

DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA PARA CARACTERIZAÇÃO DE DESTILAÇÃO

Vinicius Vinturini ¹; Armando Zanone ²

¹ Aluno de Iniciação Científica da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT);

² Professor da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT).

Resumo. *Este trabalho tem como objetivo a construção de um modelo para a predição da temperatura do prato a partir da leitura da temperatura da parede do lado externo de uma coluna de destilação com 5 pratos. O modelo foi baseado em água pura e mistura água-etanol, e estudar possível aplicação do modelo criado para o estudo da dessorção de CO₂ de monoetanolamina (MEA), um sistema de destilação reativa. Resultados apontaram que além de ser possível distinguir as diferentes temperaturas do equilíbrio pela parede, a temperatura predita a partir de uma reta possui um erro de 0,12% a 1,64% acima do valor médio da temperatura experimental para o ensaio no estado pseudo-estacionário com MEA carbonatada. A partir da eficiência de Muprhree conclui-se uma mistura pobre nos pratos 3 e 4 para a mistura água-etanol testada. O simulador Aspen Plus retornou curvas de temperatura e composição que respeitam o perfil observado nos experimentos, porém tanto as cargas térmicas do refeedor e condensador quanto vazões internas da coluna devem ser analisadas com mais cautela e por outro método, uma vez que dependem de hipóteses feitas pela tentativa de reprodução de uma batelada em um simulador contínuo.*

Introdução

A redução de emissão de gases do efeito estufa ganhou destaque mundial desde a ratificação do Protocolo de Quioto (1997). Mais recente, o COP21 (2015), em Paris, reforçou a luta contra aquecimento global e, desde então, a captura de dióxido de carbono (CO₂) alcançou o cenário popular. Absorção química de gases usando soluções aquosas de aminas com a recuperação do solvente é a opção mais promissora para captura de CO₂ nos dias de hoje, por ser a tecnologia mais madura para larga escala e mais eficiente em correntes gasosas diluídas (15%) (ROCHELLE, 2009; KHAN, HALDER e SAHA, 2015). Em muitas situações práticas, os custos operacionais e de capital da coluna de dessorção são superiores aos da absorção (TUNNAT, BEHR e GÖRNER, 2014). É necessário conhecer a velocidade e eficiência termodinâmica do processo de modo que não haja uma superestimativa do tamanho da coluna, que levaria a maiores cargas térmicas, custos e emissão de CO₂ (ZANONE, 2018).

Nos últimos 45 anos, com a evolução de métodos computacionais, a modelagem de processos químicos começou a ser amplamente difundida (STAUDT, 2018). Rohman et al. (2018) destacam que, apesar da modelagem de uma coluna de destilação ser complicada por ser fortemente não-linear, para um processo em batelada basta se ter um modelo adequado do processo. Dito isso, o monitoramento da coluna pode ser feito pelo registro das temperaturas ao longo dos pratos, já que está relacionada ao equilíbrio termodinâmico e, portanto, medida indireta da composição.

Estudos sobre a determinação da cinética de processo de absorção de CO₂ em escala laboratorial são amplamente realizados em colunas de parede molhada (LI et. al., 2013; DU et al., 2016). A MEA foi escolhida como solvente por ser o solvente tradicional e utilizada industrialmente há mais de meio século (ROCHELLE et al., 2011).

Nesse contexto, o presente trabalho visa criar um modelo para a predição da temperatura no interior do prato a partir da leitura da temperatura da parede do lado externo da coluna para cada estágio. Pretende-se também determinar a hidrodinâmica de uma coluna de pratos com 5

estágios e um borbulhador cada para uma mistura binária água-etanol. Comparar dados experimentais e realizar o balanço de energia do processo utilizando o simulador *Aspen Plus*.

Materiais e Métodos

A coluna a ser caracterizada possui 8 cm de diâmetro, vertedouro de 2 cm e espaçamento de 6 cm entre cada um dos 5 pratos, sendo esses equipados com um único borbulhador (*bubble cap*), ilustrado na Figura 1. Cada estágio contém um orifício frontal de 6 mm, onde um termopar tipo sonda foi mergulhado no nível de líquido. A Figura 2 mostra a coluna em operação com uma dupla camada de espuma de polietileno para isolamento térmico, operada em refluxo total, com manta térmica controlada por um regulador de tensão, como refulvedor e água como fluido de resfriamento no condensador. A operação foi feita em batelada, com a alimentação no refulvedor, por tempo suficiente até que o regime pseudo-permanente fosse atingido. Neste trabalho utilizou-se uma coluna de pratos, de modo a aproximar mais do processo industrial e por apresentar um melhor contato entre as fases, em relação as colunas recheadas (ZHANG, et al., 2014; ZANONE, 2018).

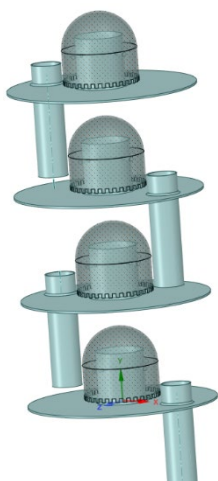


Figura 1 – Representação dos internos da coluna.



Figura 2 - Coluna de destilação estudada.

Sistema de aquisição de temperaturas

Um termopar DS18B20 tipo sonda foi mergulhado no nível de líquido para cada prato, no líquido e vapor do refulvedor e no vapor do condensador. Já a temperatura das paredes e do isolante do 4º estágio foram medidas com sensores analógicos tipo LM35 na direção do vertedouro, sendo posteriormente substituídos pelos termopares DS18B20 com superfície recoberta por pasta térmica à base de silicone aditivado. Segundo a fabricante Dallas, os sensores possuem exatidão de $\pm 0,5$ °C até 85 °C e tempo de resposta máximo de 750 ms. A leitura dos sensores foi feita por um Arduino Uno e registradas em um computador dedicado por um código em Python.

Simulação

Para a determinação da composição, construiu-se o diagrama de fase temperatura-composição a partir do software Aspen Plus V10 (Aspen Technology Inc., Bedford, EUA) utilizando o pacote termodinâmico NRTL-RK. O modelo foi validado a partir do banco de dados do National Institute of Standards and Technology (NIST), com pontos experimentais tomados à 92,7 kPa, pressão atmosférica no laboratório utilizando aplicativo (Barômetro e Altímetro e Termômetro, da EXA Tools). Com o intuito de reproduzir as condições de refluxo total e batelada, as especificações de razão de destilado tendia à zero (0,0001) e a razão de

refluxo a um valor alto (10), selecionados a partir da aproximação com resultados experimentais.

Caracterização

Escolheu-se uma reta como modelo de predição da temperatura no interior do prato a partir da leitura da temperatura da parede externa da coluna baseado no coeficiente de determinação (R^2). Para tal, empregou-se em planilha eletrônica a estratégia de validação cruzada, um método de reamostragem onde 70% dos dados de temperatura do prato foram selecionados aleatoriamente para calibração do modelo (treinamento) e os 30% restantes como dados de validação. Para verificação de R^2 para ambas as amostras foi criado um coeficiente de determinação global, RR^2 , descrito pela Equação (1), sendo criado um modelo para cada prato da coluna. Os parâmetros dos modelos foram definidos como auxílio da ferramenta *Solver*, sendo melhor o ajuste quanto mais próximo de 1.

$$RR^2 = 1 - \frac{[\sum(T_{\text{medido}} - T_{\text{predito}})^2]_{\text{treinamento}} + [\sum(T_{\text{medido}} - T_{\text{predito}})^2]_{\text{validação}}}{[\sum(T_{\text{medido}} - \bar{T}_{\text{medido}})^2]_{\text{treinamento}} + [\sum(T_{\text{medido}} - \bar{T}_{\text{medido}})^2]_{\text{validação}}} \quad (1)$$

Também se avaliou a predições das temperaturas a partir do Desvio Absoluto Relativo Médio (AARD), indicado na Equação (2) que indica o desvio médio dos valores em relação a temperatura média experimental, sendo n o número de amostragens. É uma medida do erro do modelo, sendo melhor quanto mais próximo de 0.

$$AARD (\%) = \frac{1}{n} \sum \frac{|T_{\text{medido}} - T_{\text{predito}}|}{\bar{T}_{\text{medido}}} \times 100 \quad (2)$$

Outro parâmetro utilizado para o melhor entendimento do funcionamento da coluna em questão é a eficiência de Murphree, que manifesta o quão perto do equilíbrio líquido-vapor cada estágio da coluna se encontra. Como o sensor está no nível de líquido, considerou-se que essa é a concentração no prato. Por esse motivo também, usou-se a eficiência para o vapor, uma vez que o líquido é medido. A Equação (3) aponta o cálculo da eficiência de Murphree para fase vapor (E_{MV}), razão entre a diferença da concentração do vapor saindo do prato n (y_n) e a concentração do vapor entrando no prato n (y_{n+1}) e a diferença entre a concentração do vapor em equilíbrio com o líquido do prato n (y_n^*) e a concentração do vapor entrando no prato n . Ressalta-se que pela hipótese de refluxo total, a composição do vapor que chega ao prato (y_{n+1}) é igual a composição do líquido no prato inferior (x_n)

$$E_{MV}(\%) = \frac{y_n - y_{n+1}}{y_n^* - y_{n+1}} \times 100 \quad (3)$$

Ensaio

Devido à complexidade de sistemas de captura de dióxido de carbono, a caracterização da coluna foi feita inicialmente com sistema mais simples: água e uma mistura de água-etanol. Assim, o primeiro ensaio realizado foi a obtenção das temperaturas da coluna com uma batelada de 2,5 L de água destilada, a fim da verificação da exatidão e precisão dos sensores, uma vez que com a pressão do laboratório (92,7 kPa) é possível estimar a temperatura de ebulição teórica da água e que deve ser constante durante todo o processo.

Em seguida, com uma mistura binária equivolúmica composta por 2,0 L de água destilada e etanol (95%, Dinâmica Química Contemporânea Ltda.) para aferição da sensibilidade dos sensores, avaliando a capacidade de distinção de pequenas diferenças de temperatura entre os pratos.

Por fim, os ensaios com solução aquosa de MEA 30% em massa, preparada a partir de MEA (98%, Garden Química Indústria e Comércio Ltda) e água destilada. A concentração real foi determinada pela titulação da amostra com ácido clorídrico 0,5 M utilizando alaranjado de metila e fenolftaleína como indicadores, com a finalidade de verificação da pureza da MEA. Os ensaios foram realizados com MEA não-carbonatada e carbonatada, sendo a carbonatação feita pelo borbulhamento da mistura utilizando como difusor uma rocha de aquário tipo *Air Stone*, de pedra mineral porosa e com bico plástico e tubo acoplados, dentro de um béquer coberto por plástico filme. O controle da reação foi feito a partir do tamanho das bolhas. Bolhas muito grandes indicavam a saturação do sistema, e pelo estofamento do plástico filme, indicando que a solução não absorvia mais o CO₂ gasoso borbulhado.

Resultados e Discussão

Ensaio com água destilada

Utilizou-se o Aspen Plus e pelo método IAPWS-95 foi determinada a temperatura de ebulição da água à 92,7 kPa como 97,53 °C. A Figura 3 aponta o perfil de temperatura de todos os pratos durante o ensaio, enquanto a Tabela 1 mostra a temperatura média dos pratos para o estado pseudo-estacionário, o erro frente à temperatura de ebulição esperada e o desvio padrão das amostras. O início da ebulição da água ocorreu em aproximadamente 1600 s de ensaio, sendo o estado pseudo-estacionário (estabilização da temperatura dos pratos) entre 2006 e 4101 s, como mostra a Figura 4.

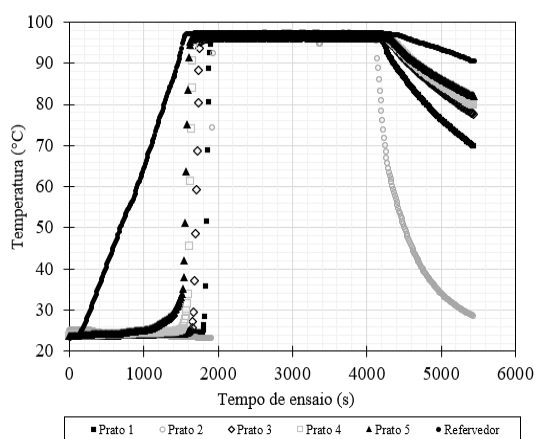


Figura 3 – Perfil de temperatura para os pratos e refervedor para o ensaio de água destilada.

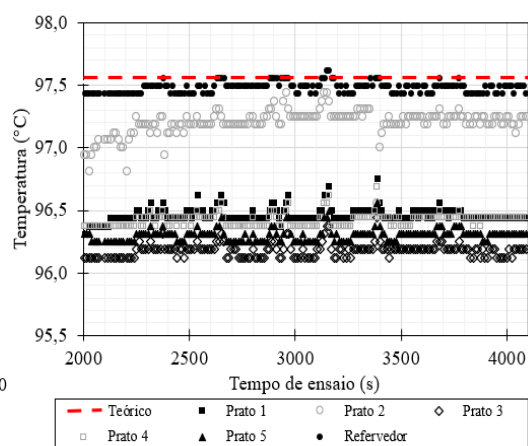


Figura 4 – Perfil de temperatura para o estado estacionário para o ensaio de água destilada.

Tabela 1 - Temperatura média dos pratos e do refervedor para estado estacionário do ensaio de água destilada.

Prato	T _{média} (°C)	Erro	Desvio Padrão (°C)
1	96,46	1,09%	0,057
2	97,17	0,36%	0,286
3	96,18	1,38%	0,054
4	96,42	1,14%	0,052
5	96,30	1,26%	0,050
Refervedor	97,48	0,04%	0,042

Pelo perfil é possível observar o registro da elevação da temperatura inicialmente nos estágios inferiores da coluna, pela proximidade com o refervedor e submetidos a fase vapor antes. Porém, o registro aponta que o prato 1 é aquecido antes do prato 2, indicando um atraso maior na leitura, além da existência de pontos flutuantes no estado estacionário, resultando em um desvio padrão cinco vezes maior comparado aos outros pratos, e uma queda brusca da temperatura no período de resfriamento do sistema, o que apontou uma possível avaria para o sensor inserido no segundo estágio. Vale salientar que as temperaturas médias dos pratos da

coluna sempre menores do que a temperatura de ebulição esperada. Uma possível explicação é a não-adiabaticidade da parte traseira dos sensores, que também não estava isolada como o restante da coluna, podendo haver influência da temperatura ambiente reduzindo a temperatura medida em uma média de 1,22%. Isso não ocorre para o refulvedor, uma vez que o sensor estava completamente submerso, apresentando um erro de apenas 0,04%, inferindo que os sensores possuem uma exatidão confiável devido ao baixo erro, e uma precisão também confiável, devido ao desvio padrão médio ser bem menor que a resolução de $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ do sensor, apresentado pelo fabricante.

Ensaio com mistura água e etanol

O sistema água-etanol foi escolhido por ter seu comportamento termodinâmico conhecido e pela mistura apresentar diferentes temperaturas em cada um dos estágios, possibilitando verificar se o sistema de aquisição de temperatura era capaz de distinguir as diferentes composições.

Previamente ao ensaio com água pura, foi realizado um ensaio com a mistura água-etanol antes dos sensores analógicos LM35 serem substituídos pelos termopares DS18B20, com uma única camada de isolante. Com esses sensores analógicos, os resultados analisados a partir do estado pseudo-estacionário revelaram grande ruído médio na leitura da temperatura da parede ($\pm 0,309 \text{ }^\circ\text{C}$) frente ao ruído obtido nos pratos ($\pm 0,040 \text{ }^\circ\text{C}$). A temperatura do prato foi de 15% a 35% mais quente do que a parede. Com isso, optou-se pela substituição dos sensores LM35, a adição de mais uma camada de espuma de polietileno e de uma fita reflexiva de alumínio. Com essas mudanças, o ruído da temperatura dos pratos ficou em $\pm 0,032 \text{ }^\circ\text{C}$ e das paredes em $\pm 0,036 \text{ }^\circ\text{C}$. A temperatura dos pratos foi em média de 2% a 10,9% mais quente que a parede, uma diferença expressiva em relação aos sensores LM35 devido à redução de perdas de calor por radiação e convecção. A temperatura média das paredes aumentou de 58,2 – 65,5 $^\circ\text{C}$, para o primeiro ensaio, para 69,4 – 73,0 $^\circ\text{C}$, para o segundo ensaio. As Figuras 5 e 6 apontam os perfis de temperatura para os pratos e parede, respectivamente, já com os sensores DS18B20.

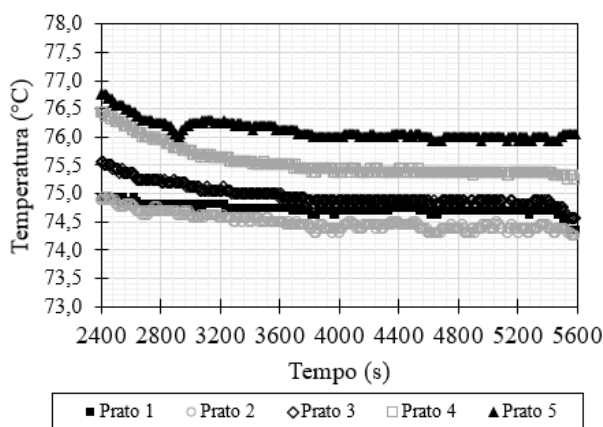


Figura 5 - Perfil de temperatura nos pratos para o estado estacionário para a mistura água e etanol

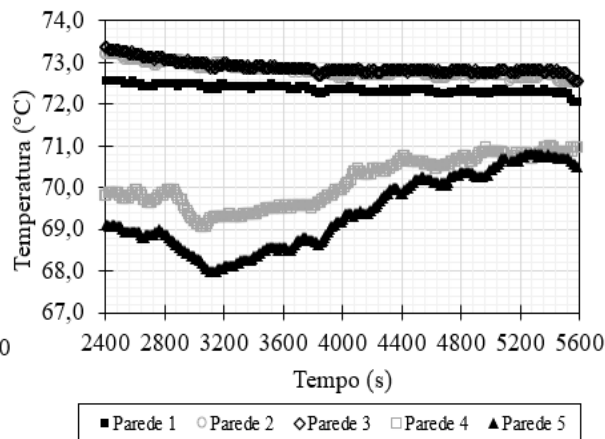


Figura 6 - Perfil de temperatura nas paredes para o estado estacionário para a mistura água e etanol

Pelos perfis é possível notar um gradiente de temperatura na coluna: os estágios inferiores possuem temperatura maior, sendo isso motivado pelo fato de o etanol ser mais volátil e, portanto, os pratos inferiores sarem mais ricos em água, que apresenta ponto de ebulição maior. Os pratos 1, 2 e 3 apresentaram temperatura média semelhante devido à proximidade do ponto de azeótropo, como será discutido posteriormente. Por fim, o termopar presente no prato 2, mesmo sendo substituído em relação aos ensaios com água pura, apresentou temperatura média menor do que a esperada, indicando a necessidade de calibração do sensor.

A Tabela 2 apresenta os modelos de predição da temperatura do prato a partir da parede, obtidos em planilha eletrônica com auxílio da ferramenta *Solver*. Os modelos testados seguem

o ajuste por uma reta, no formato $T_{prato} = A \cdot T_{parede} + B$. Os dados para criação do modelo partem dos dados experimentais tanto do ensaio da mistura água-etanol, quanto para água pura, a fim de criar um modelo generalista não dependente do composto destilado.

Tabela 2 – Modelos para previsão da temperatura por estágio

Estágio	Modelo mais bem ajustado	RR ²	AARD
1	$T_{prato} = 1,04300 \cdot T_{parede} + 0$	0,919	0,77%
2	$T_{prato} = 1,03400 \cdot T_{parede} + 0$	0,850	0,73%
3	$T_{prato} = 1,03058 \cdot T_{parede} + 0$	0,890	0,16%
4	$T_{prato} = 1,08156 \cdot T_{parede} + 0$	0,918	0,68%
5	$T_{prato} = 1,06837 \cdot T_{parede} + 0$	0,877	1,39%

Em geral, os modelos estimam a temperatura com uma precisão de $\pm 0,77$ °C para o ensaio da mistura e $\pm 0,59$ °C para o ensaio com água pura. Como é possível perceber, apesar de não ser o pior ajuste pelo RR², o estágio 5 possui um AARD máximo de 1,386%, podendo estar associado a proximidade do refeedor e uma maior interferência pelo aquecimento da manta, com um desvio padrão de 0,76, contra um desvio padrão médio de 0,18 para os demais estágios. As Figuras 7 e 8 são uma representação gráfica dos modelos de reta, para o ensaio da mistura e da água pura, respectivamente, de temperatura do prato predito em função da temperatura do prato experimental. Caso fosse um ajuste perfeito por reta, todos os dados cairiam em cima da reta auxiliar.

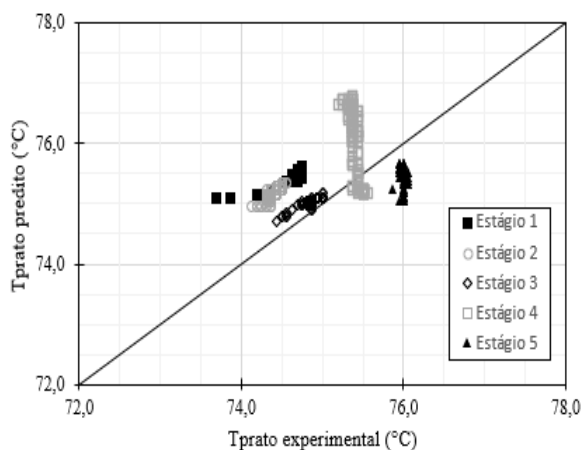


Figura 7 - Representação da regressão por reta para o ensaio com mistura de água e etanol

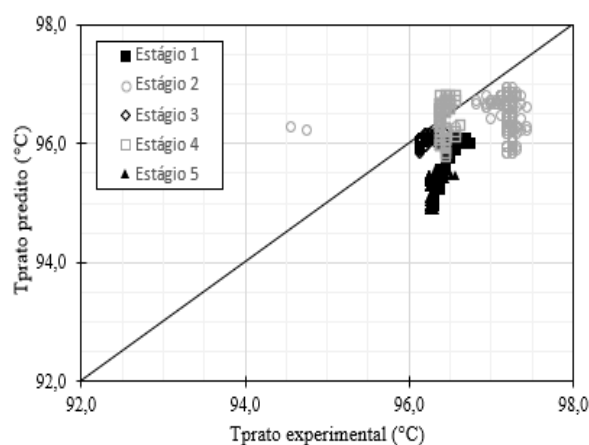


Figura 8 – Representação da regressão por reta para o ensaio de água pura

Sendo a temperatura uma medida indireta da composição, pelo Aspen Plus foi possível traçar o diagrama Txy a 92,7 kPa, com x representando a fração molar de etanol na fase líquida, e y a fração molar de etanol na fase vapor, como mostra a Figura 9. Assim, a partir da temperatura média dos estágios, refeedor e condensador foi possível estimar a composição para cada prato, apontada pela Tabela 3.

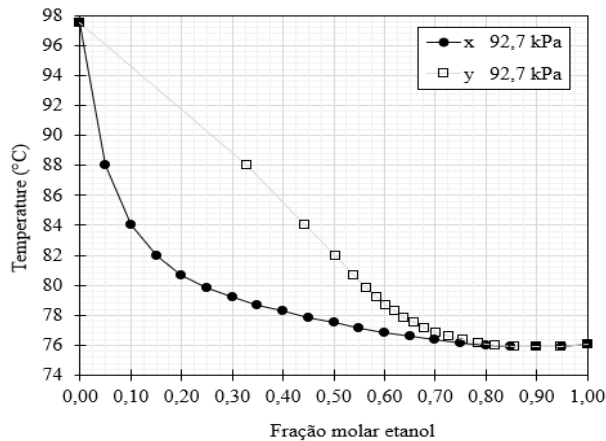


Figura 9 – Diagrama temperatura-composição para a mistura água e etanol previsto pelo modelo NRTL-RK

Tabela 3 – Dados de equilíbrio para mistura água e etanol na coluna ensaiada

	$T_{\text{média}}$ (°C)	x_{etanol} (mol/mol)	y_{etanol} (mol/mol)
Condensador	75,62	0,895	0,895
Estágio 1	75,18	0,895	0,895
Estágio 2	75,59	0,895	0,895
Estágio 3	76,36	0,705	0,757
Estágio 4	77,22	0,540	0,674
Estágio 5	77,66	0,475	0,648
Refrervedor	84,85	0,085	0,418

A confirmação da formação de azeótropo pode ser notada a partir do estágio 2, uma vez que a composição das fases líquido e vapor são iguais. Assim, para cálculo da eficiência de Murphree usou-se um diagrama xy . Nele, foram marcadas a composição de cada estágio a partir da hipótese de refluxo total, como mostra a Figura 10. A Tabela 4 mostra o resultado do cálculo da eficiência de Murphree para cada estágio, sendo a concentração do vapor em equilíbrio com o líquido do prato n obtida pelos dados de interpolação do equilíbrio.

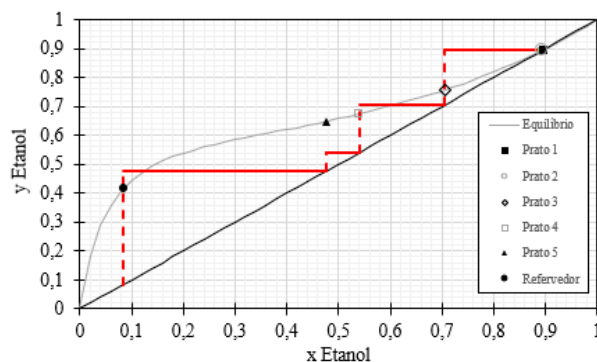


Figura 10 – Diagrama de equilíbrio líquido-vapor para água e etanol, traçado para cálculo da Eficiência de Murphree

Tabela 4 – Cálculo da eficiência de Murphree para cada estágio

	x	y^*	y_n	y_{n+1}	EMV
Refrervedor	0,085	0,425	0,475	-	-
5	0,475	0,646	0,540	0,475	37,9%
4	0,540	0,674	0,705	0,540	122,9%
3	0,705	0,759	0,895	0,705	345,9%
2	0,895	0,895	0,895	0,895	100%
1	0,895	0,895	0,895	0,895	100%
Condensador	0,895	0,895	-	0,895	-

Nota-se uma eficiência acima de 100% para os pratos 3 e 4, sendo um indicativo que o líquido ou o vapor que saem do prato tem uma composição ligeiramente diferente do líquido ou vapor que chega até o próximo estágio. Logo, pela definição de Murphree, isso resulta em uma eficiência superior a 100% (BELINCANTA et al., 2006). Além disso, nos estágios 1 e 2 é

possível observar uma eficiência de 100% em virtude da formação de azeótropo, já que apresentam a mesma composição do equilíbrio.

Ensaio com MEA

Inicialmente, preparou-se uma amostra aquosa de MEA, que pela titulação possuía 30,6% em massa de MEA. O ensaio durou um total de 11000 s, com a observação visual da ebulição em 104 °C após 2000 s de ensaio. A titulação do líquido dos pratos após o término do ensaio revelou uma composição de 3% de MEA para o prato 5, 1% para o prato 4 e inconclusiva para os pratos 1 a 3, uma vez que com papel indicador de pH apontou um valor entre 10 e 11, indicando presença de MEA, porém, com apenas uma gota de ácido, os dois indicadores viraram.

Após a carbonatação da MEA, a temperatura de ebulição observada caiu para 87 °C, um forte indício da absorção de CO₂. Além disso, o pH dos pratos de 1 até o 5 foram, respectivamente, 6, 7, 9, 10, 10-11, observados a partir de papel indicador de pH, apontando possivelmente arraste de MEA, uma vez que era esperado um pH de neutro à ácido por conta da formação de ácido carbônico com água. Na Figura 10, que apresenta o perfil de temperatura para os pratos no ensaio com MEA, é possível observar a diferenciação das temperaturas entre os pratos.

Por fim, a Tabela 5 mostra o ajuste dos modelos criados a partir dos ensaios da mistura de água e etanol e de água pura aplicado no ensaio de MEA carbonatada, analisados pelo desvio absoluto relativo médio para o estado estacionário, de 5000 a 8000 segundos.

Tabela 5 – Acurácia dos modelos aplicados para a predição da temperatura dos pratos para MEA carbonatada

Estágio	Modelo	AARD
1	$T_{prato} = 1,04300 \cdot T_{parede} + 0$	0,24%
2	$T_{prato} = 1,03400 \cdot T_{parede} + 0$	1,64%
3	$T_{prato} = 1,03058 \cdot T_{parede} + 0$	0,64%
4	$T_{prato} = 1,08156 \cdot T_{parede} + 0$	0,12%
5	$T_{prato} = 1,06837 \cdot T_{parede} + 0$	1,04%

As Figuras 11 e 12 mostram o perfil da temperatura experimental do prato e a predição feita pelos modelos, respectivamente, para o estado estacionário. Nas imagens é possível observar que o modelo é capaz de distinguir as temperaturas pela parede, i.e., o gradiente de temperatura da coluna é respeitado, exceto para o prato 2, que, como apontado na seção “Ensaio com mistura água e etanol”, necessita de calibração.

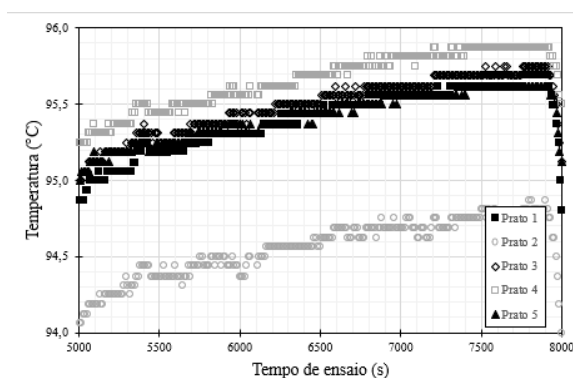


Figura 11 - Perfil de temperatura experimental nos pratos para o ensaio de MEA carbonatada

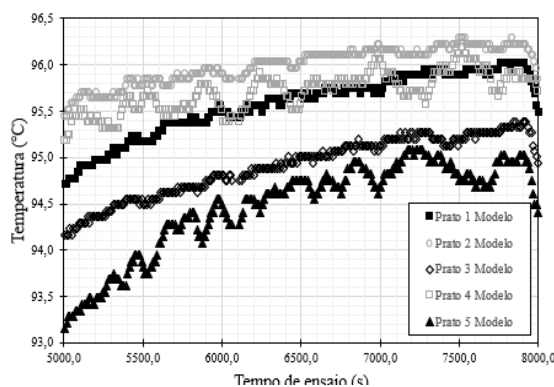


Figura 12 - Perfil de temperatura predita nos pratos para o ensaio de MEA carbonatada

Simulações

As dimensões internas medidas da coluna não foram especificadas ao simulador por restrições geométricas do próprio Aspen Plus, resultando em uma simulação com especificações de internos não exata. A Tabela 6 aponta os valores das dimensões reais da coluna e o valor mais próximo que pode ser inserido no *Aspen Plus*.

Tabela 6 – Dimensões de internos inseridas para a simulação

	Diâmetro do borbulhador (cm)	Altura borbulhador (cm)	Espaçamento entre pratos (cm)
Medido	3	5	6
Simulado	7,62	1,27	12,7

Com isso, para a simulação foram especificados a composição equivolúmica da mistura água-etanol, $2,5 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$ alimentados no sétimo estágio de uma coluna de 7 estágios a $83,42 \text{ }^\circ\text{C}$ em fase líquida, (temperatura de ebulição registrada no ensaio). Para reprodução de uma batelada, o parâmetro de razão entre destilado e alimentação foi programado para 0,0001, para um baixo valor de destilado retirado, e razão de refluxo de 10, a fim de simular refluxo total. A Tabela 7 aponta os resultados.

Tabela 7 - Resultados de temperatura, calor e vazões internas para simulação da batelada da mistura água e etanol

	Temperatura ($^\circ\text{C}$)					Calor ($\text{J}\cdot\text{s}^{-1}$)		Vazões internas médias ($\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$)	
	Estágio 1	Estágio 2	Estágio 3	Estágio 4	Estágio 5	Refrervador	Condensador	Líquido	Vapor
	75,85	75,93	76,08	76,36	77,09	7,52	1,12	0,00337	0,00390
Experimental	74,72	74,49	74,97	75,55	76,12				

Apesar das temperaturas experimentais estarem de 1 a 2% menores, o perfil de temperatura foi mantido. Se for levado em consideração que os sensores medem uma temperatura média menor do que o valor real, como pôde-se observar no ensaio com água pura, os valores estão coerentes. Como a vazão inserida simula uma hora de batelada, a aproximação melhor das cargas térmicas é com uma hora de processo contínuo. Para as vazões de líquido e vapor internas, apesar de não se ter um parâmetro comparativo, eram esperados valores baixos devido ao tamanho e capacidade da coluna.

Conclusões

A criação e aplicação de um modelo para cada um dos 5 estágios para a predição da temperatura no interior do prato a partir da leitura da temperatura da parede do lado externo de uma coluna de destilação se mostrou possível pela regressão por uma reta. Foi de suma importância a criação do modelo a partir de dados tanto de água pura, quanto da mistura água-etanol, a fim de gerar um modelo generalista. A aplicação do modelo para uma solução aquosa de MEA 30,6% mássico mostrou ser possível distinguir as temperaturas da parede, com um erro de 0,12% a 1,64% em cima do valor médio da experimental para o estado pseudo-estacionário. Contudo, as cargas térmicas da coluna afetam a variabilidade da leitura das temperaturas na parede.

Pela eficiência de Murphree ser superior a 100%, para os pratos 3 e 4, a mistura em cada uma das fases é pobre, acarretando um impacto para o equilíbrio de fases. Além disso, é possível notar a formação de azeótropo para os pratos 1 e 2.

No ensaio com MEA, conclui-se que ocorreu arraste desse solvente pela fase vapor, uma vez que era esperado um pH mais ácido para os estágios de topo pela formação de ácido carbônico com a água, e foi notado um pH de 10 a 11 nos pratos inferiores, enquanto a temperatura não foi superior a ebulição da água.

Inserir um valor baixo de razão de destilado frente a alimentação e um valor alto de razão de refluxo para forçar uma batelada com refluxo total no simulador *Aspen Plus*, que simula

apenas operações contínuas, resultou em, apesar das temperaturas serem de 1 a 2% mais quentes para os estágios, um perfil de temperatura foi coerente com o experimental. Os balanços de energia e vazões internas de líquido e vapor dependem das razões estimadas, mas são coerentes aos valores esperados. Ademais, nem todas as dimensões dos internos da coluna puderam ser especificadas por conta de restrições geométricas impostas pelo simulador.

Por fim, conclui-se que o sistema de aquisição de temperaturas proposto é capaz de distinguir e captar os gradientes pela temperatura da parede. Recomenda-se a troca do termopar encapsulado para o segundo prato, uma vez que apresentou grande variação do valor esperado para todos os ensaios. Uma aproximação melhor dos valores de vazões internas e cargas térmica da coluna pode ser dada pela solução dos balanços para coluna de destilação em batelada, podendo ser solucionada a partir de planilha eletrônica e integração numérica.

Referências Bibliográficas

BELINCANTA, J.; KAKUTA RAVAGNANI, T. M.; PEREIRA, J. A. F. Hydrodynamic and tray efficiency behavior in parastillation column. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, v. 23, n. 1, p. 135-146, 2006.

DU, Y.; YUAN, Y.; ROCHELLE, G.T., 2016. Capacity and absorption rate of tertiary and hindered amines blended with piperazine for CO₂ capture. *Chemical Engineering Science* n. 155, p. 397-404

LI, L.; LI, H.; NAMJOSHI, O.; DU, Y.; ROCHELLE, G.T., 2013. Absorption rates and CO₂ solubility in new piperazine blends. *Energy Procedia* 37, 370-385.

KHAN, A. A.; HALDER, G. N.; SAHA, A. K. Carbon dioxide capture characteristics from flue gas using aqueous 2-amino-2-methyl-1-propanol (AMP) and monoethanolamine (MEA) solutions in packed bed absorption and regeneration columns. *International Journal of Greenhouse Gas Control*, v. 32, p. 15-23, 2015.

ROCHELLE, G. T. Amine scrubbing for CO₂ capture. *Science*, v. 325, p. 1652-1654, 2009.

ROCHELLE, G. T. et al. Aqueous piperazine as the new standard for CO₂ capture technology. *Chemical Engineering Journal*, v. 171, n. 3, p. 725-733, 2011.

ROHMAN, A. S.; RUSMIN PH.; MAULIDDA R, HIDAYAT E.M.I.; MACHBUB C.; MAHAYANA D. Modelling of the Mini Batch Distillation Column. *International Journal on Electrical Engineering & Informatics*, [s. l.], v. 10, n. 2, p. 350–368, 2018.

STAUDT, P.B. Modelagem e simulação dinâmica de colunas de destilação. Dissertação (Mestrado). Escola de Engenharia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2007.

TUNNAT, A.; BEHR, P.; GÖRNER, K. Desorption Kinetics of CO₂ from water and aqueous Amine Solutions. *Energy Procedia*, n. 51, p. 197-206, 2014.

ZANONE, A. Estudo do processo de dessorção de CO₂ da mistura 2-amino-2-metil-1-propanol e piperazina carbonatada. Dissertação (Mestrado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, p. 134. 2018.

ZHANG, X. et al. Experimental studies of regeneration heat duty for CO₂ desorption from diethylenetriamine (DETA) solution in a stripper column packed with Dixon ring random packing. *Fuel*, v. 136, p. 261–267, 2014.