



Copyright 2004, Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás - IBP

Este Trabalho Técnico Científico foi preparado para apresentação no 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás, a ser realizado no período de 2 a 5 de outubro de 2005, em Salvador. Este Trabalho Técnico Científico foi selecionado e/ou revisado pela Comissão Científica, para apresentação no Evento. O conteúdo do Trabalho, como apresentado, não foi revisado pelo IBP. Os organizadores não irão traduzir ou corrigir os textos recebidos. O material conforme, apresentado, não necessariamente reflete as opiniões do Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás, Sócios e Representantes. É de conhecimento e aprovação do(s) autor(es) que este Trabalho será publicado nos Anais do 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás

AVALIAÇÃO DE PROCEDIMENTOS DE PARTIDA E DEFINIÇÃO DAS CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO DE UMA COLUNA DE DESTILAÇÃO

Fernanda Regina Steinmacher¹, Cintia Marangoni², Ricardo Antonio Francisco Machado³, Pedro Henrique Hermes de Araujo⁴

Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos. Campus Universitário. Caixa Postal 476 – Trindade, Florianópolis – SC. 88010-970

¹fersteinmacher@hotmail.com, ²sissi@enq.ufsc.br, ³machado@enq.ufsc.br,

⁴pedro@enq.ufsc.br

Resumo – Colunas de destilação podem levar desde horas até dias até atingir o estado estacionário. Tal período compreende a partida da operação de destilação, sendo que o seu procedimento representa uma das mais complexas operações. A aplicação de um procedimento de partida adequado à coluna de destilação permitirá a redução no tempo para estabelecer o estado estacionário, proporcionando uma otimização da operação. Desta forma, o objetivo deste trabalho é avaliar diferentes procedimentos de partida e definir o melhor ponto de operação para uma mistura de etanol e água em uma coluna de destilação piloto. Os experimentos foram realizados com três condições iniciais de operação distintas. Primeiramente, foram analisadas as diferentes composições de etanol na alimentação. Uma segunda comparação foi realizada entre a introdução do aquecimento ou não na alimentação. Diante de um estudo do comportamento dinâmico, observou-se que uma maior concentração de etanol a ser recuperado favorece as condições de operação, devido ao fato, principalmente, de que as temperaturas são mais baixas. A partir desta avaliação, é apresentado como resultado o melhor ponto de operação com uma concentração de 35% etanol na alimentação e sem introdução de aquecimento na mesma.

Palavras-Chave: partida; destilação; dinâmica.

Abstract – Distillation columns can take long hours or even days to reach their steady state. Such period is called as distillation startup operation, so its procedure represents one of the most complex operations. The application of a startup operation adjust to the distillation column will need less operation time to reach its steady state, providing an optimization of the operation. In this way, the aim of this paper is to evaluate different startup procedures and define the better operation point to an ethanol-water mixture in a pilot distillation column. The experiments have been carried through with three different initial operation conditions. Firstly, the effects of different ethanol compositions in the feed were analyzed. A second comparison was made with the introduction or not of heat in the feed. By a study about dynamic behavior, it was observed that the higher ethanol composition to be recovered favors the operation conditions, had to the fact, mainly, the lower temperatures. Through this analysis, is presented as result that 35% of ethanol in the feed and without heat introduction in the same pipe is the better operation point.

Keywords: startup; distillation; dynamic.

1. Introdução

Periódicamente, após os procedimentos de manutenção, é necessário iniciar a partida (*startup*) na operação de uma coluna de destilação contínua. Esta etapa da operação apresenta uma série de problemas operacionais. Segundo Drew (1983) os problemas mais comuns são os hidráulicos e mecânicos, dificuldades com os fluidos do processo e problemas de instrumentação. De acordo com Ruiz et al (1988), a complexidade hidráulica desta operação em colunas de destilação está relacionada a alguns fatores como a ocupação completa do líquido no *downcomer* e do vapor nas perfurações dos pratos, o aumento da pressão do líquido acumulado no prato (*holdup*) e outros. Quando superados estes fatores, completa-se o procedimento de *startup* de uma coluna de destilação. Assim, é fácil perceber que esta fase do processo requer prática e conhecimento do operador. E neste sentido é muito importante o conhecimento do comportamento dinâmico do processo.

Ruiz et al (1988) descreveram um procedimento de *startup* para uma coluna de destilação contínua denominado “*three-phase*”. Este procedimento envolve três fases do processo, descontínuo, semi-contínuo e contínuo. Os autores enfatizam que cada prato é afetado por uma determinada ação em diferentes instantes de tempo, independente do procedimento aplicado. Assim, a fase descontínua consiste na transição da coluna de um estado frio a um estado de equilíbrio. A fase semi-contínua é caracterizada pelas variáveis termodinâmicas, as quais se apresentam não-lineares, porém contínuas, e também pelas variáveis hidráulicas, as quais se apresentam lineares, quase atingindo os valores do estado estacionário. Contudo, antes de atingir o estado estacionário, a operação sofre perturbações, cujo sistema de controle, que deve minimizar estas perturbações, pode ser aplicado, inicializando o estado contínuo.

A aplicação de um procedimento de *startup* que proporcione uma redução no tempo para se alcançar o estado estacionário permitirá a otimização da operação de colunas de destilação, conseqüentemente minimizará a produção de produtos fora da especificação. Para tanto muitas configurações alternativas de partida e operação de uma coluna de destilação foram propostas, como por exemplo, a configuração invertida, a qual consiste em retirada de produto de base e refluxo total. A configuração invertida é melhor para casos onde requer alta purificação do produto a partir de uma alimentação com baixa concentração do componente mais leve, conforme analisam Sørensen e Skogestad (1996a). Fieg e Wozny (1993) estudaram diferentes condições de operação tanto em colunas invertidas quanto em convencionais e concluíram que a diminuição do tempo de partida é considerável em colunas invertidas. Sørensen e Skogestad (1996b) ainda propuseram a inicialização da operação de *startup* com a utilização do componente leve devidamente destilado no condensador, proporcionando um refluxo no seu valor prescrito e o estado estacionário será alcançado mais rapidamente.

Assim, observa-se que a implementação de um procedimento *startup* adequado à coluna de destilação permite maior rapidez no alcance do estado estacionário, reduzindo gastos e melhorando a operação da unidade. A partir destas análises, o objetivo deste trabalho é avaliar diferentes procedimentos de partida e definir o melhor ponto de operação para uma mistura de etanol e água em uma coluna de destilação piloto.

2. Material e Métodos

Os ensaios de partida deste trabalho foram realizados em uma coluna de destilação com 13 pratos, totalmente instrumentada em *fieldbus* e alimentada com uma mistura de etanol e água. Um fluxograma geral da unidade é apresentado na Figura 1 e uma ilustração da mesma, na Figura 2. A Tabela 1 apresenta algumas condições experimentais utilizadas nos ensaios experimentais.

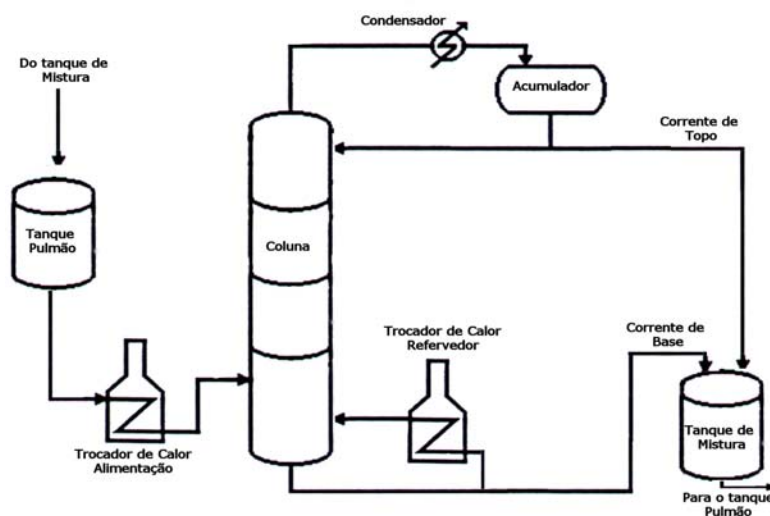


Figura 1. Ilustração geral da unidade piloto de destilação.



Figura 2 Apresentação geral da planta piloto

Tabela 1 Condições experimentais

Variável	Valor (SI)
Número de Pratos	13
Prato da Alimentação	4 (seguindo da parte inferior para a superior)
Vazão de alimentação	300 L.h ⁻¹
Pressão na base da coluna	101KPa
Pressão no topo da coluna	100KPa
Razão de refluxo (Refluxo/Destilado)	1.0

O procedimento padrão descrito a seguir é resultado de inúmeras tentativas de partida da coluna. Primeiramente foram aplicados procedimentos de *startup* clássicos, como o apresentado por Foust et al (1982). Em seguida, as etapas foram sendo adequadas de acordo com as necessidades da unidade experimental e alguns procedimentos avançados foram estudados como o descrito por Ruiz et al (1988). Incrementos foram realizados de maneira que um procedimento considerado adequado à unidade foi implementado. Segue a descrição do mesmo.

Na partida da coluna de destilação, a corrente de alimentação é introduzida continuamente e controlada através da manipulação de uma válvula de controle na mesma linha. Como o sistema é fechado, onde as correntes de produto de base e topo formam a corrente de alimentação, logo ao início do processo, coloca-se a malha de controle de nível da base no automático. Assim, este nível é controlado através da manipulação da corrente da base, que, portanto garante a alimentação até que se inicie o produto de topo. A mistura líquida decorrente da alimentação desce até a base da coluna, onde um trocador de calor atua como refeedor, o qual tem como fluido de aquecimento vapor proveniente de uma caldeira a 8Kgf.cm² de pressão. A temperatura da mistura na corrente do refeedor é então aquecida através da abertura de uma válvula situada na linha de vapor do trocador de calor. A mistura é então vaporizada no refeedor, introduzida na coluna, cujo vapor ascende aquecendo-a prato-a-prato até atingir o condensador. Quando existe um volume razoável no tanque de acúmulo de destilado, inicia-se a etapa de refluxo. Como utilizado em geral, principia-se a operação com refluxo total, permitindo assim que a composição do destilado se aproxime da composição desejada a ser obtida durante a operação em estado estacionário. Uma vez atingida uma situação estável com refluxo total, inicia-se a retirada de produto de topo. A vazão de produto de topo é obtida através da manipulação de uma válvula de controle, a qual regula o nível do tanque acumulador. O estado estacionário é determinado assim que a temperatura e o nível do acumulador se apresentarem estáveis. As malhas de controle da composição dos produtos (temperaturas do topo e base) ainda não foram implementadas, e portanto não são utilizadas neste estudo. A Figura 3 apresenta um fluxograma ilustrando as etapas deste procedimento.

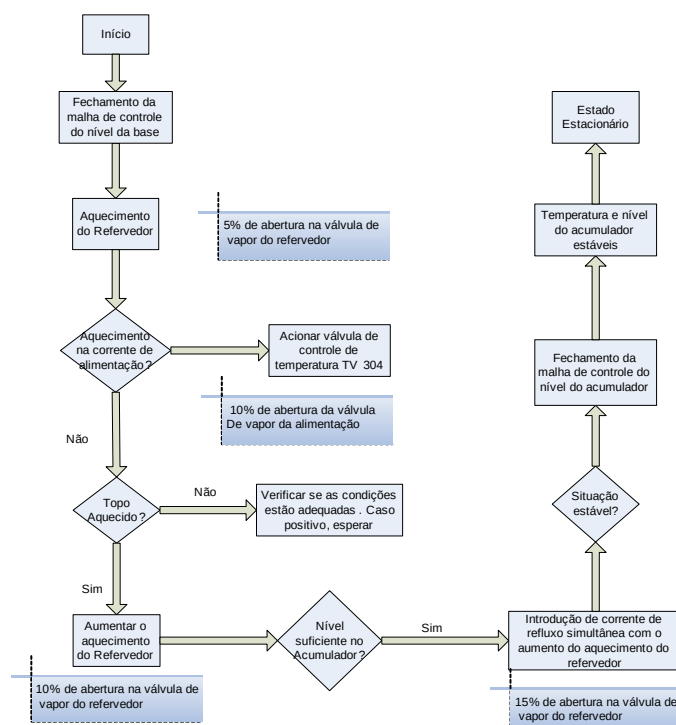


Figura 3. Fluxograma do procedimento adotado

Para definir o melhor procedimento a ser adotado para a unidade experimental, foram estudadas três condições iniciais de operação distintas, apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 Apresentação das condições de operação

Composição da Alimentação - Etanol	Composição de Alimentação - Água	Aquecimento da Alimentação
25%	75%	Sem aquecimento
35%	65%	Sem aquecimento
35%	65%	Com aquecimento

Estes procedimentos foram estudados, onde se definiu o estado estacionário do que apresentou melhor desempenho como sendo o ponto de operação da unidade experimental.

3. Resultados e Discussão

Inicialmente comparou-se o *startup* da coluna com composições diferentes. Observou-se, conforme esperado, que o perfil de temperatura da coluna é mais elevado com 25% de etanol do que com 35%. Porém, também se observou a presença de pressão no interior da coluna, quando as temperaturas são elevadas. A operação da unidade sob pressão torna-se mais complicada uma vez que o controle do nível do acumulador fica mais sensível a pequenas flutuações na pressão. Da mesma maneira, com temperaturas mais elevadas, a temperatura do acumulador também fica mais elevada exigindo maior vazão de refluxo para obter a mesma troca térmica dentro da coluna. Esta necessidade influencia diretamente na vazão de produto de topo que mais uma vez influencia no nível do tanque acumulador. A Figura 4 ilustra este comportamento através dos perfis do nível do acumulador durante a partida para os ensaios com 25% e com 35% de etanol.

A partir deste resultado, optou-se por realizar a segunda comparação, entre a introdução ou não do aquecimento na alimentação. O primeiro ensaio foi realizado com líquido sub-resfriado na alimentação – cerca de 5°C abaixo da temperatura do prato de alimentação, e o segundo ensaio foi realizado com a alimentação sendo introduzida no mesmo valor da temperatura do prato – situação esta ideal para a destilação. Os resultados apresentaram o mesmo comportamento que o apresentado com a composição de etanol mais baixa. Ao se introduzir a alimentação aquecida, a coluna é pressurizada e as variáveis no topo da coluna são mais difíceis de serem operadas.

Wang et al (2003) descreveu a dinâmica da partida de uma coluna de destilação batelada através de um modelo prato-a-prato (*tray-by-tray*). Com o mesmo princípio, o comportamento dinâmico de uma coluna de destilação contínua pode ser descrito baseado em propriedades físicas e termodinâmicas. Os autores implicam que o estado de equilíbrio entre as fases, líquido e vapor, é seguramente formado a partir da base da coluna, enquanto que o *holdup* é preenchido a

partir do topo da coluna assim que inicializado a introdução de refluxo. Assim, considerou-se que se o estado no topo da coluna não é favorável, conforme apresentado anteriormente, o estado estacionário será prejudicado.

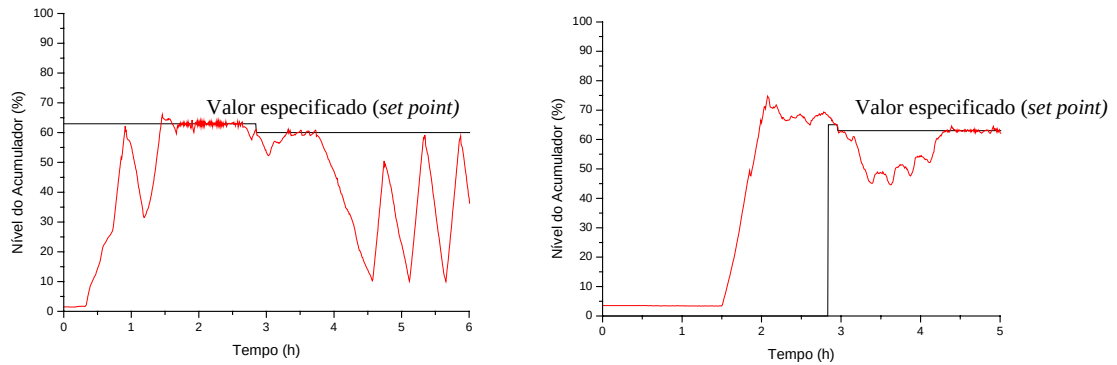


Figura 4. Perfil do nível do acumulador para a partida com 25% de etanol (a esquerda) e 35% de etanol (a direita).

Diante deste comportamento, o ensaio realizado com 35% de etanol e sem o aquecimento da alimentação foi definido como o ponto de operação da coluna. Um comportamento interessante observado foi a diferença no aquecimento dos pratos da seção de esgotamento e da seção de retificação. Uma vez que a corrente de alimentação é resultado do produto de base, no início do *startup*, a temperatura da mesma vai sendo elevada aos poucos, até que toda a massa do tanque pulmão esteja aquecida. Esta mistura entra na coluna, aquecendo lentamente os pratos da seção de esgotamento, fazendo com que o aquecimento dos mesmos seja linear até que o vapor gerado pelo refeedor alcance o prato. Este comportamento é ilustrado na Figura 5, que apresenta o aquecimento em um prato da seção de esgotamento e um da seção de retificação.

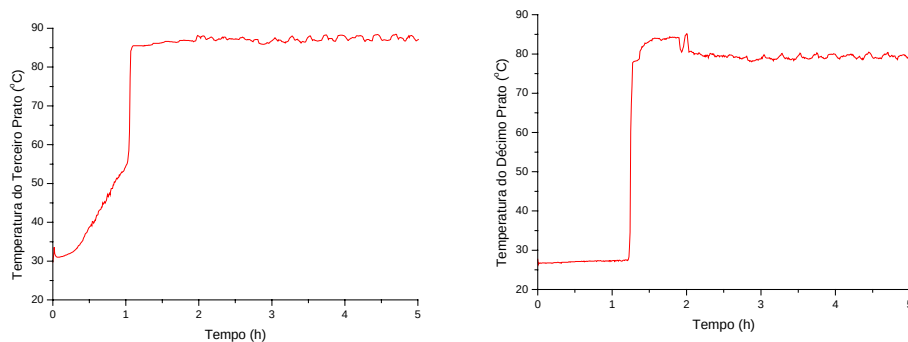


Figura 5. Perfil de temperatura do terceiro prato – seção de esgotamento (a esquerda) e do décimo prato – seção de retificação (a direita)

Este comportamento também é observado por Wang et al (2003). O modelo referenciado descreve que o estado de equilíbrio é atingido a partir de um estado frio e vazio. Análoga a uma coluna de destilação batelada, os pratos da seção de retificação estão frios e vazios, como mostra a ilustração (A) na Figura 6. A partir do momento que o vapor ascende até a seção de retificação, ele condensa devido a troca de calor com a parede do prato acima, demonstrado em (B). O vapor condensado irá acumular no prato, caracterizando assim o estado de líquido acumulado, (LA). Ao mesmo tempo, o líquido acumulado é aquecido com o vapor que ascende a coluna, e o estado de equilíbrio entre fases é estabelecido assim que a mistura atingir o seu ponto de bolha, como está ilustrado em (C). Os autores analisam que o tempo do estado (LA) é muito curto em relação aos outros dois estados. Este período pode ser observado no perfil de temperatura do prato 10.

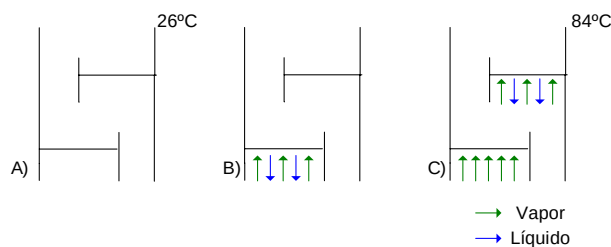


Figura 6. Comportamento dinâmico na seção de retificação.

Assim, com base nos resultados obtidos pode-se analisar que para a seção de esgotamento, o comportamento dinâmico é mais lento e o estado líquido acumulado é contínuo devido a introdução da alimentação, o que amortece o efeito da temperatura e do vapor no prato. A Figura 7 ilustra a transição do estado frio, porém não vazio, ao estado de equilíbrio entre fases. A operação de *startup* é inicializada com a introdução de alimentação e com o aquecimento no refeedor. Enquanto a mistura da base não atingir o seu ponto de bolha, haverá apenas fluxo descendente de líquido nos pratos e *downcomer*, como ilustrado em (A). Havendo formação de vapor, o estado de transição é estabelecido, (B). O estado de equilíbrio entre as fases é alcançado quando a pressão de vapor for suficientemente alta para evitar o escoamento do líquido pelas perfurações do prato e, a temperatura da mistura no prato se encontrar no seu ponto de bolha, (C).

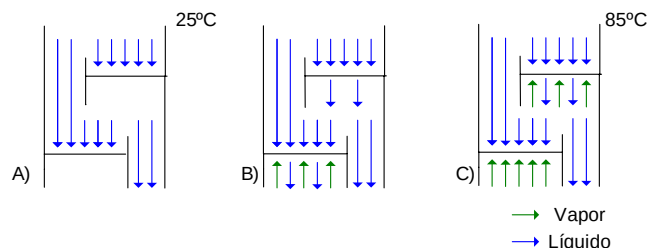


Figura 7. Comportamento dinâmico na seção de esgotamento.

4. Conclusões

A partir dos resultados obtidos, observou-se que para a unidade piloto operada, a condição mais favorável para a realização do *startup* é com uma vazão de alimentação correspondente a 35% de etanol e 65% de água. Com esta composição, algumas não-linearidades do processo são eliminadas, tornando sua operação mais estável. Além disso, a introdução da temperatura na alimentação, neste caso particular, parece interferir sensivelmente no processo. Por este motivo, optou-se por operar a unidade sem induzir o aquecimento na alimentação.

A definição do procedimento de *startup* definiu também indiretamente o ponto de operação de unidade experimental. A partir deste será possível estudar inúmeras técnicas de controle com os pontos de referência já estabelecidos.

5. Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro da Agência Nacional do Petróleo – ANP – e da Financiadora de Estudos e Projetos – FINEP – por meio do Programa de Recursos Humanos da ANP para o Setor Petróleo e Gás – PRH-34-ANP/MCT.

6. Referências

- DREW, J. W. Distillation Column Startup. *Drew Engineering, Inc.* 1983.
- FOUST, A. S., WENZEL, L. A., CLUMP, C. W., MAUS, L., ANDERSEN, L.B., Princípios das operações unitárias, Editora LTC, 2ª edição, Rio de Janeiro, p. 670, 1982.
- RUIZ, C. A., CAMERON, I. T., GANI, R. A generalizes dynamic model for distillation columns – III. Study of startup operations *Comput. Chem. Engng*, v. 12, n. 1, p. 1-14, 1988.
- SØRENSEN, E., SKOGESTAD, S. Comparison of regular and inverted batch distillation. *Chemical Engineering*, v. 51, n. 22, p. 4949-4962, 1996a.
- SØRENSEN, E., SKOGESTAD, S. Optimal startup procedures for batch distillation. *Computers Chem. Engng*, v. 20, suppl, p. S1275-S1262, 1996b.
- WANG, L., LI, P., WOZNY, G., WANG, S. A startup model for simulation of batch distillation starting from a cold state. *Computers & Chemical Engineering*, v. 27, p. 1485-1497, 2003.