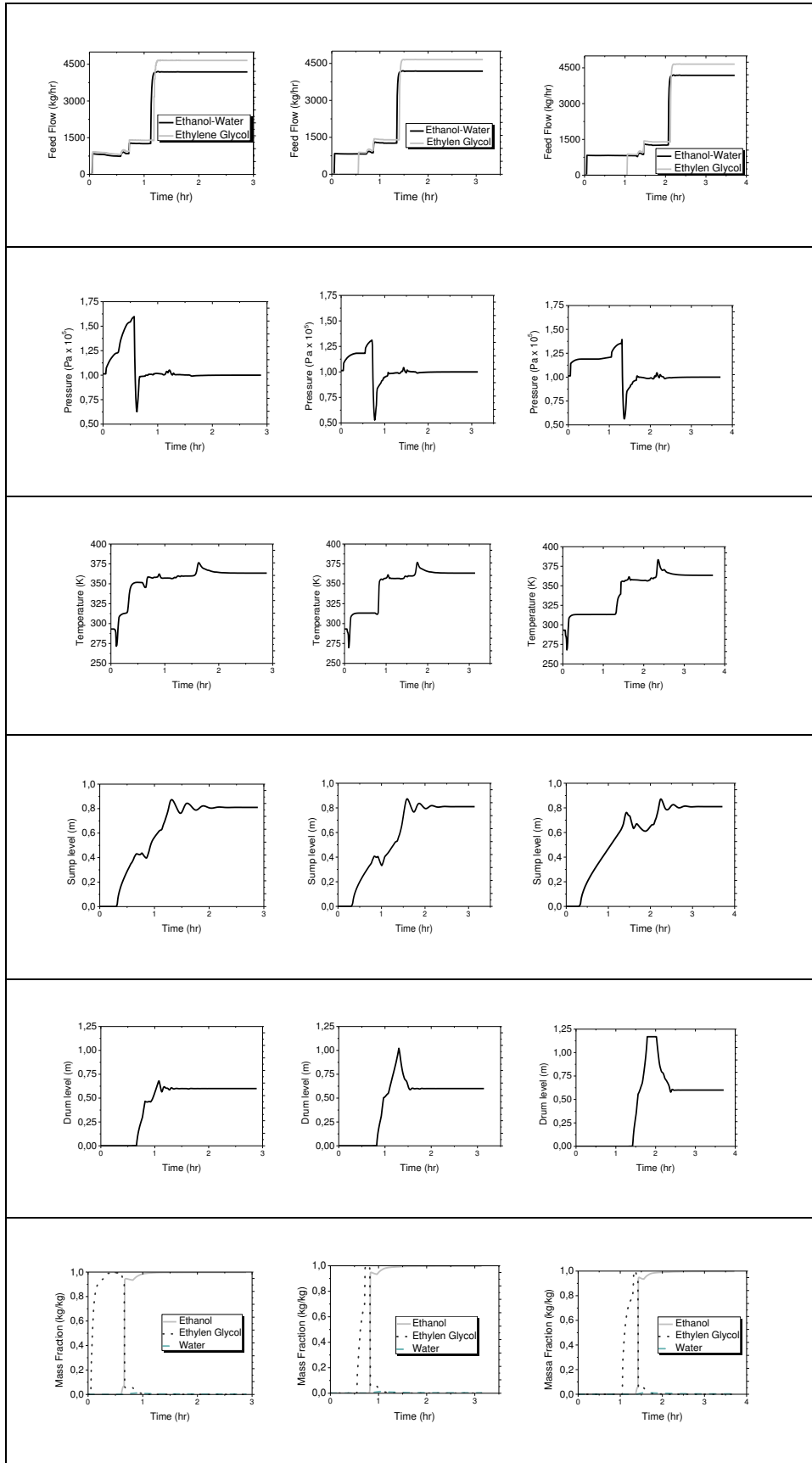
Figure 2 represents the dynamic behaviour for flow, level, pressure and temperature along the start-up procedures. It is observed in Figure 2.a the variation on the time for feed the solvent in the column, whereas the feed time for the azeotropic mixture is kept constant.

Figure 2.b shows the dynamic behaviour of the pressure at the top of the column along the start-up procedures. It is observed a significant pressure increase at the system when the feed starts to be introduced at the column. Still about Figure 2.b, it can be noted that when the purge valve is opened, a sudden drop in system pressure is checked. This pressure drop is followed by corrective action of the controller, preventing in this way the destabilization of the process and the formation of product out of specification.

The dynamic behaviour of the temperature of 16th stage is shown in Figure 2.c. In the beginning of procedures was checked a sudden drop on temperature. According to Kister (1990), when the feed stream is introduced into a pressurized column, a temperature drop happens at the column's stages until the boiling liquid reaches the equilibrium with the condensed vapour. After it, the temperature increases gradually along the procedure.

Figure 2.d shows the dynamic behaviour of the bottom level, whereas Figure 2.e shows the dynamic behaviour of the reflux drum level over the start-up procedure. The bottom of the column as well as the reflux drum is also consistent with the results obtained.

Figure 2.f shows the dynamic behavior for the composition of the distillate product. Initially the column is empty, and as observed in figure, as soon as the feed is introduced into the column the concentration of components increases gradually. During the start-up was reported an increase concentration of ethylene glycol at the top of the column. This increases can be explained due to the sudden temperature drop after column feed be started. As the temperature in reboiler is increased, the ethylene glycol composition declines, whereas the ethanol composition increases.



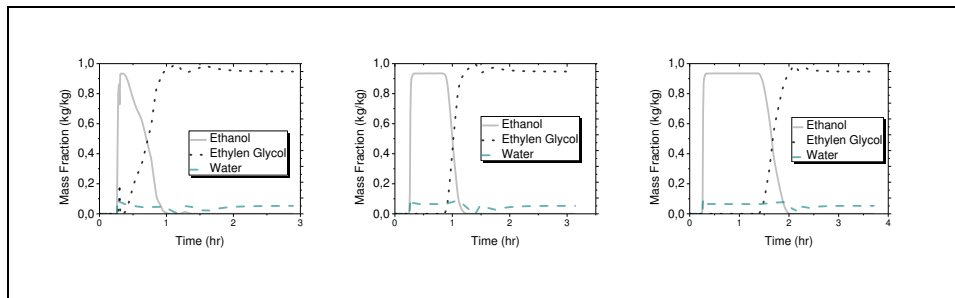


Figure 2: Dynamic behavior of three start-up procedure: (a) feed flows; (b) pressure at the top; (c) temperature of 16<sup>th</sup> stage; (d) sump level; (e) reflux drum level; (f) composition of distillate products (g) composition of bottom products

Table 1: Results for the study of time effect over the start-up procedure

Case	Azeotropic feeding time (h)	Solvent feeding time (h)	Start-up time (h)
1	0	0	2.89
2	0	0.5	3.14
3	0	1.0	3.71

Figure 2: Dynamic behavior of three start-up procedure: (a) feed flows; (b) pressure at the top; (c) temperature of 16<sup>th</sup> stage; (d) sump level; (e) reflux drum level; (f) composition of distillate products (g) composition of bottom products

Table 1 shows the three study cases for different feeding times and the necessary time to complete the start-up procedure. It was observed that feeds the azeotropic mixture and the solvent at the same time is faster than the other cases. All cases was based on total reflux policy.

## 5. Conclusions

It was observed that feeding the extractive column with the ethanol-water mixture and ethylene glycol at the same time, the transition time was shorter than the others procedures. This can be explained due the displacement of previously equilibrium achieved with a single feed flow. When the column is fed in different times, a greater demand of time is necessary to stabilize the system. The time obtained for the faster start-up case was 2.86 hours, whereas the others two cases were 3.14 h and 3.71 h, respectively.

Although the first procedure reports the lowest stabilization time for the start-up operation, it is not possible confirm that is the most suitable. For a more thorough evaluation, it would be necessary the optimization of a real unit, involving operating costs and raw materials costs.

## References

- A. J. A. Meirelles, H. Herfurth, 1992, Ethanol dehydration by extractive distillation, *J. Chem. Tech. Biotechnol.*, 53: 181.
- C. A. Ruiz, I. T. Cameron, R. Gani, 1988. A generalized dynamic model for distillation column – III. Study of startup operations. *Comput. Chem. Eng.*, v. 12, p. 1-14.
- C. Kruse, G. Fieg, G. Wozny, 1996, A new time-optimal strategy for column startup and product changeover. *J. Proc. Cont.*, v. 6, p. 187-193
- G. Wozny, P. Li, 2004, Optimization and experimental verification of startup policies for distillation columns, *Computers Chemical Engineering*, v. 28, p. 253–265.
- H. Z. Kister, (1990). “Distillation Operation”. McGraw-Hill, Inc.
- J. A. Fabro, L. V. R. Arruda, F. Neves, 2005, Startup of a distillation column using intelligent control techniques, *Computers and Chemical Engineering*, v. 30, 309-320.
- K. C. Weng, H. Y. Lee, 2014, Dynamic Start-Up Policies of Extractive Distillation for Dehydration of Iso-Propyl Alcohol Process, 5th International Symposium on Advanced Control of Industrial Processes ADCONIP, Hiroshima, Japan.
- M. F. Figueirêdo, K. D. Brito, W. B. Ramos, L. G. S. Vasconcelos, R. P. Brito, 2015, Optimization of the Design and Operation of Extractive Distillation Processes, *Separation Science and Technology*, v. 50, p. 2238-2247



## Apêndice G: Artigo #3

### O USO DA PLATAFORMA ASPEN DYNAMICS COMO FERRAMENTA COMPUTACIONAL NO PROCESSO DE PARTIDA DE COLUNAS EXTRATIVAS

**Ícaro Cazé Nunes**

icarocnunes@gmail.com

**Ascendino Pereira de Araújo Neto**

ntpeereira@gmail.com

**Marcella Feitosa de Figueirêdo**

marcellafeitosa@yahoo.com.br

**Romildo Pereira Brito**

brito.romildo@outlook.com

Universidade Federal de Campina Grande, Departamento de Engenharia Química

Avenida Aprígio Veloso, 882, Bodocongó, 58109-970, Campina Grande, Paraíba, Brasil

**Abstract.** A partida para uma coluna de destilação pode ser compreendida pelo período que se inicia no momento em que a matéria-prima é introduzida no equipamento, até a completa estabilização do processo. O estudo da etapa de partida para os processos de separação vem, ao longo do tempo, se tornando cada vez mais importante, uma vez que essa operação representa um dos processos mais complexos observados na prática industrial. Por esta razão, a coluna extrativa utilizada no processo de desidratação do etanol utilizando etilenoglicol como solvente foi utilizada como estudo de caso. O presente trabalho teve como objetivo simular a etapa de partida para o sistema sob investigação, como também o de avaliar seu comportamento dinâmico, evidenciando a importância dessa ferramenta computacional no ensino de engenharia. As simulações foram desenvolvidas com o auxílio dos softwares computacionais *Aspen Plus* e *Aspen Plus Dynamics*. De forma geral, pode-se concluir que o respectivo trabalho evidenciou a importância da simulação computacional como ferramenta auxiliar na assimilação e na aprendizagem dos conceitos de engenharia.

**Keywords:** *Simulação, Partida, Coluna extrativa*

## 1 INTRODUÇÃO

De forma generalizada, a etapa de partida para uma coluna de destilação consiste em uma combinação de ações baseadas nas operações de abertura e fechamento de válvulas, de forma a

conduzir as variáveis envolvidas no processo até seus respectivos valores nominais de operação (Ruiz et al., 1988).

De acordo com a literatura técnica especializada, devido à sua natureza de transição fortemente não linear, as modificações simultâneas observadas em diversas variáveis relevantes ao processo, ao elevado grau de acoplamento entre as variáveis e a sua vasta faixa de condições de funcionamento, a etapa de partida representa uma das operações mais difíceis e complexas na prática industrial além de ser considerado um desafio do ponto de vista de controle (Fieg et al., 1993; Barolo et al., 1994; Kruse et al., 1996; Han e Park, 1999; Wozny e Li, 2004; Woinaroschy e Isopescu, 2010).

Durante a etapa de partida, considera-se a coluna de destilação improdutiva, uma vez que a unidade trabalha muito longe das suas condições nominais de operação e produção, resultando em grande quantidade de produtos fora de especificação e elevado gasto energético, principalmente para colunas de destilação de alta pureza (Lowe et al., 2000).

Fatores como as limitações físicas do equipamento, as propriedades dos componentes na mistura, assim como as características de operação e produção têm impacto direto no tempo necessário para se alcançar o estado estacionário (Wozny e Li, 2004).

O estudo direcionado a partida dos processos químicos e dos equipamentos tem como principal finalidade a determinação do momento ideal de abertura e fechamento para as inúmeras válvulas envolvidas no processo, minimizando, desta forma, o tempo necessário para se alcançar o estado estacionário sem alterar as especificações dos produtos (Fieg et al., 1993).

Consequentemente, o desenvolvimento de estratégias de partida proporciona maior rapidez no alcance do estado estacionário, reduz gastos relacionados à matéria-prima, a formação de produtos fora de especificação e o consumo de utilidades, melhorando significativamente a eficiência do processo (Werle et al, 2007).

De acordo com Ruiz et al. (1988), a compreensão do comportamento dinâmico é indispensável no desenvolvimento de políticas de partida apropriadas. Além disso, o estudo do comportamento dinâmico desempenha função de valiosa ferramenta no planejamento e na tomada de decisão de qual sequência de ações adotar.

Embora vários estudos tenham reportado os mais diversos problemas relacionados com o comportamento dinâmico das colunas de destilação durante a partida, poucos trabalhos têm abordado o estudo das estratégias de partida direcionado a misturas azeotrópicas. Mais especificamente, de acordo com Weng e Lee (2014), antes deles, nenhum trabalho havia relatado estudos de partida direcionados a destilação extrativa.

A solução etanol-água é um exemplo de mistura azeotrópica de grande interesse na prática industrial devido à vasta gama de aplicações do etanol, que varia desde seu emprego como matéria prima na síntese de produtos químicos até sua utilidade como fonte de energia renovável (Gil et al., 2012).

Por esse motivo, a coluna extrativa utilizada no processo de desidratação do etanol anidro utilizando etilenoglicol como solvente foi escolhido como estudo de caso. O objetivo desse trabalho é realizar a partida do equipamento, evidenciando os benefícios do uso da simulação computacionais, como ferramenta auxiliar, na formação do engenheiro químico.

## 2 DESCRIÇÃO DO PROBLEMA

O fluxograma elaborado para representar o modelo de destilação multicomponente utilizado no processo de desidratação do etanol anidro é apresentado na Fig. 1. Esse fluxograma foi desenvolvido através dos simuladores Aspen Plus e Aspen Plus Dynamics. Ambos aplicativos fazem parte da plataforma computacional Aspen Engineering Suit.

As condições operacionais utilizadas na separação da mistura azeotrópica etanol-água utilizando etilenoglicol como solvente foram baseadas no trabalho de Figueirêdo et al. (2015), como observado nas Tabelas 1 e 2.

Para o desenvolvimento da malha de controle, o modelo desenvolvido foi exportado para a plataforma *Aspen Plus Dynamics* como uma simulação do tipo *pressure-driven*. A Fig. 1 detalha esse esquema de controle. Após a implementação dos controladores, realizou-se o esvaziamento do sistema.

O procedimento de esvaziamento consiste em preencher os equipamentos com um determinado gás inerte a temperatura de 293 K e pressão de  $10^5 Pa$ . Neste trabalho utilizou-se o nitrogênio como gás inerte. Essa condição é denominada estado vazio e frio e é concebida a partir de um script pré-construído pelo próprio *software*.

**Tabela 25 – Condições de alimentação para a coluna extrativa**

Corrente	Parâmetro	Especificação
Azeótropo (AZE0-1)	Temperatura, K	313.15
	Composição molar do etanol, -	0,85
	Vazão molar, kmol/h	100.0
Solvente (ENT-1)	Temperatura, K	353.15
	Composição molar do etilenoglicol, -	1
	Vazão molar, kmol/h	4655,13

**Tabela 2 – Especificações de projeto para a coluna extrativa**

Parâmetro	Especificação
Número de estágios, -	24
Razão de Refluxo, -	0.59
Estágio de alimentação (Azeótropo), -	18
Estágio de alimentação (Solvente), -	5
Pressão no topo da coluna, Pa	$10^5$

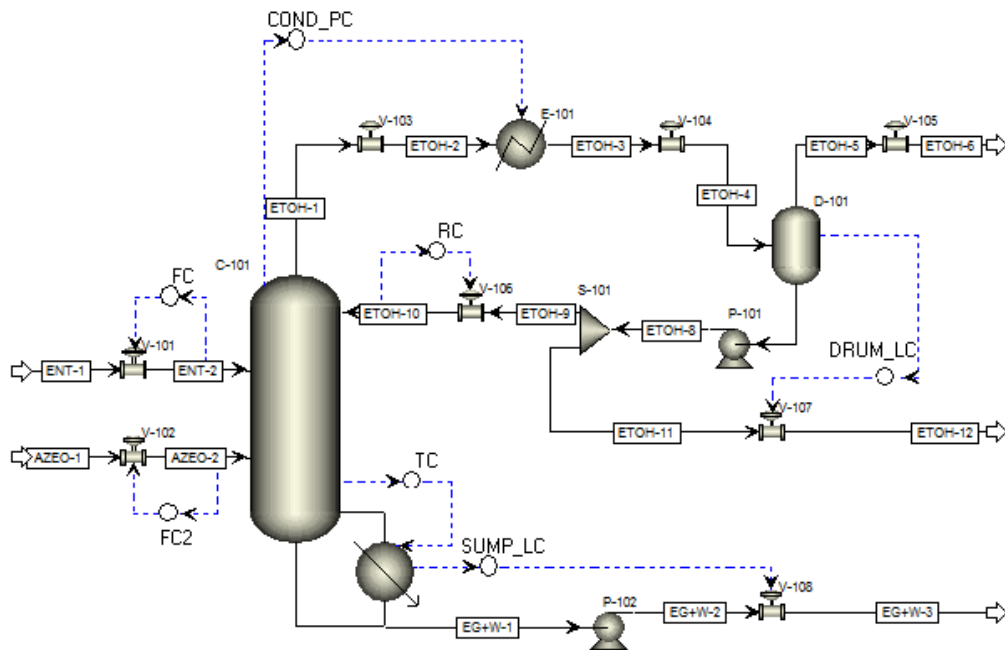


Figura 1. Fluxograma da coluna extrativa e sua configuração de controle

O procedimento de esvaziamento realizado para a coluna em estudo apresentou dados satisfatórios para a representação do modelo de uma coluna fria e vazia, pois foi possível a remoção de todos os componentes que faziam parte do processo com exceção do nitrogênio.

### 3 ESTRATÉGIA DE PARTIDA

Nessa etapa do trabalho foram desenvolvidas metodologias para formulação de um procedimento de partida, que atendesse aos interesses do mesmo. Para a formulação da rotina foi criado um Task no Aspen Dynamics. O Task pode ser definido como um conjunto de instruções definindo uma sequência de ações durante a simulação dinâmica. Esse conjunto de instruções foi construído através da linguagem Aspen Custom Modeler.

Neste trabalho, o procedimento responsável por conduzir a unidade em estudo ao estado estacionário baseou-se na sequência de ações adotada para a estratégia de partida com refluxo total, descrita por Ruiz et al., (1988).

Como o próprio nome sugere, essa estratégia consiste em iniciar uma coluna de destilação retornando todo o líquido condensado na forma de refluxo. O passo-a-passo para o procedimento de partida desenvolvido neste trabalho é descrito a seguir:

No tempo  $t = 0$ ; a coluna extrativa encontra-se completamente vazia, isto é, preenchida com gás nitrogênio a temperatura de  $293.15\text{ K}$  e pressão de  $10^5\text{ Pa}$ .

No tempo  $t = t_1$ ; inicia-se a alimentação do fluido de refrigeração no condensador.

No tempo  $t = t_2$ ; inicia-se a alimentação da coluna extrativa. Tanto a mistura etanol-água quanto o solvente, etilenoglicol, são introduzidos simultaneamente. Essa etapa é concluída ao atingir um nível mínimo de operação pré-determinado na base da coluna. As correntes de

alimentação foram controladas a fim de garantir que a taxa de fluxo se mantivesse constante durante toda a operação.

No tempo  $t = t_3$ ; inicia-se o aquecimento da coluna através da introdução de vapor à pressão constante no refeedor, localizado na base da coluna. A medida que a coluna é aquecida, o líquido no fundo da coluna começa a evaporar. Esse vapor, por sua vez, ascende ao longo de toda a coluna até alcançar o condensador que em seguida é coletado pelo vaso de refluxo. Salienta-se que nesse momento inicial não há retirada de destilado no topo da coluna, isto é, todo o produto é retornado para a coluna.

No tempo  $t = t_4$ ; inicia-se o controle da pressão com a finalidade de evitar mudanças na pressão interna do sistema, pois a medida que a temperatura da coluna aumenta, sua pressão interna também começa a aumentar. A pressão do condensador é controlada através da manipulação do fluxo de fluido refrigerante que o alimenta.

No tempo  $t = t_5$ ; abre-se a válvula de purga, localizada no topo do vaso de refluxo, iniciando assim, o processo de remoção de todo o nitrogênio. Após a completa eliminação do nitrogênio essa válvula é fechada, sendo mantida nessa posição durante todo o resto da operação.

No tempo  $t = t_6$ ; o refluxo é fixado em seu valor nominal de operação, enquanto que o controle de nível para o vaso de refluxo é alterado para o modo automático. A modificação do modo de operação desse controlador ocorre após a especificação de produção no topo da coluna ser alcançada. O nível do vaso de refluxo é controlado através do fluxo de destilado no topo que deixa a coluna.

No tempo  $t = t_7$ ; inicia-se o controle de nível para o fundo da coluna alterando o controlador para o modo automático, dando início a retirada de produto na base da coluna. Deve-se então operar a coluna sem modificar as condições de operação até que o sistema atinja a condição de equilíbrio.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

De acordo com Yasouka *et al.* (1987), em geral, o período de partida estará concluído quando as composições dos produtos satisfizerem a condição descrita pela Eq. (1). Essa função representa a soma das diferenças entre a composição atual e a composição em regime estacionário para os componentes nas correntes de produto.

Em conformidade com esta equação, considera-se alcançado o regime estacionário quando a respectiva função apresenta valor igual ou menor que 0.001.

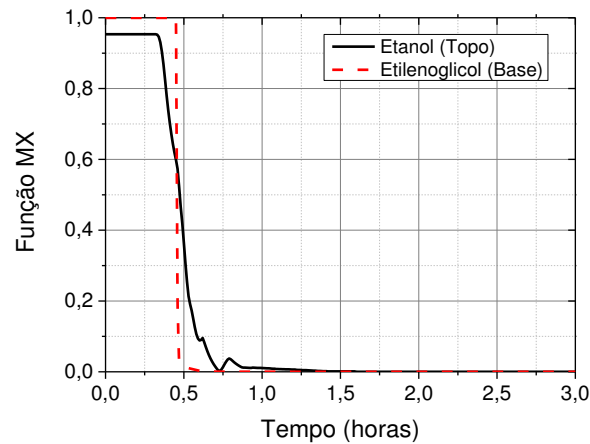
$$MX = \left| X_{p,i} - X_{p,i}^{st} \right| \leq 0,001. \quad (1)$$

Onde,  $X_{p,i}$  é a fração mássica do componente  $i$  na corrente de produto e  $X_{p,i}^{st}$  é a fração mássica do componente  $i$  na corrente de produto em regime estacionário.

A Fig. 2 representa o momento em que a composição dos principais produtos alcança seus respectivos valores nominais, estabelecendo, por sua vez, o regime estacionário. Observa-se que o etanol, no topo da coluna, alcança a condição imposta pela Eq. (1) no tempo  $t = 0,7 h$ , enquanto que o etilenoglicol, localizado na base da coluna extrativa, alcança essa mesma condição no tempo  $t = 1,61 h$ .

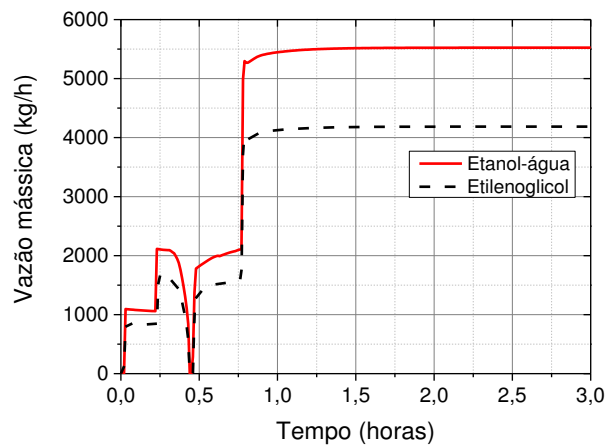
A determinação do tempo de partida total para o respectivo procedimento foi estipulada a partir do tempo de partida para o produto de base, uma vez que demanda maior lapso temporal

para alcançar a condição em regime estacionário. Portanto, o tempo de partida para a primeira coluna é de 1,61 h.



**Figura 2. Determinação do tempo de partida para o procedimento desenvolvido**

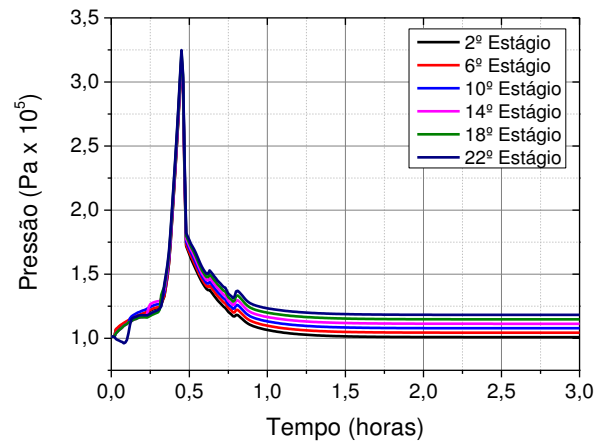
A Fig. 3 demonstra o comportamento dinâmico para as vazões de alimentação ao longo da etapa de partida. Como descrito pelo procedimento de partida, as vazões de alimentação são iniciadas simultaneamente e ajustadas gradativamente ao longo da operação até atingirem seu valor desejado. Verifica-se ainda uma queda abrupta na vazão de alimentação, próximo a 0,5 h, que logo em seguida é corrigida.



**Figura 3. Comportamento dinâmico para a carga de alimentação durante a partida**

Tal acontecimento fundamenta-se nos conhecimentos básicos da engenharia de processo podendo ser compreendido pelo aumento da pressão interna do sistema que, por sua vez, torna-se maior que a pressão das correntes de alimentação, interferindo diretamente na alimentação do sistema, como pode ser observado na Fig. 4.

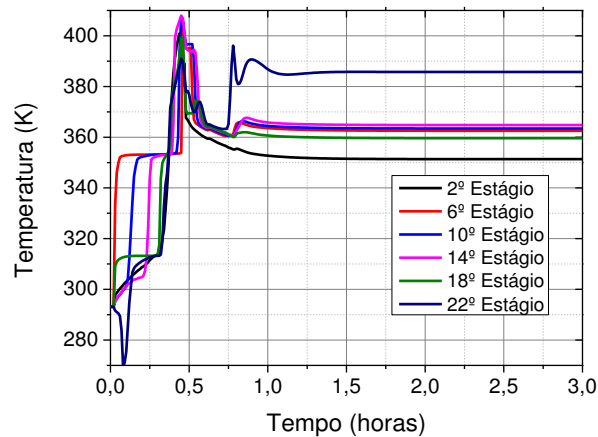
A Fig. 4 ilustra o comportamento dinâmico para a pressão de alguns estágios durante a operação de partida.



**Figura 4. Comportamento dinâmico para a pressão do sistema durante a partida**

O comportamento dinâmico para temperatura de alguns estágios da coluna extrativa é representado pela Fig. 5. Observa-se que no início da operação de partida a temperatura do estágio localizado abaixo do prato de alimentação da mistura azeotrópica, estágio 22, sofre uma brusca queda de temperatura seguido de um aumento gradativo.

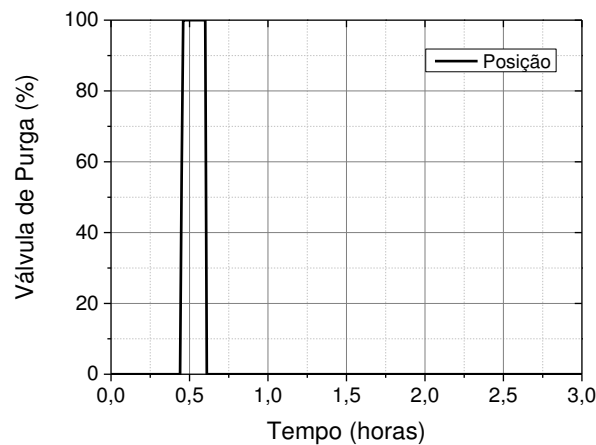
De acordo com Kister (1990), quando a carga de alimentação é introduzida na coluna vazia e fria ocorre uma queda de temperatura nos estágios da coluna até que o líquido em ebulição atinja as condições de equilíbrio com o vapor em condensação.



**Figura 5. Comportamento dinâmico para temperatura do sistema durante a partida**

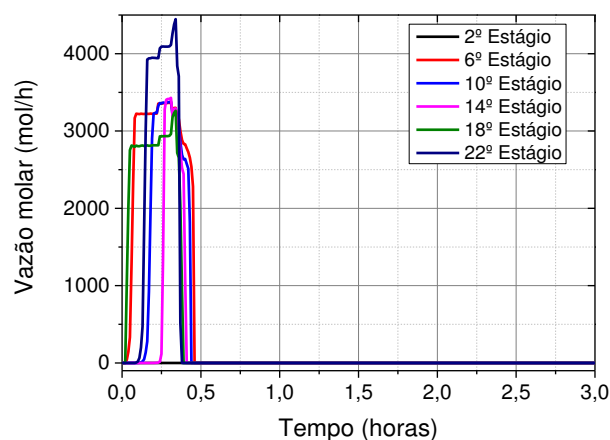
Através das Fig. 4 e 5 verifica-se a relação termodinâmica entre a pressão e a temperatura do sistema em estudo. A medida que a pressão do sistema aumenta, observa-se também um aumento na temperatura para os respectivos estágios.

O momento em que se inicia a purga do sistema é fundamental para realização dessa etapa com sucesso. A Fig. 6 representa o posicionamento da válvula de purga durante a etapa de partida. Através da Fig. 6 pode-se visualizar o período em que essa válvula fica aberta. Observa-se também que essa operação está diretamente relacionada ao aumento abrupto das pressões e temperaturas do sistema.



**Figura 6. Posicionamento da válvula de purga durante a partida**

A Fig. 7 apresenta o comportamento dinâmico da vazão de líquido nos orifícios de alguns estágios durante a operação de partida. A partir do momento em que as cargas de mistura azeotrópica e de solvente são introduzidas na coluna, inicia-se o preenchimento dos respectivos pratos de alimentação com as suas respectivas misturas em estado líquido. Em seguida, inicia-se o processo de preenchimento dos outros estágios através do gotejamento desse líquido por meio de seus orifícios, como ilustrado na Fig. 7.



**Figura 7. Comportamento dinâmico para a vazão de líquido por meio dos orifícios de alguns estágios**

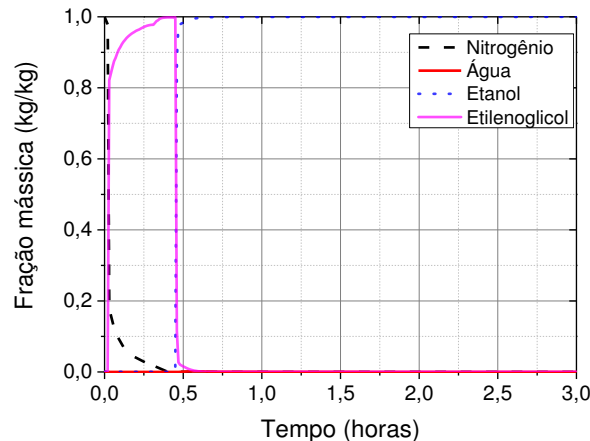
Fundamentado na Fig. 7, visualiza-se que a medida que a coluna começa a ser aquecida, dá-se início a formação de vapor no fundo da coluna, estabelecendo dessa forma o estado de transição. Em um determinado momento, a pressão de vapor torna-se suficientemente alta a ponto de evitar o escoamento do líquido através dos orifícios do prato.

Neste momento, diz que o estado de equilíbrio entre as fases foi alcançado e a temperatura da mistura encontra-se no ponto de bolha. Como observado na Fig. 7, o 2º estágio e conseqüentemente os outros que se localizam acima do estágio de alimentação do solvente não apresentam fluxo de líquido através dos orifícios dos pratos, uma vez que eles só recebem o líquido proveniente do refluxo.



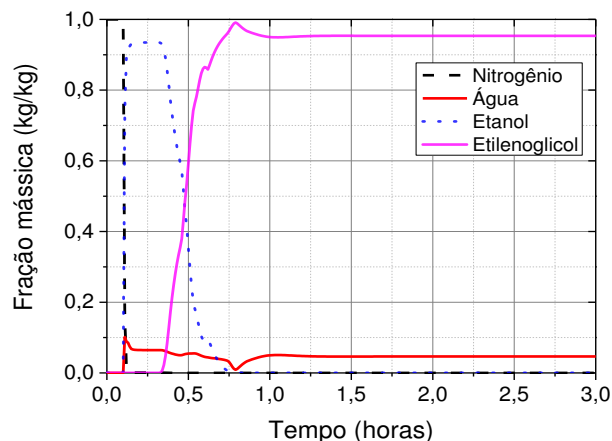
A Fig. 8 representa o comportamento dinâmico da composição para o produto de topo durante a operação de partida. Ao analisar a Fig. 8 verifica-se inicialmente um aumento na concentração de solvente no topo da coluna.

Esse aumento é provocado devido ao aumento abrupto da pressão do sistema havendo arraste do solvente enquanto o nitrogênio é removido. Após o fechamento da válvula de purga e normalização do sistema, como apresentado nas Figs. 4, 5 e 6, a fração de solvente decaiu dando início assim a separação do azeótropo etanol-água, aumentando a composição do etanol no topo e diminuindo a composição da água e do etilenoglicol.



**Figura 8. Comportamento dinâmico para a fração mássica dos componentes no topo da coluna**

A Fig. 9 representa o comportamento dinâmico da composição do produto de base da coluna de destilação durante a operação de partida.



**Figura 9. Comportamento dinâmico para a fração mássica dos componentes no fundo da coluna**

Pode-se visualizar na Fig. 9 a deposição da mistura etanol-água na base da coluna no início do procedimento. Esse quadro se inverte a medida que a temperatura de operação da coluna aumenta, fazendo com que o componente mais volátil, no caso o etanol, sofra vaporização, iniciando o processo de separação. A partir dos resultados obtidos observa-se que existe um grande acoplamento entre as variáveis do sistema.

## 5 CONCLUSÕES

A partir da modelagem e simulação da coluna de destilação extrativa para obtenção do etanol anidro foi possível desenvolver um procedimento de partida adequado para o sistema e analisar o comportamento dinâmico das principais variáveis durante a operação de partida.

Do ponto de vista técnico, os resultados demonstraram que o uso do software Aspen Dynamics adjunto aos princípios da engenharia química permitiu o estudo da etapa de partida para um processo de destilação extrativa, proporcionando informações inerentes a escolha da melhor forma de executar tal procedimento, de forma rápida e com baixo custo.

Do ponto de vista acadêmico, observa-se que o uso do software se mostra de extrema importância para a formação do engenheiro pois o mesmo, permite melhor entendimento e até mesmo um aprofundamento dos fenômenos envolvidos.

De forma geral, pode-se concluir que o respectivo trabalho evidenciou a importância da simulação computacional como ferramenta auxiliar na assimilação e na aprendizagem dos conceitos de engenharia.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Comissão de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior – CAPES, o apoio recebido para o desenvolvimento deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

- Barolo, M., Guarise, G. B., Rienzi, S. A., Trotta, A., 1994. Nonlinear Model-Based Startup and Operation Control of a Distillation Column: An Experimental Study. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 33, 3160-3167
- Fieg, G., Wozny, G., 1993 Experimental and theoretical studies of the dynamics of startup and product switchover operations of distillation columns. *Chemical Engineering and Processing*, v.32, p. 283-290, 1993.
- Figueirêdo, M. F., Brito, K. D., Ramos, W. B., Vasconcelos, L. G. S., Brito, R. P., 2015, Optimization of the Design and Operation of Extractive Distillation Processes, *Separation Science and Technology*, v. 50, p. 2238-2247
- Gil, I. D., Gómez, J. M., Rodríguez G., 2012. Control of an extractive distillation process to dehydrate ethanol Using glycerol as entrainer. *Computers & Chemical Engineering*, 39 (6): 129.
- Han, M., Park, S., 1999, Startup of distillation columns using profile position control based on a nonlinear wave model, *Ind. Eng. Chem. Res.* vol. 38, pp. 1565-1574.
- Kister, H. Z., 1990, *Distillation Operation*. McGraw-Hill, Inc.
- Kruse, C., G. Fieg, Wozny, G., 1996. A new time-optimal strategy for column startup and product changeover. *Journal of Process Control* 6 (2-3): 187-193.
- Lowe, K., Li, P., & Wozny, G., 2000. Development and experimental verification of a time-optimal startup strategy for a high purity distillation column. *Chemical Engineering Technology* 23, 841.

- Ruiz, C. A., Cameron, I. T., Gani, R., 1988. A generalized dynamic model for distillation columns—III. Study of startup operations. Computers & Chemical Engineering **12**(1): 1-14.
- Weng, K., Lee, H., 2014. 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.
- Werle, L. O., Marangoni, C., Steinmacher, F. R., Araújo, P. H. H., Machado, R. A. F., Sayer, C., 2007. Estudo da etapa de aquecimento na partida de uma coluna de destilação comparando os efeitos da ação distribuída de calor com a convencional. 4<sup>o</sup> PDPETRO, Campinas – São Paulo.
- Woinaroschy, A., Isopescu, R., 2010, Time-optimal control of dividing-wall distillation columns. Industrial & Engineering Chemistry Research, 49(19), 9195–9208.
- Wozny, G, Li, P., 2004, Optimization and experimental verification of startup policies for distillation columns, Computers Chemical Engineering, v. 28, p. 253–265.

## Apêndice H: Artigo #4

### Effect of Purging Time During Distillation Column Startups

*Ícaro C. Nunes<sup>1</sup>, Arthur S. Damasceno<sup>1</sup>, Angela L. U. Vasconcelos<sup>2</sup>, Marcella F. de Figueirêdo<sup>1</sup>, Romildo P. Brito<sup>1</sup>, Karoline D. Brito<sup>1</sup> and Wagner B. Ramos<sup>1\*</sup>*

<sup>1</sup>Federal University of Campina Grande, Department of Chemical Engineering, Campina Grande, PB, 58109-970, Brazil

<sup>2</sup>Federal University of Paraíba, Cidade Universitária, João Pessoa, PB, 58051-900, Brazil

#### **Abstract**

This work evaluates the relationship between the purging start time and its effects during the startup of an extractive distillation system. According to the literature, only a few papers have considered the purging step during the system startup. The objective of this paper is to report the effects of purging start time as a startup optimization variable, contributing to a more realistic dynamic approach. The extractive distillation process to produce anhydrous ethanol using ethylene glycol as solvent was chosen as a case study due to its complexity. In order to evaluate the effect of the purging step during the column startup, the opening of the purge valve was varied in different scenarios. It was verified that an increase in the purge step runtime favors the time undertaken for the extractive column. However, this same increase did not favor the time spent for the recovery column, contributing to a greater amount of time spent overall. The results also showed that an increase in time to execute the purging step provides a reduction in the amount of heating utility up to 1.48% for the system. However, this gain implies in a momentary increase in system pressure, which could compromise the equipment and jeopardize the integrity of the operators.

**Keywords:** Extractive distillation; Startup; Purging time.

## 1. Introduction and Problem Definition

The startup of distillation columns can be understood as the period of time that involves initially introducing raw material into the equipment until full process stabilization.<sup>1</sup> According to Ruiz et al.<sup>11</sup>, this period consists of a basic sequence of actions that usually involves a combination of fundamental procedures such as opening and closing the several valves which are involved in the process.

The emphasis on system startup is due to the fact that the equipment operates far from its nominal conditions, making this period one of the critical operation phases. Moreover, this period tends to be long, complex, non-productive and costly.<sup>12</sup>

Fundamentally, the main purpose of the study and development of startup sequences is to minimize the time required to reach steady state without changing the final product specifications.<sup>3</sup> In addition, the interest to minimize the non-productive period ensures economic viability and satisfies security constraints, which makes industrial processing increasingly more competitive.<sup>13</sup>

According to Kister<sup>6</sup>, once the column is shut-down many operations need to be performed to prepare it for startup. These practices are referred to as pre-startup practices or column commissioning, and the main objective is to correct potential problems and clear the column of unwanted materials. In the case of columns that are used to separate hazardous materials, special care must be taken with the purging step, which is responsible for preventing product contamination and the formation of combustible mixtures with air.

Although several studies have reported the development of the most diversified startup sequences, only a few papers have considered the purging step during the system startup. Thus, if the complete startup process is not considered, the achieved outcomes could be unrealistic.<sup>2</sup>

This work evaluates the relationship between the purging time and its respective effects during the startup of a distillation system, contributing to a more realistic dynamic approach. According to the consulted literature, no work has reported the effects of purging time as a startup optimization variable. This work is the first contribution to an analysis of the purging step with the objective to reduce the non-productive period undertaken with equipment startup.

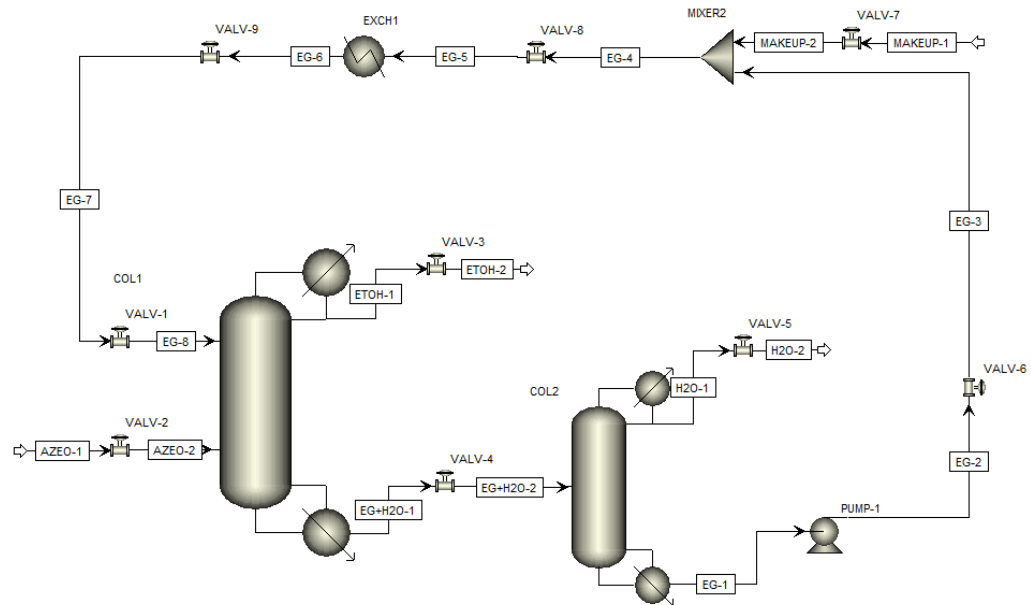
According to Varbanov et al.<sup>12</sup>, the analysis and modelling of abnormal processes such as startup and shutdown becomes more critical (compared to the single column case) when applied for systems that involve at least two interlinked columns, such as azeotropic and extractive distillation. The complexity arises from the fact that these systems require extra attention to coordinate all process variables in a harmonious and integrated way.

Ethanol dehydration is a typical case of a complex system that has been studied with great interest by industry due to the wide and varied range of ethanol applications.<sup>5</sup> According to several published studies, extractive distillation represents the most appropriate and efficient alternative for the production of anhydrous ethanol. In addition, according to the consulted literature, the study of extractive distillation startup and its dynamic behavior analysis is still quite scarce.<sup>7, 15</sup>

Taking into account the process complexity and its promising prospect, in addition to the poor evidence shown in literature, the study of an extractive distillation process for producing anhydrous ethanol using ethylene glycol was chosen as a case study.

## **2. Modeling and Simulation**

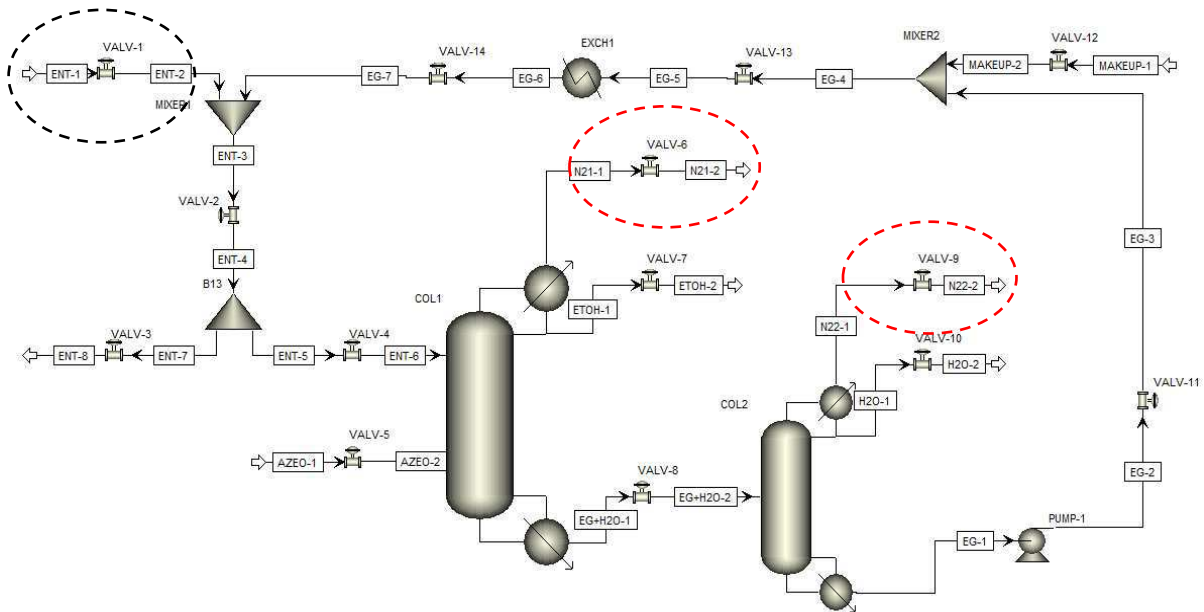
In this paper, the simulated separation process is a typical conventional extractive distillation process for producing anhydrous ethanol using ethylene glycol as solvent, as shown in Figure 1.



**Figure 1.** Simplified flowsheet of the process used for dehydrating an aqueous ethanol mixture using ethylene glycol as solvent.

The system consists of two columns; one for the production of high purity ethanol, and the other for the solvent recovery. The first column, or extractive column, presents two liquid feed streams in its standard configuration: one for the ethanol/water mixture located in the 18<sup>th</sup> stage, and the other for ethylene glycol located in the 5<sup>th</sup> stage. This column has the purpose of producing anhydrous ethanol with 99.9% wt purity. The second column, or recovery column, aims to separate the glycol/water mixture that comes from the extractive column bottom stream. Finally, the recovered solvent returns to the extractive column and the makeup stream replaces the ethylene glycol lost during the process through the distillate stream of both columns.

All simulations of the stationary model were developed through the Aspen Plus simulator, while the dynamic model simulation was developed through the Aspen Plus Dynamics platform. Some adaptations in the original flowsheet were necessary in order for the present work to be performed successfully, as can be observed in Figure 2.



**Figure 2.** Modified flowsheet of the anhydrous ethanol process.

Unlike the operation in the steady state, the starting procedure is preceded by completely emptying the system. This condition is called an empty and cold state. It should be noted that the column is completely empty in this condition and pressurized by an inert gas, which must be purged throughout the startup step. For this reason, purge streams were added to the system (N21-1 and N22-2). Such streams were positioned at the top of each column, highlighted in red, as shown in Figure 2.

Another necessary modification concerns the solvent feed to the system. As the flow rate of the makeup stream is extremely low, it is ineffective during the startup step because the equipment is completely empty. In order to overcome this situation, an additional feed stream (ENT-1) was implemented, highlighted in black, as shown in Figure 2.

The operational and design conditions used to simulate the flowchart were based on Figueirêdo et al.<sup>4</sup>, as shown in Table 1. The reflux and base vessels for both columns were specified to provide 10 minutes of liquid hold up when they had 50% of their total volume.



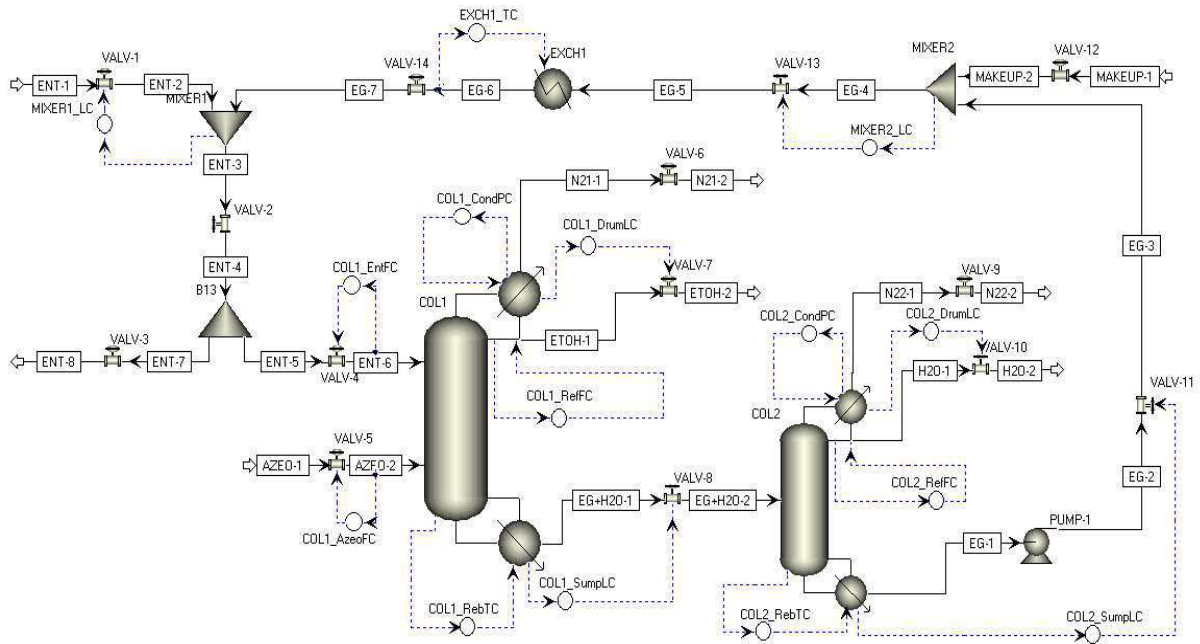
After this scaling, the stationary simulation was exported to the Aspen Plus Dynamics platform in pressure driven mode. A regulatory control structure was implemented as the next step for the developed model. Figure 3 illustrates the modified flowsheet and the proposed control structure.

**Table 1.** Optimal results for the extractive and recovery columns.

	<b>Extractive</b>	<b>Recovery</b>
Number of stages	24	10
Solvent flowrate, kmol/h	89.0	-
Reflux ratio	0.59	2.03
Feed stage (Ethanol-Water)	18	-
Feed stage (Solvent)	5	-
Feed stage	-	6

Source: Figueirêdo et al. (2015)

The flow controllers of the azeotropic mixture (COL1\_AzeoFC) and the solvent feed (COL1\_EntFC) act by manipulating the opening position of the valves of their respective streams. The reflux flowrate of each column (COL1\_RefFC and COL2\_RefFC) is controlled by manipulating the distillate back flowrate stream. The base levels for both columns (COL1\_SumpLC and COL2\_SumpLC) are controlled by manipulating their respective base product flowrates. The levels for the reflux vessels (COL1\_DrumLC and COL2\_DrumLC) are analogously controlled by manipulating the distillate flowrate.



**Figure 3.** Modified flowsheet with control structure.

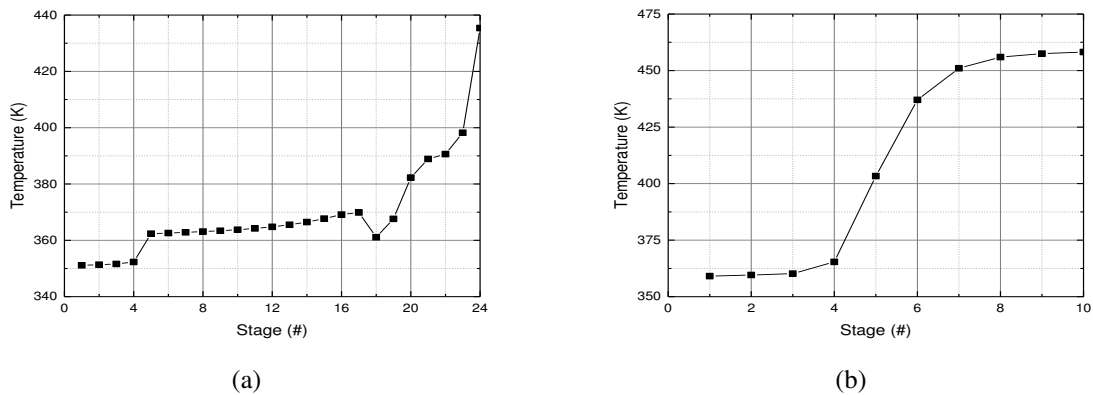
The top pressure control of both columns (COL1\_CondPC and COL2\_CondPC) is performed by manipulating the coolant flowrate of the respective condensers. The temperature control of both columns (COL1\_RebTC and COL2\_RebTC) is carried out by manipulating the steam flowrate in the respective reboilers. The location of the control point for temperature was based on the slope criterion. This method suggests the choice of stage that shows abrupt change in temperature from stage to stage, and the 19<sup>th</sup> stage was selected as the control point for the extractive column and the 4<sup>th</sup> stage for the recovery column, according to Figure 4. Stages are counted from top to bottom.<sup>8</sup> Table 2 shows the summary of all controlled variables and their respective parameters.

The flowrate controllers were set as Proportional-Integral controllers with  $K_c = 0.5$  e  $\tau_I = 0.3$  min.<sup>8</sup> The parameters related to the other controllers were determined with Aspen Plus Dynamics tuning tool. PI levels and pressures controllers were determined using Tyreus-

Luyben tuning rules. PI temperature controllers were performed using Internal Model Control (IMC) tuning rules.

The unit was emptied after implementing the controllers. The emptying procedure fills the equipment with an inert gas at a temperature of 293.15 K and a pressure of 1 bar, with this condition being denominated by the doctrine as an empty and cold condition. The same methodology presented by Vasconcelos et al.<sup>14</sup> was used for developing the empty and cold multicomponent distillation model, as described below.

All controllers were initially placed in manual mode, adjusting their respective output signals to their minimum operating values (zero or near zero). Similarly, the values of the valve positions located upstream and downstream of the columns were modified to zero, symbolizing their closure.



**Figure 4.** Temperature profiles for the conventional distillation sequence: (a) extractive column; (b) recovery column.

Finally, the simulation was executed in the "Initialization" mode. This mode consists of specifying the initial conditions for subsequent dynamic execution. As the controllers were initially set to their minimum values when executing this mode, all flowrates are automatically set to zero.

**Table 2.** Data used in the implementation of the control structure.

Controller	Controlled Variable	Manipulated variable	Kc	$\tau$ (min)
COL1_AzeoFC	Mass flowrate of the mixture	Feed valve position	0.5	0.3
COL1_EntFC	Solvent mass flowrate	Feed valve position	0.5	0.3
COL1_RefFC	Reflux vessel level	Mass flowrate that returns to the column	0.5	0.3
COL1_DrumLC	Reflux vessel level	Valve position (top product)	317.39	2.64
COL1_SumpLC	Column base level	Valve position (base product)	268.68	2.64
COL1_CondPC	Pressure at the top of the column (1 <sup>st</sup> stage)	Cooling water flowrate	33.60	2.64
COL1_RebTC	19 <sup>th</sup> stage temperature	Heating steam flowrate	51.16	2.64
COL2_RefFC	Reflux vessel level	Mass flow that returns to column	0.5	0.3
COL2_DrumLC	Reflux vessel level	Valve position (top product)	1073.63	2.64
COL2_SumpLC	Column base level	Valve position (base product)	1863.51	2.64
COL2_CondPC	Pressure at the top of the column (1 <sup>st</sup> stage)	Coolant Fluid Flowrate	25.99	11.88
COL2_RebTC	19 <sup>th</sup> stage temperature	Heating steam flow	311.69	3.96
MIXER1_LC	Mix tank level	Feed valve position	120.41	2.64
MIXER2_LC	Mix tank level	Feed valve position	749.69	2.64
EXCH1_TC	Recycle temperature	Cooling water flow	111.4	2.64

The emptying procedure performed for the column under study presented satisfactory data for the model representation of a cold and empty column, since it was possible to remove all the components that were part of the process, except for nitrogen.

Then, the "Empty" script provided by the software itself was executed for each of the columns. This script consists of resetting the initial values for the process variables of some given equipment by displaying an equipment model in the empty and cold condition.

In this work, the gas used to perform the emptying of the system was nitrogen, which was specified as a simulation component in the stationary model.

### 3. Startup Polices

The startup procedure developed in this paper is the result of many simulation attempts and several studies published in literature. This procedure is based on a conventional startup strategy and is composed into a series of steps for better technical understanding, as shown below. The following steps represent the startup procedure of an extractive column.<sup>2, 6, 17</sup>

**Step 1.** As a first step, the pressure controller has its manual mode changed to automatic mode. This step aims to prevent abrupt pressure deviation into the column.

**Step 2.** Until this step begins, the column is still considered empty and cold. At this point, the extractive column feed flowrates are simultaneously initialized for both solvent and azeotropic mixture. The flowrate gradually increases from zero to its nominal value in 2 hours. As the feed enters the column, all trays below feed stages and the reboiler are filled.

**Step 3.** The next objective is to heat the column. This step starts after the liquid level at in the column's sump reaches 0.3 m. This value represents the minimum level necessary to begin the heating step, ensuring that the column sump will never empty. The heating medium flow rate gradually increases from zero to its nominal value. As the liquid at the column's sump gets hotter, the mixture steam increases. This steam ascends the column until it reaches the top of

the column. At the condenser, the steam is condensed and just returns as reflux flowrate after the command (Step 5).

**Step 4.** The purge valve, which is located at the top of the reflux drum, needs to be completely open at some point during the system initialization. In order to determine the purging time effect, the purge valve is opened for different startup times. At this moment, nitrogen is used as inert gas to pressurize the column and starts to be expelled from the system; after that, only ethanol, water and ethylene glycol remain inside the column. After the complete removal of nitrogen, the purge valve must remain completely closed, avoiding product loss through the purge stream.

**Step 5.** The main objective of this step is to start the column reflux. This step only begins after the reflux vessel reaches a minimum liquid level of 0.2 m, like the column heating step. This value represents the minimum level necessary to begin the reflux flowrate, ensuring that the reflux drum will never become empty. At this moment, the reflux valve position has its set point changed to its nominal value.

**Step 6.** This step represents the production of anhydrous ethanol at the top of the extractive column. This stream is composed of 99.9% wt ethanol. The withdrawal of the top product only starts after ethanol composition is reached. This specification is predetermined in order to avoid an off specification product formation. After the product specification in the reflux drum is reached, the reflux drum level controller has its manual mode changed to automatic and its set point changed to 1.2125 m.

**Step 7.** Analogously to the previously step, this phase represents the withdrawal of bottom product from the extractive column and the beginning of startup operation for the recovery column. This residual stream is mostly composed of ethylene glycol and water. Withdrawal of the residual mixture starts after the composition of ethanol in the bottom stream reaches less

than 0.01%. At this point, the sump level controller has its manual mode changed to automatic and its set point changed to 1.1875 m.

**Step 8.** Finally, all remaining controllers have their set points changed to their nominal values and the manual mode is changed to automatic mode. Demarcation between all steps is normally arbitrary, depending on the system and on the ordered sequence of sub goals related to the process variables.

The structure used to develop the recovery column startup task is based on the previously explained sequence for the extractive column, except for the fact that the recovery column feed flowrate is dependent on the extractive column sump level, and for the fact that the purge valve presents a fixed time to open for all scenarios.

#### **4. Simulation Results**

In order to evaluate the effect of the purge during the startup of an extractive distillation column, the opening moment of the purge valve was varied in 10 different scenarios. The purpose of the time increment was to cover all possible initiation situations of the purge during the startup of a distillation column.

For the first five scenarios (#1, #2, #3, #4 and #5), a step of 0.1 hours was adopted because it is a filling only operation of the equipment. For the last five cases (#6, #7, #8, #9 and #10), an increment of 0.05 hours was adopted due to the faster dynamics of the main variables involved in the process. This "faster" dynamic results from the simultaneous execution of multiple tasks: feed, heating, purge, and reflux.

However, it was observed that in some cases the results were practically the same. Thus, it was decided to only present the most relevant results, as shown in Table 3: a) case #1, purge performed simultaneously at the start of feeding; b) case #2, purge performed during feeding; c) case #6, purge performed simultaneously to the start of the heating step, d) case #8, purge

performed during the heating step. Although cases #9 and #10 represent a mere unfolding of the purge step performed during the column heating (case#8), it was decided to present them, as they showed divergent behaviors from the other cases. In Table 3, the second column indicates the time at which the purge was initiated.

As explained in the previous section, this work only evaluated the effect of purge initiation time for the first column (extractive).

**Table 3.** Developed scenarios to determine the effect of purging valve on startup.

Case (#)	Time (h)	Scenarios (Extractive Column)
1	0.10	Initialization of purge at the beginning of the column feeding step
2	0.20	Initiation of purge during the gradual column feeding
6	0.55	Initialization of purge at the beginning of the column heating step
8	0.65	
9	0.70	Initialization of purge during gradual column heating
10	0.75	

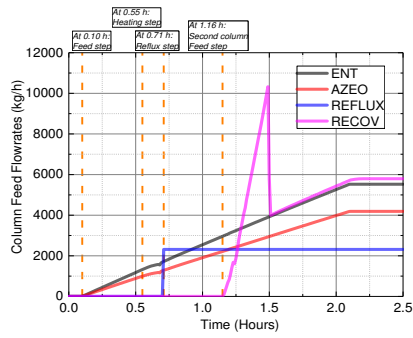
#### 4.1. Dynamic Behavior

Figure 5 represents the dynamic behavior of the feed flowrate for the system under investigation. It is observed that both the azeotropic and solvent mixture feed were simultaneously initialized in a computational time of 0.10 h for all implemented cases. As can be seen in Figure 5, the feed flowrate increases from zero to its nominal value in a linear fashion through a ramp with a total duration of 2 hours.

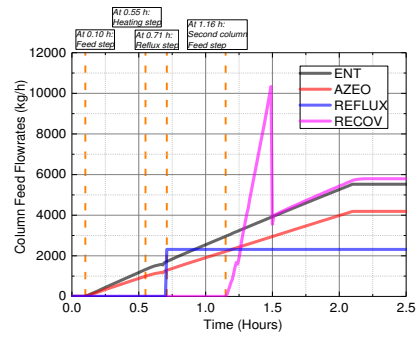
By comparing the scenarios presented in Figure 5, it is verified that the feed flowrate for the extractive column falls by approximately at 0.65 h. This variation appears subtly in the first case (Figure 5.a) and increases suddenly until the impracticability of the extractive column feed



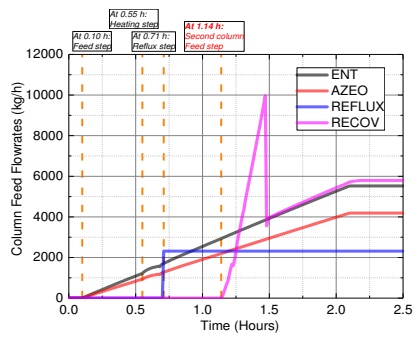
(Figure 5.f). This phenomenon is closely related to the increase of internal pressure of the system and will be detailed at a more opportune moment.



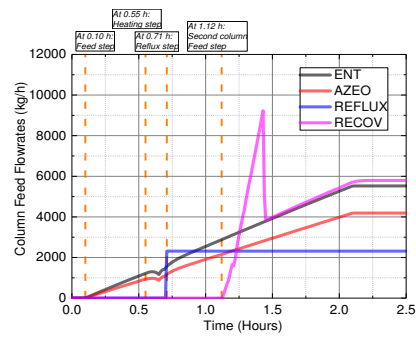
(a)



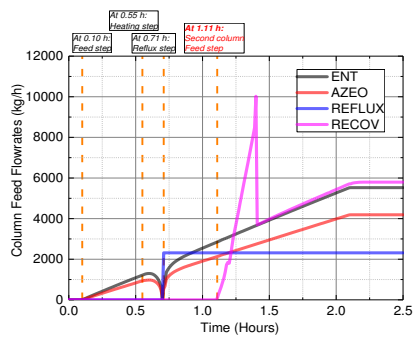
(b)



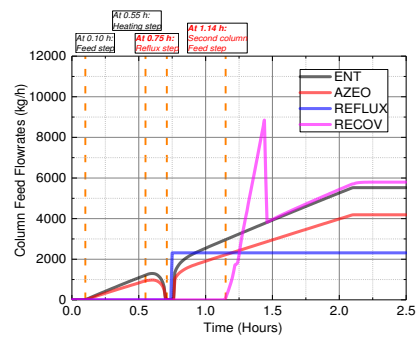
(c)



(d)



(e)



(f)

**Figure 5.** Dynamic behavior of system flowrate for scenarios: (a) #1; (b) #2; (c) #6; (d) #8; (e) #9; (f) #10.

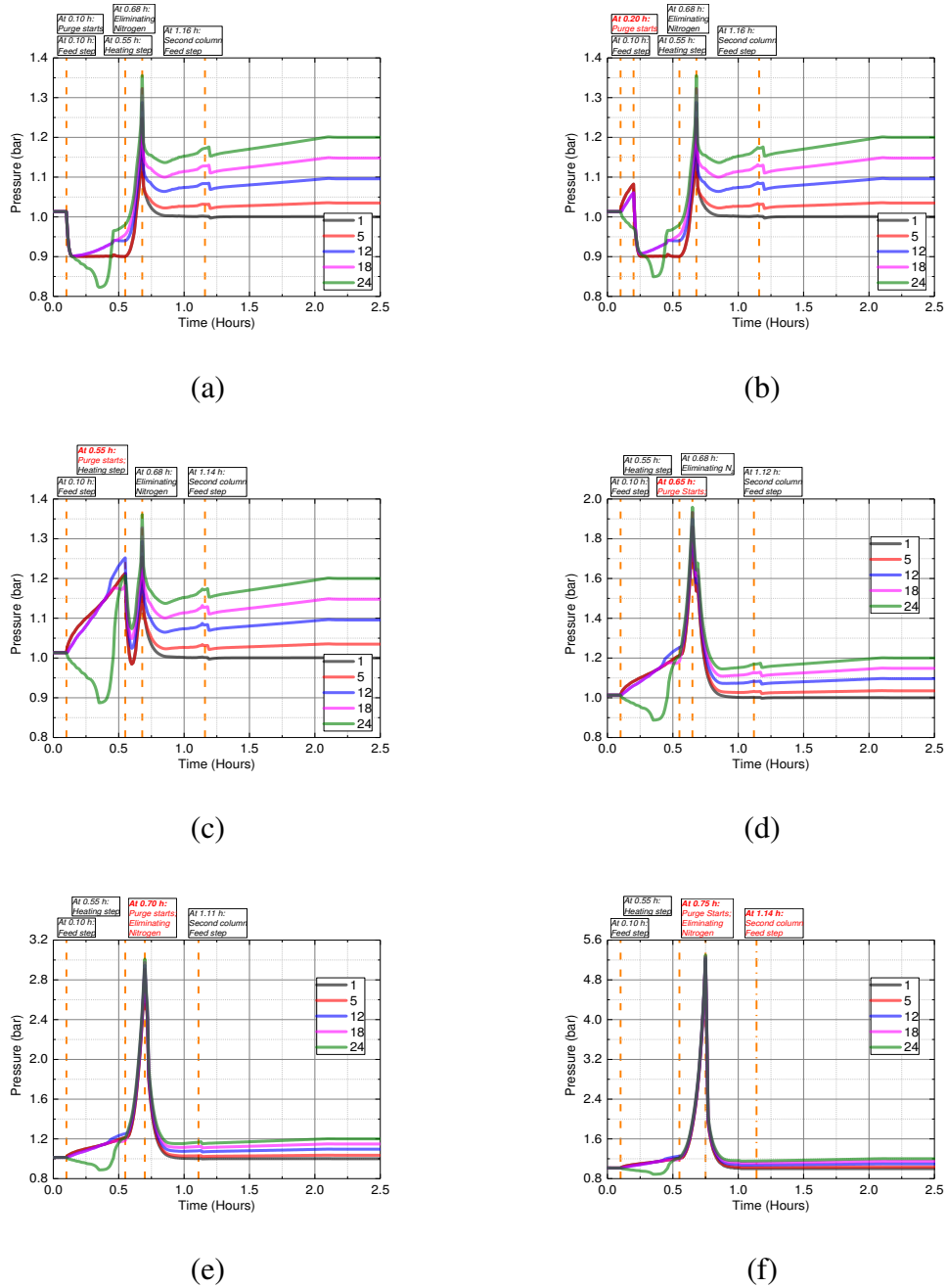
As shown in Figure 5, it is still possible to verify the moment when the bottom product from the extractive column is introduced into the recovery column, starting the feed operation for the second column. It is noticed that the initialization time for the second column decreases as the purge operation is postponed, except for the last scenario (Figure 5.f). The last scenario diverges from the observed pattern in other cases due to the momentary interruption of the feed phase, which ends up affecting the start time of the column reflux and the subsequent phases.

Figure 6 shows the dynamic pressure behavior of some extractive column stages throughout the startup step. When analyzing Figures 5 and 6 together, it is verified that the dynamic behavior of the feed is strongly influenced by the dynamic behavior of the equipment pressure. This means that as the column is heated, the vapor fraction contained in the equipment increases, thereby raising the system pressure. In turn, when the pressure relating to the feeding stage exceeds the pressure of the stream that feeds it, the equipment supply is momentarily not possible. This effect can be better visualized in the last two implemented cases (Figures 5.e, 5.f, 6.e and 6.f).

When the raw material begins to be introduced into the equipment ( $t = 0.10$  h), an upward displacement in the pressure profile of the stages located in the rectification region is noticed, whereas the stages located in the stripping region suffer a decrease in their values. In Figure 6 it can also be seen that (as a rule) the purge initiation promotes a decrease in the pressure of the stages located in both the rectification and the exhaust zones, except for the last three cases (Figures 6.d, 6.e 6.f) which only present a pressure drop in the exhaustion region due to the late initiation of the purge step.

It can be seen that this pressure drop is followed by an increase in pressure. This increase in pressure is justified by the start of the heating step ( $t = 0.55$  h). It can be observed that this increase remains constant in the sequence until the moment when the nitrogen present in the

extractive system begins to be eliminated, at which point the pressure of the extractive system decreases to values close to those of operation.



**Figure 6.** Dynamic responses of pressure at some extractive stages for scenarios: (a) #1; (b) #2; (c) #6; (d) #8; (e) #9; (f) #10.

From this second decrease in the pressure values, it can be inferred that the extractive system acquires the conditions (pressure and temperature) necessary to eliminate the nitrogen at time  $t = 0.67$  h, as can be observed in Figures 6.a, 6.b and 6.c. This same condition is reached for the other scenarios (Figure 6.d, 6.e and 6.f), but the late execution of the purge operation makes it impossible to soften the internal pressure of the equipment, further increasing the pressure of the extractive system.

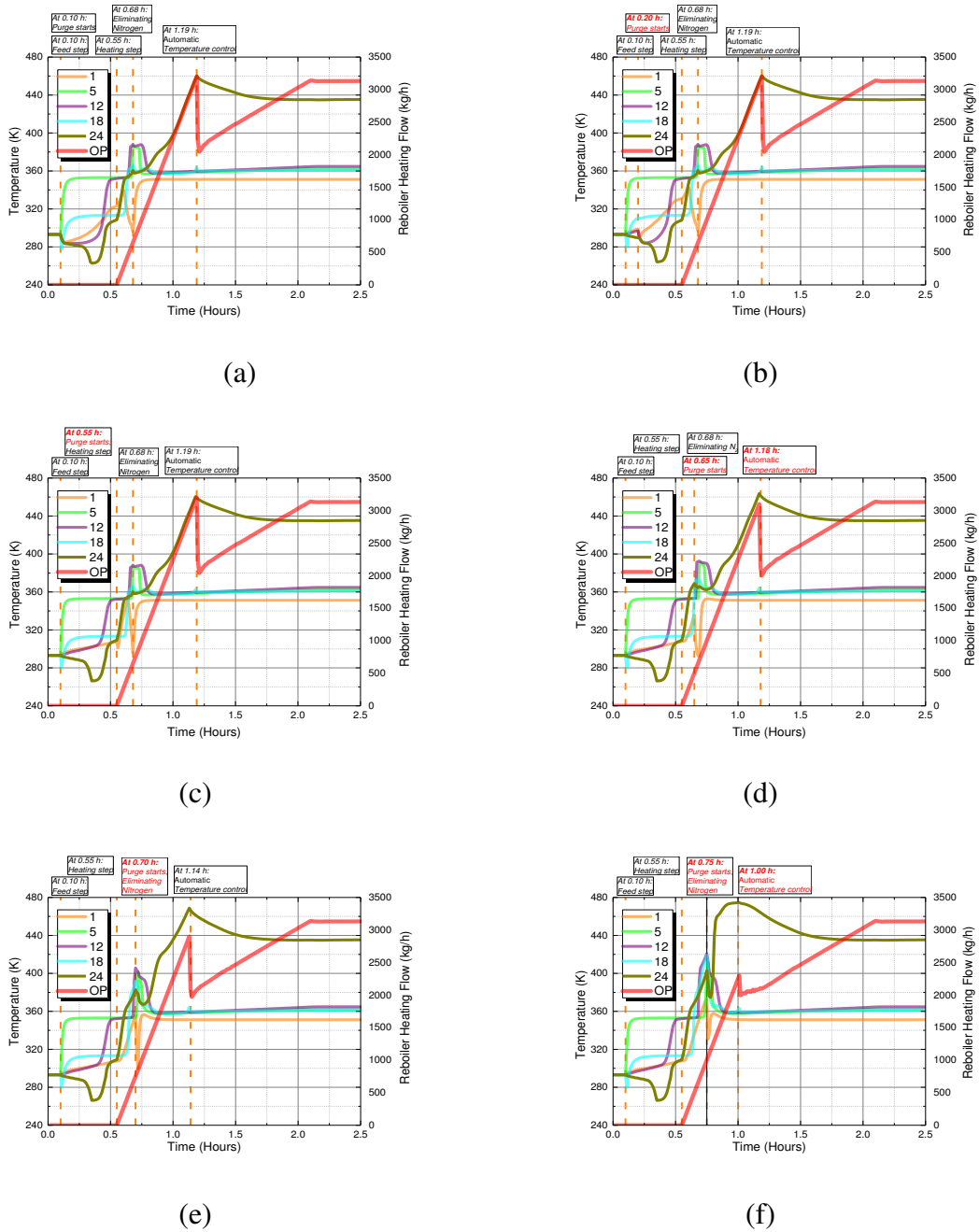
During the transition between the heating and purge stages, these scenarios (Figure 6.d, 6.e and 6.f) presented 1.96 bar, 3.00 bar and 5.30 bar as maximum pressure values, respectively, which are considered too high compared to the recommended operating value.

Figure 7 shows the dynamic behavior of the temperature of some extractive column stages. For all implemented cases, the heating step was initialized at the computational time of 0.55 h. Similarly to the feed stage, the rate of heating fluid fed to the reboiler increases from zero to its rated operating value linearly via a ramp function. The end of the manual heating step is signaled after the temperature of stage #19 (considered the most sensitive) exceeds its steady state by at least 1 K.

Figure 7 shows a decline in system temperature shortly after the start of the feed stage ( $t = 0.10$  h). In comparing the column stages, it is observed that this drop in temperature is even more accentuated for the region below the ethanol-water azeotropic mixing feed stage.

According to Kister<sup>6</sup>, when there is a pressurized distillation column with some kind of inert gas, care should be taken when feeding the system with some kind of liquid load, and always do the introduction very slowly. The author explains that by introducing a liquid into a column pressurized with some kind of inert gas, the feed undergoes an instantaneous vaporization due to excessively low pressure. Therefore, a temperature drop in the column stages is observed until the fraction of evaporated liquid becomes significant in the total vapor fraction. The way the column feed is carried out can promote "thermal stresses" to the system,

promoting a reduction in the useful life of the column and exhausting the metal that composes it.



**Figure 7.** Dynamic behavior of extractive temperature stages for scenarios: (a) #1; (b) #2; (c) #6; (d) #8; (e) #9; (f) #10.

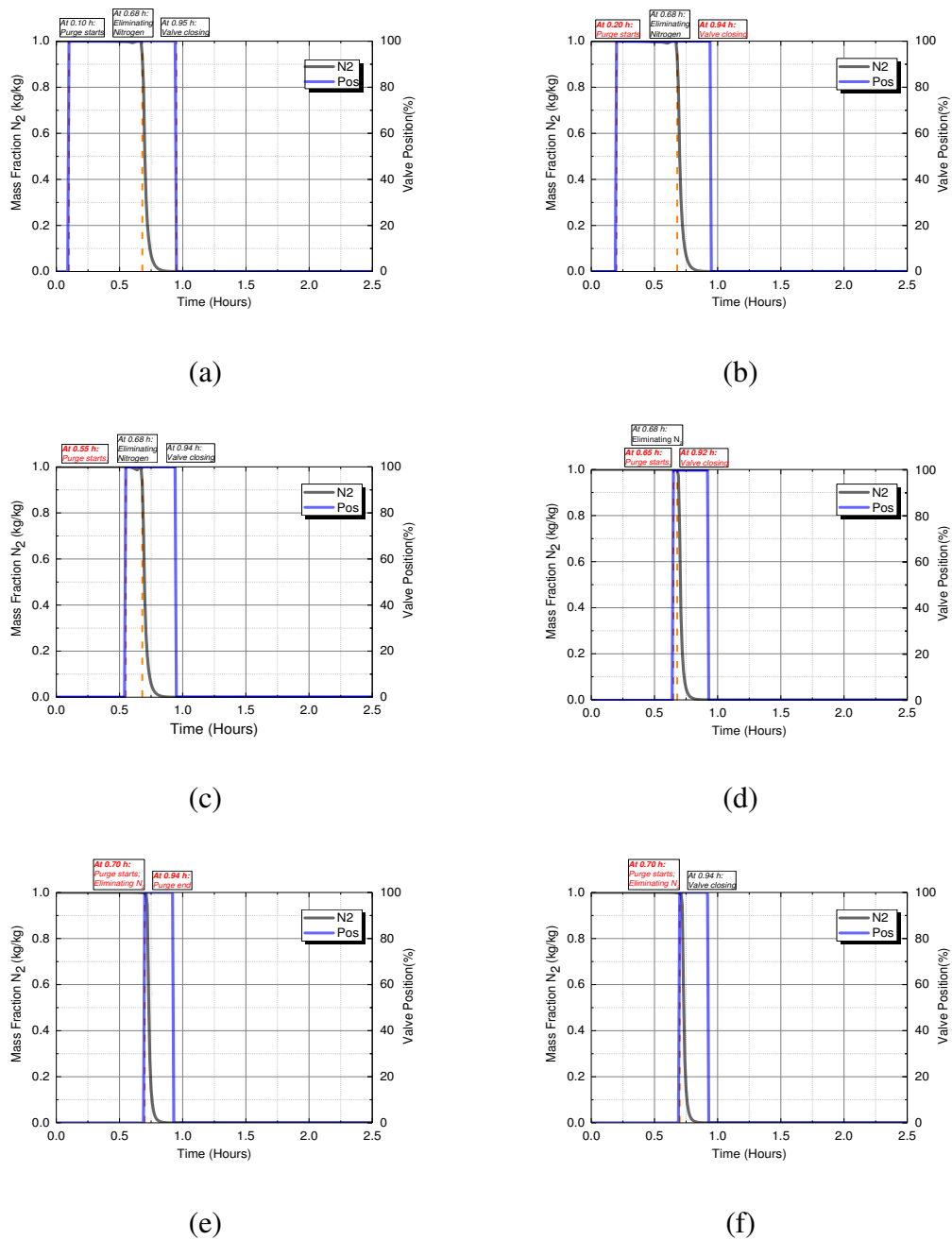
This is not only valid for the initial behavior of the temperature in the extractive column stages (Figure 7), but also justifies the previously reported pressure drop (Figure 6).

After the liquid feed reaches equilibrium with the condensing vapor, it can be shown the establishment of the temperature of the stages to the temperature of the raw material feed flows, which is around 353.15 K for the stages located in the rectification section, and 313.15 K for the stages located in the exhaust section, as can be observed in Figure 7.

In analyzing the implemented scenarios, it is found that the flow of heating fluid needed to achieve a temperature value higher than at least 1 K of its nominal operating temperature decreases as the purge step initiation time increases. This effect can be seen with greater clarity comparing the last two scenarios (Figures 7.e and 7.f) with the other; the last two scenarios present higher temperature for smaller amounts of heating fluid.

As the increase in the heating rate is constant for all cases, it can be stated that the moment the purge is initialized influences the determination of the overall system temperature. The system temperature (Figure 7) is directly related to the equipment pressure (Figure 6), which in turn influences the equipment feed (Figure 5), thus making the high degree of coupling between the process variables clear.

Figure 8 illustrates the dynamic behavior for the nitrogen composition at the top of the column and for the position of the purge valve. By associating Figures 6, 7 and 8, it is noticed that nitrogen only begins to be eliminated from the system after acquiring sufficient conditions of temperature and pressure, making the anticipated effects of the purge opening insignificant regarding its elimination. In other words, the anticipated purge valve opening does not imply in an instantaneous elimination of the nitrogen present in the equipment.



**Figure 8.** Dynamic behavior of N<sub>2</sub> composition and valve position for scenarios: (a) #1; (b) #2; (c) #6; (d) #8; (e) #9; (f) #10.

According to Yasouka et al.<sup>16</sup> *apud* Reepmeyer et al.<sup>10</sup>, the transition between the end of the starting procedure and the beginning of the steady state is established when the product compositions satisfy the condition described by Equation 1.

$$MX = \sum_{j=1}^n (x_{i,dyn} - x_{i,st}) > 0.001 \quad (1)$$

Where  $x_{i,dyn}$  represents the mass fraction of component  $i$  in the product stream and  $x_{i,st}$  represents the mass fraction of component  $i$  in the steady state product stream. If the function permanently remains below the stipulated specification, it can be stated that the steady state was reached.

Figure 9 shows the MX function described above, meaning it describes the moment when the product streams to the top and the column bases reach their respective composite values, thus establishing the steady state. Except for the last scenario (Figure 9.f), it is seen that the time required for the extractive column to reach steady state decreases as the purge initiation is postponed. On the other hand, there is an increase in the time used to reach the steady state for the recovery column. The last scenario (Figure 9.f) presents different behavior from the other scenarios due to the momentary interruption in the raw material feed phase (Figure 5.f), reflecting in the initial reflux time of the column and the subsequent phases.

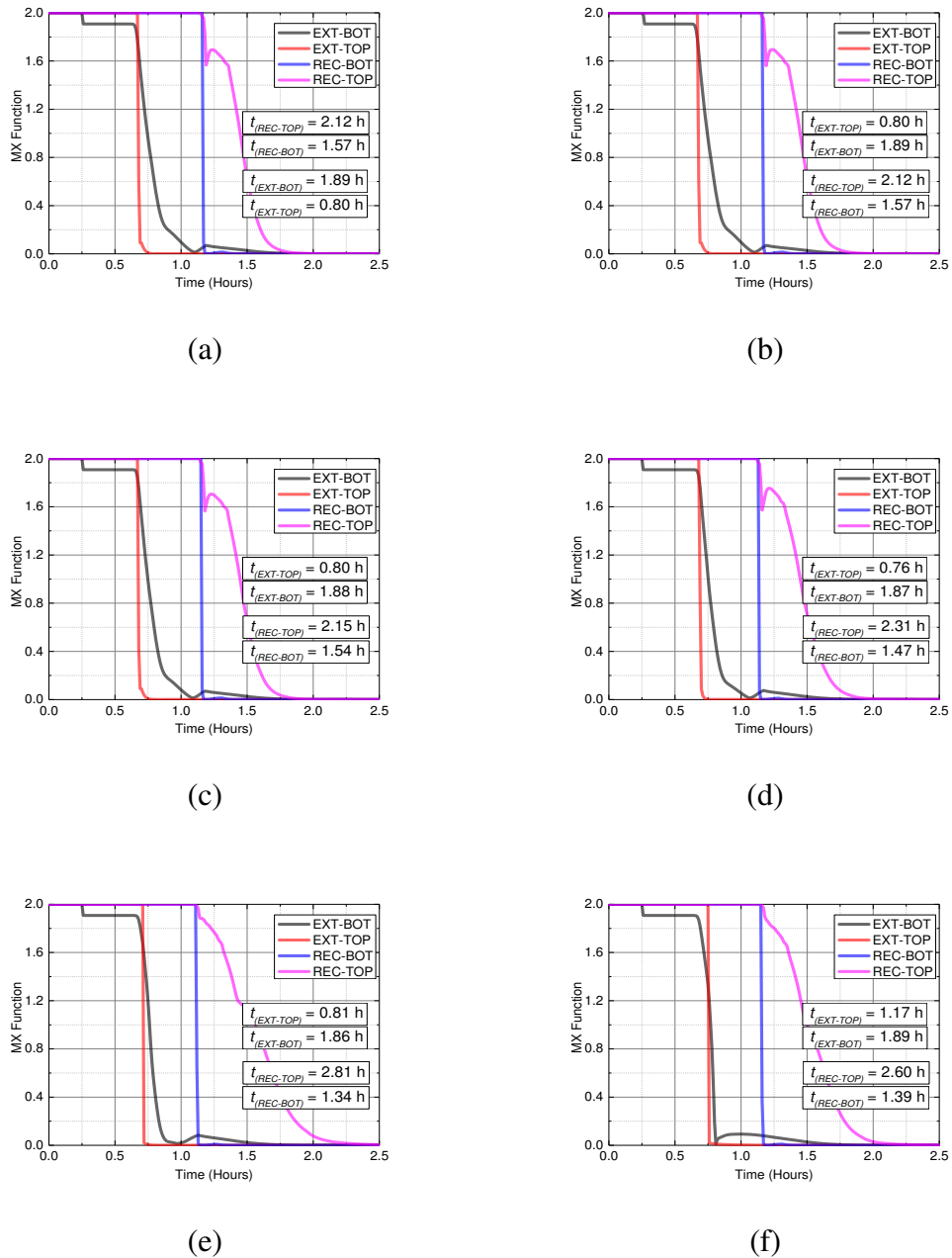
Despite the delay in performing the purge favoring the time spent for the first column, the overall startup time for all cases is determined by the recovery column; thus, this action is not interesting since it contributes to a greater overall startup time.

#### 4.2. Effect of Different Purge Switch Point

In order to facilitate the determination of the purge initiation time effect on the startup time, important information concerning Figure 9 was transcribed to Table 4. For the purpose of calculation, the last scenario (Case #10) was not considered because the increase in pressure (Figure 6.f) and temperature (Figure 7.f) reflect a delay in the feed phase (Figure 5.f) and in



other subsequent phases. In the case of the reflux operation (programmed to start at 0.71 h), this action was only effectively being started in a time of 0.76 h, which makes the adopted procedure for this scenario different from the previous ones.



**Figure 9.** Determination of start-up time for scenarios: (a) #1; (b) #2; (c) #6; (d) #8;

(e) #9; (f) #10.

By means of these data (Table 4), it can be inferred that the delay in the initiation of the purge step very subtly favors the time taken to reach the nominal operating conditions at the base of the extractive column (EXT-BOT). When comparing the starting time for the base product referring to scenario #1 with scenario #9, there is an effective gain of 1.59% in the time required to reach the standing conditions of the extractive column, since the bottom stream is the last to reach the tolerance imposed by Equation (1).

**Table 4.** Simulation results for individual and total heating flow rate.

Case (#)	Overall startup Time (Extractive)		Overall Startup Time (Recovery)	
	(h)	(%)	(h)	(%)
1	(-) 1.89	0	(-) 2.12	0
2	(-) 1.89	0	(-) 2.12	0
6	(↓) 1.88	0.53	(↑) 2.15	1.91
8	(↓) 1.87	1.06	(↑) 2.31	6.37
9	(↓) 1.86	1.59	(↑) 2.81	11.46
10	1.89	-	2.60	-

By evaluating the time taken for the recovery column, it is noted that the base product of the column is reduced with the purging step delay; however, different behavior is observed for the top product of the recovery column. This means the delay in initiating the purge step disfavors the time taken to achieve the nominal operating conditions. When analyzing Table 4, an increase in the time required from 2.12 h to 2.81 h is observed, which represents a 24.35% increase in the time required to achieve the steady state conditions for the recovery column top stream.

By analyzing the system as a whole, it can see that case #1 presented the shortest time necessary to reach steady state with a total time of 2.12 h, while case #9 presented a total time of 2.84 h, being the longest time between the compared scenarios. Although the purge initiation

time favors the starting time for the extractive column, it impairs the time needed to reach the steady state for the recovery column.

As the extractive system under investigation consists of both the extractive and recovery columns, it can be stated that the delay in the purge initiation damages the process as a whole.

Table 5 refers to the amount of utility consumed by the system during the startup operation for each one of the implemented scenarios. These data were extracted from Figure 7 for a better understanding of the purge initiation effects on the amount of utility consumed.

When analyzing the data in detail, it is observed that Table 5 symbolizes the energy cost used for each of the implemented referents. It is also observed that as the purge initiation time increases for the extraction column, a decrease in the amount of heating utility is obtained. For scenario #1, it took 6253.04 kg of heating fluid (considered the highest value among all cases), while scenario #9 only presented 6124.82 kg. Moreover, when comparing scenario #9 to #1, there is a decrease of 0.96% in the amount of heating fluid.

The observed pattern for the recovery column is analogous to that explained above. In other words, with the increase in the purge initiation delay there is a decrease in the amount of heating fluid consumed during the startup step. By individually analyzing this on a case-by-case basis, it is observed that scenario #9 presented the lowest consumption of heating fluid. In comparison with scenario #1, there is a decrease of 0.85% in consumption.

**Table 5.** Simulation results for individual and total heating flow rate.

Case (#)	Extractive		Recover y		Recovery		Total	Total
	Heating Flow (h)	Heating Flow (%)	Heating Flow (h)	Heating Flow (%)	Heating Flow (h)	Heating Flow (%)	Heating Flow (kg)	Heating Flow (%)
1	(-) 6253.039	(-) 0	1473.033	(-) 0	(-)	(-)	7726.072	0
2	(↓) 6252.668	(↓) 0.006	1464.948	(↓) 0.129	(↓)	(↓)	7717.616	0.109
6	(↓) 6242.649	(↓) 0.166	1460.518	(↓) 0.200	(↓)	(↓)	7703.167	0.296
8	(↓) 6230.239	(↓) 0.365	1421.131	(↓) 0.830	(↓)	(↓)	7651.370	0.967
9	(↓) 6192.086	(↓) 0.975	1419.634	(↓) 0.854	(↓)	(↓)	7611.720	1.480
10	(↓) 6124.817	(↓) 2.051	1418.444	(↓) 0.873	(↓)	(↓)	7543.261	2.366

In evaluating the system as a whole, it is found that the purge initiation delay promotes a decrease in the amount of heating fluid consumed during the starting step.

Despite presenting the lowest values for energy consumption, scenario #10 was disregarded for calculation purposes due to its operating conditions. Based on the engineering judgment of our group, such equipment is constructed to withstand up to five times its nominal operating pressure. As it does not meet this security constraint, the last scenario (Figure 6.f) is considered impractical from the operational point of view.

Although scenario #9 (Figure 6.e) shows pressure values within the allowed limits, it should be emphasized that operating the equipment above nominal operating values can lead to numerous problems, including a reduction in its useful life. Thus, it is only recommended in cases where advantages from the economic and operational point of view clearly prevail without giving up security restrictions.

Although scenario #9 presents maximum pressures within acceptable limits ( $P = 3.00$  bar), this scenario is not a good choice considering that the reduction in the utilities consumption

is very low (1.82%) in relation to the physical stress that the equipment will be subjected to, and the imminent risks of operating it very close to its limit.

Except for these last two cases (Figure 6.e and 6.f), all other scenarios are considered feasible, since the case study refers to a non-reactive process.

By analyzing the obtained results (Tables 4 and 5), it can be seen that, as a rule, the amount of utility required to carry out the system startup is in inverse proportion to the time spent in the operation.

In general, the consulted literature recommends initiating the purge after heating. However, according to the results obtained in this work, in a concrete case it is recommended to implement any of the scenarios that precede the heating stage (case #1, case #2, case #3, case #4, case #5) or at the time the heating is started (case #6).

The main reason for not advising the purge during/after heating is due to the rapid dynamics of the column, with a few fractions of minutes being able to compromise the whole system. In addition, as a rule, the startup and shutdown operation of the equipment are atypical situations, since the purpose is to continuously produce, with the exception of batch processes.

## **5. Concluding Remarks**

This work contemplated a study of the purge initialization time during the startup operation of a distillation system, which has not been related in the literature until now. Considering the purge step during the startup operation, this paper reflects greater details of the dynamics behaviors of the implemented model, contributing to a significantly more realistic analysis.

Several scenarios were implemented from the standard starting procedure in order to map the purge initialization time effect throughout the system initialization. When analyzing the results, it is concluded that although the purge initiation time favors the starting time for the

extractive column, it affects the starting time for the recovery column. As the recovery column is the last to reach the steady state, it can be inferred that it is responsible for the total starting time of the system. In other words, the increase in the time to initiate the purge is detrimental to the time taken in the overall process. By analyzing the amount of heating fluid used in the process, it is observed that the increase in the purge initiation time favors a reduction in expenses on utilities for both columns.

From the correlation between the determinant parameters in the startup analysis, it is concluded that the optimum procedure in terms of energy consumption is not always a procedure with the shortest possible time. In comparing the cases implemented in this work, it can be seen that the purge presents greater energy efficiency when started after the heating of the column. However, it was verified that obtaining this gain represents working with operational values often above the usual average, which could compromise the equipment and jeopardize the integrity of the operators. With this, it was also possible to visualize the correlation between the main process variables and the possible accidents, thereby improving understanding of the phenomena that make the starting operation a challenge in industrial practice.

By weighing the physical stress to which the equipment will be subjected, the number of times it is expected to start the equipment, the physical integrity of the operators, the fact that the process is not reactive, and the energy gain, it is recommended that the purge initiation occurs before the heating step.

\*Corresponding author: Tel: +55 83 2101-1873. Fax +55 83 2101-1114. E-mail: wagner.ramos@eq.ufcg.edu.br

## Acknowledgements

The authors thank the *Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)* for financial support for this work.

## References

- (1) DU, Y.; ZHAO, R., JIN, L.; WANG, S.; YU, G.; Start-up process dynamics of plate distillation columns, *Chinese Journal of Chemical Engineering*, v. 3, p. 1-10, 1988.
- (2) FABRO, J. A.; ARRUDA, L. V. R.; NEVES, F. JR.; Startup of a distillation column using intelligent control techniques. *Computers and Chemical Engineering*, v. 30, p. 309-320, 2005.
- (3) FIEG, G.; WOZNY, G.; Experimental and theoretical studies of the dynamics of startup and product switchover operations of distillation columns. *Chemical Engineering and Processing*, v.32, p. 283-290, 1993.
- (4) FIGUEIRÊDO, M. F.; BRITO, K. D.; RAMOS, W. B.; VASCONCELOS, L. G. S.; BRITO, R. P.; Optimization of the Design and Operation of Extractive Distillation Processes, *Separation Science and Technology*, v. 50, p. 2238-2247, 2015.
- (5) GIL, I. D.; GÓMEZ, J. M.; and RODRÍGUEZ, G.; Control of an extractive distillation process to dehydrate ethanol using glycerol as entrainer, *Computers and Chemical Engineering*, v. 39, p. 129-14239, 2012.
- (6) KISTER, H. Z.; *Distillation Operation*. McGraw Hill Professional - Technology & Engineering - 729 pages, 1990.
- (7) LI, G.; BAI, P.; New operation strategy for separation of ethanol-water by extractive distillation. *Ind. Eng. Chem. Res.*, v.51, n.6, p.2723-2729, 2012.
- (8) LUYBEN, W. L.; American Institute of Chemical Engineers. *Distillation Design and Control Using Aspen Simulation*, 1st ed., John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, 2006.

---

(9) NUNES, I. C.; FIGUEIRÊDO, M. F.; BRITO, K. D.; BRITO, R. P.; Effect of solvent feeding time on the start-up operation of an extractive distillation column. 26th European Symposium on Computer Aided Process Engineering - ESCAPE 26. v. 38, p. 1407–1412, 2016.

(10) REEPMEYER, F.; REPKE, J. U.; WOZNY, G.; Time optimal start-up strategies for reactive distillation columns, *Chemical Engineering Science*, v. 59, p. 4339 – 4347, 2004.

(11) 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.

(12) VARBANOV, P.; KLEIN, A.; REPKE, J. U.; WOZNY, G.; Minimizing the startup duration for mass- and heat-integrated two-column distillation systems: A conceptual approach. *Chemical Engineering and Processing*, v. 47, p. 1456–1469, 2008.

(13) VARGAS, M. A.; FIEG, G.; Simulation study of alternatives for the efficient start-up of dividing-wall distillation column sequences. *Computer Aided Chemical Engineering*, v. 31, p. 750-754, 2012.

(14) VASCONCELOS, A. L. U.; NUNES, I. C.; BRITO, R. P.; VASCONCELOS, L. G. S.; Study of the dynamic behavior and development of the optimal procedure of startup a thermal-ly coupled distillation column. *Engineering Optimization 2014*, CRC Press, ed. IV, p. 793-798, 2014.

(15) WENG, K. C.; LEE, H. Y.; Dynamic Start-Up Policies of Extractive Distillation for Dehydration of Iso-Propyl Alcohol Process. *The 5th International Symposium on Advanced Control of Industrial Processes ADCONIP 2014*, Hiroshima, Japan, 2014.

(16) YASUOKA, H., NAKANISHI, E.; A convenient algorithm for the online optimum startup operation of binary distillation. *Memoirs of the Faculty of Engineering, Kobe University* (29), 161–169, 1982.



(17) ZHAO, Y. C.; ZHANG, J.; QIU, T.; ZHAO, J. S.; XU, Q.; Flare Minimization during Startups of An Integrated Cryogenic Separation System via Dynamic Simulation, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 53, p. 1553-1562, 2014.