

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



DESTILAÇÃO INSTANTÂNEA EM REGIME TRANSIENTE – DORNA VOLANTE
MODIFICADA

CANDARA KEOCHEGUERIAN

São Carlos – SP
2016

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



DESTILAÇÃO INSTANTÂNEA EM REGIME TRANSIENTE – DORNA VOLANTE
MODIFICADA

CANDARA KEOCHEGUERIAN

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de São Carlos como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de mestre em Engenharia Química, na área de concentração em pesquisa e desenvolvimento de processos químicos.

Orientador: Prof. Dr. Alberto Colli Badino Junior
Coorientador: Prof. Dr. Luiz Fernando de Moura

São Carlos - SP

2016

Keochequerian, Candara

Destilação Flash em regime transiente: Dorna Volante
Modificada / Candara Keochequerian -- 2016.
104f.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de São
Carlos, campus São Carlos, São Carlos
Orientador (a): Alberto Colli Badino Junior
Banca Examinadora: Luiz Fernando de Moura, Maria,
Regina Wolf Maciel, André Bernardo
Bibliografia

1. Engenharia Química. 2. Destilação. 3. Etanol. I.
Keochequerian, Candara. II. Título.

Ficha catalográfica desenvolvida pela Secretaria Geral de Informática
(SIn)

DADOS FORNECIDOS PELO AUTOR

Bibliotecário responsável: Ronildo Santos Prado - CRB/8 7325

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

Folha de aprovação

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE CANDARA KEOCHEGUERIAN APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS, EM 29 DE MARÇO DE 2016.

BANCA EXAMINADORA:



Alberto Colli Badino Junior
Orientador, UFSCar



Luiz Fernando de Moura
Coorientador, UFSCar



Maria Regina Wolf Maciel
UNICAMP



André Bernardo
UFSCar

*"Diante de uma dificuldade, substitua o não consigo pelo vou tentar outra vez."
Autor Desconhecido*

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, por ter me mantido de pé frente a tantas dificuldades e por nunca me deixar perder a fé.

Ao Prof. Dr. Marco Giulietti que infelizmente não está mais entre nós, pela paciência e auxílio durante a realização deste trabalho, que Deus o tenha.

Ao Prof. Dr. Alberto Badino Colli Junior por todo auxílio e disponibilidade e, acima de tudo, por assumir minha orientação.

Ao Prof. Dr. Luiz Fernando de Moura por tudo, sem palavras para agradecer alguém que fez tanto por mim, obrigada pela orientação, pelas broncas e pela paciência.

Ao Prof. Dr. André Bernardo, pelo suporte, pelas dicas, pelas aulas e pela paciência.

Aos meus pais Mario Keocheguerian Filho e Silvia Mendes Keocheguerian pelo amor incondicional, pela mais sincera torcida desse mundo, por serem meu tudo.

Ao meu irmão Mario Keocheguerian Junior, minha cunhada Andreia Natália de Sousa de Azevedo e meus anjos Mario Mendes de Azevedo Keocheguerian e Mairam Mendes de Azevedo Keocheguerian por todo amor, pelo apoio e carinho sempre.

Ao Oscar e Adilson por toda ajuda com o equipamento, pela disponibilidade e boa vontade em ajudar sempre.

Aos meus amigos do Jiu Jitsu, em especial meu mestre Alexandre Tattinho pelas broncas, pelo incentivo, pelas conversas e por ser um paizão.

À minha amiga Marília Gabriela Branquinho Baldoíno por ser a minha melhor amiga, desde o início de tudo, obrigada pelo suporte, pelas broncas e pelas risadas.

Ao colega de trabalho Dirk Van Eiken, pois estávamos sempre nos ajudando em nossos trabalhos e trabalhando sempre com muito companheirismo e amizade.

Aos amigos da Associação Atlética Acadêmica UFSCar, onde vivi os melhores momentos da minha vida.

À FAPESP pelo apoio financeiro (Proc. 2012/50046-4).

RESUMO

Na intensa busca por melhores condições ambientais é necessário não só investir em combustíveis renováveis, mas também buscar melhorias nos processos de produção destes combustíveis. Tendo isso em vista, neste trabalho, realizou-se o estudo do processo de produção de etanol através de um “*Flash*” cujo dimensionamento foi proposto por Souders-Brown (1934) em regime transiente. Os ensaios propostos foram elaborados alterando a concentração inicial de etanol na mistura, a quantidade de orifícios da placa de orifícios e a massa inicial. Os testes foram realizados com carga inicial de 40Kg e 80Kg, com frações mássicas iniciais de 10%, 7% e 4% e 8 ou 4 orifícios na placa a fim de verificar qual cenário apresentaria redução no volume de vinhaça e, também, uma possível economia no consumo de vapor. Todos os ensaios foram realizados em triplicata e as amostras retiradas para determinação da concentração mássica de etanol, a qual foi realizada através de um refratômetro e da cromatografia. Os resultados mais promissores foram obtidos utilizando-se uma massa inicial de 40Kg, 10% de fração mássica e 8 orifícios, onde foi possível observar uma redução de 82% no volume de vinhaça e uma concentração de sólidos em torno de 22%. Apesar disso, sabe-se que a concentração inicial de etanol no vinho em processos de produção de etanol é em torno de 7% e, para esse caso, foi possível observar uma concentração final de sólidos de apenas 14%. A recuperação de etanol para ambos os ensaios citados foi de 99,9%. A quantidade de água de reuso é de suma importância, tendo em vista que a água é um bem valioso e indispensável à vida. Com isso, conseguimos diminuir custo de transporte, que também sofre redução graças à quantidade de sólidos presente, diminuindo o volume de líquido aplicado ao solo. Para os ensaios com 80Kg de massa inicial, foi possível obter, com base nos resultados obtidos, que o dimensionamento proposto por Souders-Brown para tambores “*flash*” não é adequada para este caso, pois superdimensiona o espaço vapor. O superdimensionamento do espaço vapor pode ser comprovado através da análise da fração mássica de etanol no afluente 24h após encerrar o experimento. Por exemplo: no Experimento E40.10.08 a fração mássica de etanol foi de 2,5% na última coleta e 24h após o experimento, a fração foi de 2,71%, comprovando o superdimensionamento.

ABSTRACT

In the intense search for better environmental conditions, it is necessary not only to invest in renewable fuels but also to seek improvements in the production processes of these fuels. With this in mind, in this work the study of the ethanol production process was carried out using a "Flash" whose dimensioning was proposed by Souders-Brown (1934) in a transient regime. The proposed tests were made by changing the initial concentration of ethanol in the mixture, the number of holes in the orifice plate and the initial mass. The tests were carried out with an initial load of 40 kg and 80 kg, with initial mass fractions of 10%, 7% and 4% and 8 or 4 holes in the plate in order to verify which scenario would present a reduction in the volume of vinasse and also a possible savings in steam consumption. All tests were performed in triplicate and the samples taken to determine the mass concentration of ethanol were performed using a refractometer and chromatography. The most promising results were obtained using an initial mass of 40 kg, 10% of mass fraction and 8 holes, where it was possible to observe a reduction in the volume of vinasse of 82% and a concentration of solids of around 22%. Despite this, the initial concentration of ethanol in wine in ethanol production processes is around 7% and, for this case, it was possible to observe a final solids concentration of only 14%. The ethanol recovery for both tests mentioned was 99.9%. The amount of reused water is of paramount importance, given that water is a valuable and indispensable asset to life. As a result, we were able to reduce transport costs, which are also reduced thanks to the amount of solids present, decreasing the volume of liquid applied to the soil. For the tests with 80Kg of initial mass, it was possible to obtain based on the results obtained that the design proposed by Souders-Brown for "flash" drums is not suitable for this case, as it oversizes the steam space. The oversizing of the vapor space can be proven by analyzing the mass fraction of ethanol in the tributary after ending the experiment where a collection was performed 24 hours after the experiment indicated in Experiment E40.10.08, for example, the mass fraction of ethanol in the last collection was 2.5% and 24 hours after the experiment, the fraction was 2.71%, proving the oversizing.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Funcionamento de uma destilaria em uma planta de produção de etanol	13
Figura 2 - Exemplo de implementação do sistema adaptado à destilaria, removendo a coluna A do processo	14
Figura 3 - Funcionamento de um <i>flash</i> convencional	25
Figura 4 - Funcionamento de uma destilaria em uma planta de produção de etanol	28
Figura 5 - Dimensionamento de um <i>flash</i> vertical por Souders-Brown	29
Figura 6 - Dimensionamento do tambor <i>flash</i>	32
Figura 7 - Esquema do tambor <i>flash</i> reverso	33
Figura 8 - Metodologia de leitura de índice de refração (nD)	39
Figura 9 - Definição de Afluente e Destilado	40
Figura 10 - Diagrama de equilíbrio Txy	44
Figura 11 - Comportamento da composição de etanol (% m/m) na alimentação	44
Figura 12 - Influência da pressão de entrada na fase vapor e composição do destilado	45
Figura 13 - Esquema de funcionamento de um tambor <i>flash</i> em regime transiente	53
Figura 14 - Proposta de modificação (sistema alternativo dorna-volante) alimentando direto a coluna B	72
Figura 15 - Proposta de modificação (sistema alternativo dorna-volante) passando por um condensador e alimentando a coluna B	72
Figura 16 - Proposta de modificação (sistema alternativo dorna-volante) passando por um condensador e sendo armazenado em um reservatório e depois alimentando a coluna B	73
Figura 17 - Procedimento operacional sugerido	73

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 -	Influência da temperatura no índice de refração	37
Gráfico 2 -	Porcentagem de etanol % (m/m) em função do índice de refração (nD) para a temperatura de 27,5°C (Afluente)	41
Gráfico 3 -	Porcentagem de etanol % (m/m) em função do índice de refração (nD) para a temperatura de 27,5°C (destilado)	42
Gráfico 4 -	Curva da bomba utilizada	47
Gráfico 5 -	Fração de etanol no afluente para os Experimentos E40.07.08 e E80.07.08 em função do tempo de operação	56
Gráfico 6 -	Fração de etanol no destilado para os Experimentos E40.07.08 e E80.07.08 em função do tempo de operação	57
Gráfico 7 -	Variação da fração de etanol no afluente para diferentes frações iniciais nominais em função do tempo de operação	58
Gráfico 8 -	Fração de etanol no destilado para os Experimentos E40.10.08, E40.7.08 e E40.04.08 em função do tempo de operação	59
Gráfico 9 -	Variação da % m/m de etanol no afluente para carga inicial de 80 kg, com 7% m/m de etanol com 4 e 8 orifícios em função do tempo de operação	61
Gráfico 10 -	Fração de etanol no destilado para os Experimentos E80.7.08, E80.7.04 e E40.4.08 em função do tempo de operação	62
Gráfico 11 -	Variação de temperatura de entrada no <i>flash</i> (°C) em função do tempo de operação (min)	54
Gráfico 12 -	Variação da fração mássica de etanol na entrada do <i>flash</i> em função da temperatura de bolha	54
Gráfico 13 -	Variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E40.10.08 em função do tempo	65
Gráfico 14 -	Variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E40.07.08 em função do tempo	66
Gráfico 15 -	Variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E40.04.08 em função do tempo	67
Gráfico 16 -	Variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E80.07.08 em função do tempo	67
Gráfico 17 -	Variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E80.07.04 em função do tempo	68
Gráfico 18 -	Variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E40.10.08 em função do tempo	69
Gráfico 19 -	Variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E40.07.08 em função do tempo	69

Gráfico 20 - Variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E40.04.08 em função do tempo	70
Gráfico 21 - Variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E80.07.08 em função do tempo	70
Gráfico 22 - Variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E80.07.04 em função do tempo	71

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 -	Especificações do termômetro com fio utilizado	35
Quadro 2 -	Especificações do termômetro 1 sem fio utilizado	36
Quadro 3 -	Especificações do termômetro 2 sem fio utilizado	36
Quadro 4 -	Especificações da bomba utilizada.....	36
Quadro 5 -	Especificações da balança utilizada	36
Quadro 6 -	Especificações do refratômetro digital utilizado para leitura das amostras	38
Quadro 7 -	Especificações da balança analítica utilizada.....	38

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Composição da vinhaça em função da origem	21
Tabela 2 -	Ensaio realizados	35
Tabela 3 -	Valores experimentais de índice de refração (nD) para obtenção da curva de calibração em função do teor alcoólico do afluente a 27,5°C	41
Tabela 4 -	Valores experimentais de índice de refração (nD) para obtenção da curva de calibração em função do teor alcoólico do destilado a 27,5°C.....	42
Tabela 5 -	Fração molar de etanol nas fases líquida e vapor, temperatura no <i>flash</i> e β em função da pressão de entrada	46
Tabela 6 -	Influência do número de orifícios na vazão de entrada	47
Tabela 7 -	Nomenclatura dos Experimentos segundo as condições de operação	55
Tabela 8 -	Comparativo entre a literatura e os Experimentos E40.07.08 e E80.07.08 em relação à vinhaça gerada, recuperação de etanol e consumo energético	57
Tabela 9 -	Comparativo entre a literatura e os Experimentos E40.10.08, E40.07.08 e E40.04.08 em relação à vinhaça gerada, recuperação de etanol e consumo energético.	60
Tabela 10 -	Comparativo entre a literatura e os Experimentos E40.10.08, E40.07.08 e E40.04.08 em relação à vinhaça gerada, recuperação de etanol e consumo energético	62

Sumário

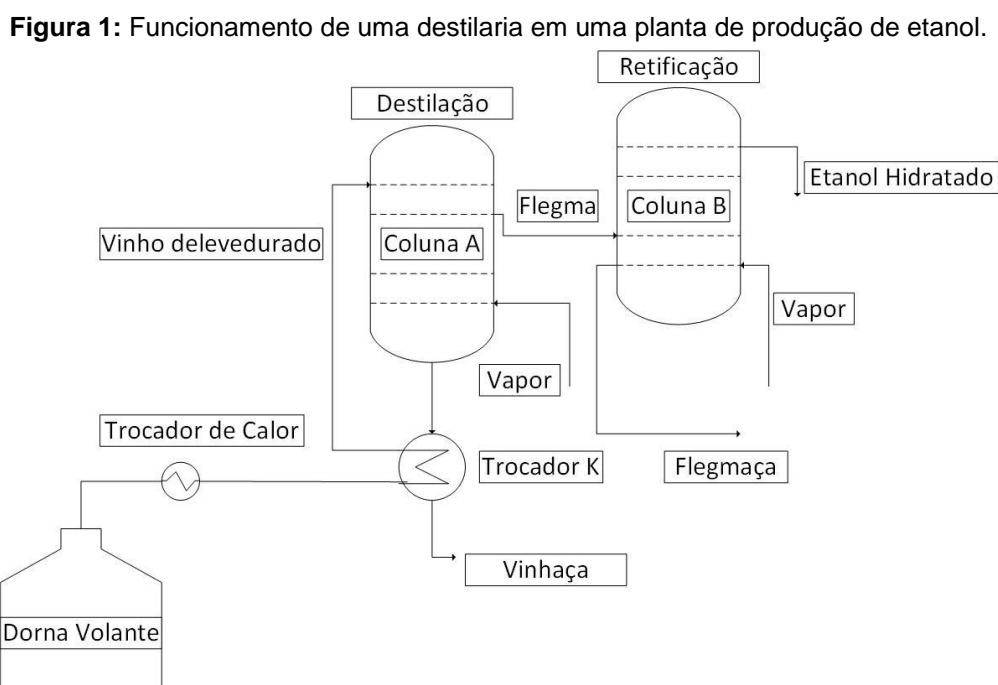
1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	12
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1 FUNDAMENTOS UTILIZADOS.....	15
2.1.1 Equilíbrio Líquido Vapor	15
2.1.2 Produção De Etanol	16
2.1.3 Produção De Etanol A Partir Da Cana-De-Açúcar	17
2.2 VINHAÇA	19
2.2.1 Estado Da Arte: Patentes Sobre A Concentração De Vinhaça	21
2.3 DESTILAÇÃO INSTANTÂNEA (<i>FLASH</i>).....	24
2.3.1 Utilização Da Destilação Instantânea Na Indústria	25
3. MATERIAIS E MÉTODOS	28
3.1 DIMENSIONAMENTO DE UM TAMBOR <i>FLASH</i> CONVENCIONAL	28
3.2 TAMBOR <i>FLASH</i> MODIFICADO.....	31
3.3 PROCEDIMENTO OPERACIONAL	32
3.4 ENSAIOS REALIZADOS.....	33
3.4.1 Reagentes Utilizados Nos Experimentos	34
3.4.2 Equipamentos Utilizados E Especificações	34
3.4.3 Leitura Das Amostras Coletadas	35
3.4.3.1 Refratometria.....	36
3.4.3.1.1 Índice De Refração.....	36
3.4.3.1.2 Influência Da Temperatura No Índice De Refração	36
3.4.3.2 Cromatografia Gasosa	38
3.4.3.3 Leitura Das Amostras	39
3.5 VARIÁVEIS ANALISADAS	42
3.5.1 Efeito Da Carga Inicial	42
3.5.2 Efeito Da Porcentagem Mássica De Etanol Na Solução Inicial	42
3.5.3 Efeito Da Pressão De Entrada	44
3.6 CRITÉRIOS DE COMPARAÇÃO COM O PROCESSO INDUSTRIAL.	47
3.6.1 Recuperação De Etanol	47
3.6.2 Estimativa De Vapor Equivalente	47

3.6.3 Estimativa De Vinhaça Equivalente	48
3.7 MODELAGEM DO PROCESSO	48
3.8 NATUREZA TRANSIENTE DA DESTILAÇÃO.....	52
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	54
4.1 ANÁLISE COMPARATIVA	54
4.1.1 Efeito Da Carga Inicial De Etanol	54
4.1.2 Efeito Da Fração Mássica Inicial De Etanol.....	57
4.1.3 Influência Da Pressão De Entrada No <i>Flash</i>	59
4.2 COMPORTAMENTOS DA TEMPERATURA E DA PRESSÃO EM FUNÇÃO DO TEMPO DE OPERAÇÃO	62
4.3 SIMULAÇÃO X EXPERIMENTAL	64
4.4 PROPOSTA DE IMPLEMENTAÇÃO DO EQUIPAMENTO NA INDÚSTRIA.....	71
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS	74
6. SUGESTÃO DE CONTINUIDADE DO TRABALHO	75
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	76
APÊNDICES	80

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

O etanol tem sido considerado uma alternativa para diminuir problemas ambientais e energéticos no mundo em razão da escassez de combustíveis fósseis e da poluição por eles causada. Comparado aos combustíveis fósseis, o etanol apresenta as vantagens de ser uma fonte renovável de energia e de contribuir para a redução das emissões de dióxido de carbono (PACHECO, 2011). Além disso, possui um impacto ambiental relativamente baixo por ser um combustível renovável. Suas emissões de dióxido de carbono (CO₂), que provoca o efeito estufa, são neutralizadas pela cana-de-açúcar plantada. Este combustível vem sendo produzido largamente em escala industrial no Brasil há décadas.

Ao se analisar as etapas de produção do etanol, observa-se uma quantidade significativa de subprodutos gerados, entre os principais estão o bagaço de cana-de-açúcar e a vinhaça, a segunda com geração de até 16,82 litros para cada litro de etanol produzido (CAMARGO, 1990). O ponto de interesse deste trabalho é a destilaria, onde ocorre a separação do etanol (etanol e água) da vinhaça. A Figura 1 mostra o funcionamento de uma destilaria em uma planta de produção de etanol:



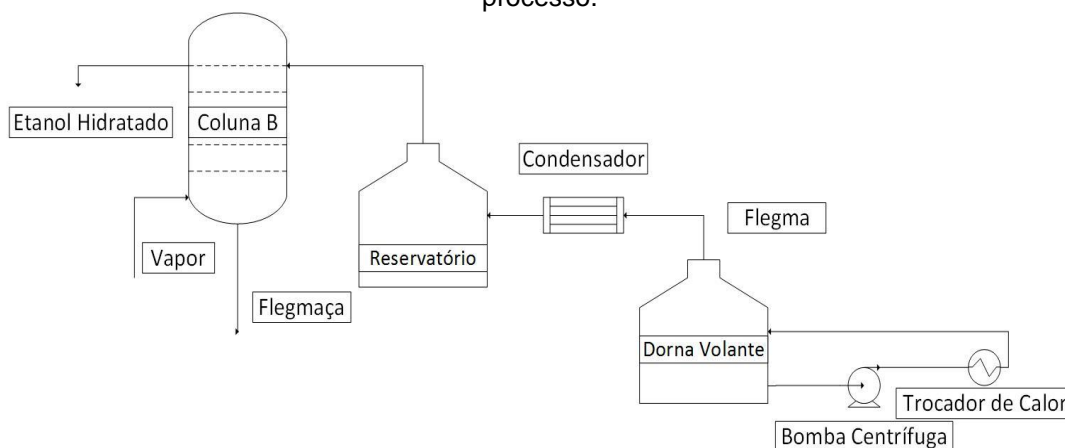
Fonte: Elaboração própria (2015).

O vinho alimentado é separado em duas correntes: a corrente de vinhaça que deixa a coluna A, trocando calor com o vinho que entra e; a flegma, composta por etanol e água. O vapor obtido na coluna A é encaminhado para a coluna de retificação B, obtendo-se assim etanol hidratado como produto de topo e água como produto de fundo.

A proposta deste estudo de mestrado é verificar a aplicação industrial do equipamento proposto por meio da implantação de uma dorna volante modificada capaz de substituir a primeira coluna de destilação (coluna A), apresentando-se como uma alternativa ao processo convencional de produção de etanol com a finalidade de reduzir o volume de vinhaça gerado, mantendo o consumo energético similar ao processo convencional descrito na Figura 1. Com a redução do volume de vinhaça gerado, a concentração de sólidos aumenta, uma vez que a quantidade de sólidos é a mesma para um volume reduzido de líquido.

A Figura 2 mostra um exemplo de implementação do sistema adaptado à destilaria, onde a coluna A é removida do processo.

Figura 2: Exemplo de implementação do sistema adaptado à destilaria, removendo a coluna A do processo.



Fonte: Elaboração própria (2015).

A dorna volante em questão é um *flash* operando em regime transiente. O princípio é que a flegma oriunda da coluna A tenha uma maior quantidade de água comparado ao processo convencional. A água em excesso será recuperada na coluna B, podendo ser utilizada como água de reuso.

Para a elaboração da planta piloto, foi utilizado o método de dimensionamento proposto por Souders e Brown (1934). Este método é empírico e foi elaborado para um

flash convencional, onde o volume de líquido no interior do tambor é constante e a corrente de líquido é removida constantemente.

Portanto, além de minimizar a geração de vinhaça, será verificada a aplicação do Método Souders-Brown para o dimensionamento de um *flash* operando em regime transiente.

Uma modelagem do equipamento foi desenvolvida a fim de prever resultados sob condições de operação diferentes. Industrialmente, algumas variáveis de entrada determinam a geração de vinhaça e o consumo energético, são elas: a carga processada, a fração mássica de etanol no vinho e a pressão de entrada.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Para um bom entendimento da proposta deste trabalho, é preciso citar alguns fundamentos utilizados e descrever o processo de produção de etanol, bem como os principais subprodutos gerados e a destinação destes.

2.1 FUNDAMENTOS UTILIZADOS

2.1.1 EQUILÍBRIO LÍQUIDO VAPOR

Equilíbrio é uma condição estática na qual não ocorrem variações das propriedades macroscópicas de um sistema com o tempo. O equilíbrio líquido vapor (ELV) é o estado de coexistência das fases líquida e vapor (SMITH; NESS; ABBOTT, 2007).

Uma importante aplicação do ELV é o cálculo de um *flash*. O nome tem origem no fato de um líquido, a uma pressão igual ou superior à sua pressão no ponto de bolha *flash*, evaporar parcialmente quando a pressão é reduzida, formando um sistema bifásico em equilíbrio a T, P e a composição global conhecidas (SMITH; NESS; ABBOTT, 2007).

O equilíbrio termodinâmico é atingido quando a fugacidade de um componente i (f_i^L) na fase líquida de uma solução se iguala à fugacidade desse componente na fase vapor (f_i^V), segundo a equação (1):

$$f_i^L = f_i^V \quad (1)$$

A fugacidade da fase líquida é dada por:

$$f_i^L = \gamma_i \cdot x_i \cdot f_i^{ol} \quad (2)$$

onde γ_i é o coeficiente de atividade, x_i é a fração molar do componente i na fase líquida e f_i^{ol} é a fugacidade em um estado de referência. Usualmente, considera-se a fugacidade no estado de referência igual à pressão de saturação da substância i :

$$f_i^{ol} = P_i^{sat} \quad (3)$$

A fugacidade da fase vapor (f_i^V) é dada pela equação 4:

$$f_i^V = \phi_i^V \cdot y_i \cdot P \quad (4)$$

onde ϕ_i^V é o coeficiente de fugacidade da substância i na fase vapor, estimado através de equações de estado, y_i é a fração molar do componente i na fase vapor e P é a pressão total.

Substituindo as equações (3) em (2) e, posteriormente, (2) e (4) em (1), obtém-se a relação “gama-fi”, dada por:

$$\phi_i^V \cdot y_i \cdot P = \gamma_i \cdot x_i \cdot P_i^{sat} \quad (5)$$

Considerando-se a fase vapor ideal ($\phi_i^V = 1$), a relação fica:

$$y_i \cdot P = \gamma_i \cdot x_i \cdot P_i^{sat} \quad (6)$$

A expressão 6 é de suma importância para se determinar o equilíbrio no interior de um tambor *flash*.

2.1.2 PRODUÇÃO DE ETANOL

A produção brasileira de etanol total no país consolidou-se em 28,7 bilhões de litros na safra 2014/2015 e em 30,5 bilhões de litros para safra 2015/2016, aumento de 1,8 bilhões de litros ou 6,3%. Para o etanol hidratado, o aumento foi de expressivos 13,7% quando comparado com a produção da safra anterior, o que equivale a 2,3 bilhões de litros (COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO, 2016).

O etanol tem sido considerado uma alternativa para diminuir problemas ambientais e energéticos no mundo em razão da escassez dos combustíveis fósseis, da alta dos seus preços e, principalmente, da poluição por eles causada. Comparado aos combustíveis fósseis, o etanol apresenta as vantagens de ser uma fonte renovável de

energia e de contribuir para a redução das emissões de dióxido de carbono (PACHECO, 2011).

A maior parte do etanol produzido atualmente no Brasil, o é por meio de um processo de fermentação em batelada alimentada com reciclo de fermento (PARAIZO, 2013).

Além da fermentação, existem outros processos mais complexos de se produzir o etanol. Um deles é a hidratação do etileno. Outra possibilidade de se obter o etanol é pela redução do acetaldeído (C_2H_4O). Também chamado de etanol, o acetaldeído possui estrutura molecular muito semelhante ao álcool etílico, diferindo apenas pela ausência da hidroxila (HO). Com a ação de um agente redutor, o acetaldeído ganha um íon de hidrogênio (H^+) que se liga ao oxigênio formando a hidroxila e, conseqüentemente, o etanol. A matéria-prima desse processo costuma ser o acetileno (C_2H_2), que em processo de hidratação produz o acetaldeído que, finalmente, produz o etanol (NOVA CANA, 2015).

2.1.3 PRODUÇÃO DE ETANOL A PARTIR DA CANA-DE-AÇÚCAR

O etanol a partir de cana-de-açúcar é produzido por uma sequência de etapas apresentadas a seguir:

- a. **Moagem:** A matéria-prima para a produção de álcool e cachaça é a cana-de-açúcar que é colhida manual ou mecanicamente, inteira ou picada. A cana picada é colhida pela colheitadeira e transbordo e, em seguida, transferida às carretas fechadas dos caminhões. O preparo é resumido, basicamente, na desintegração da cana pelo picador, rolo alimentador e desfibrador de cana. Depois de picada, desfibrada e espalhada, a cana é encaminhada para o conjunto de moendas. Através do processo de esmagamento da cana-de-açúcar, obtém-se o caldo misto.
- b. **Tratamento de caldo:** O caldo resultante de todo o processo de extração juntamente com a embebição é denominado caldo misto (PAYNE, 1989). Nesta etapa, o caldo passa por tratamentos físicos e químicos. É onde ocorre a adição de polímero, remoção de gases, decantação e tem, como produto final, o caldo

clarificado pronto para ser fermentado.

- c. Fermentação:** Qualquer que seja a matéria-prima utilizada para fabricação de etanol, é indispensável uma preparação prévia que a condicione às exigências das leveduras. Quanto mais essas matérias-primas se aproximam dessa condição, maior é a eficiência do processo fermentativo (SANTOS; BORÉM; CALDAS, 2010). O fermento é colocado em um tanque cilíndrico e é alimentado com uma solução de açúcares denominada mosto. Após a fermentação, o vinho passa pelas centrífugas para remover as leveduras. Esse vinho turbinado é encaminhado para a dorna volante e, em seguida, enviado para a destilação.
- d. Destilação:** A destilação é uma operação unitária física que visa a separação de componentes de uma mistura de acordo com a volatilidade relativa dos componentes, sendo que o mais volátil se desloca para a fase vapor enquanto o menos volátil permanece preferencialmente na fase líquida. (SANTOS; BORÉM; CALDAS, 2010). A destilação é realizada por meio de ebulição e condensação parciais da mistura que se quer separar ou purificar. Industrialmente, a destilação é feita em equipamentos chamados de colunas, que podem ser de estágios (pratos ou bandejas) ou de contato (recheio) que proporcionam o enriquecimento do vapor produzido e o esgotamento do líquido destilado (SANTOS; BORÉM; CALDAS, 2010).

Após citar os principais passos para obtenção de etanol, descrevendo a principal delas a partir da cana-de-açúcar, nota-se que o *flash* não é empregado nos processos descritos.

Além disso, para o processo de produção de etanol de cana-de-açúcar, os principais subprodutos gerados são o bagaço de cana e a vinhaça. O bagaço é utilizado no próprio processo, gerando de energia para a unidade produtora e na cogeração, enquanto a vinhaça é aplicada no solo, no entanto sua geração supera a quantidade necessária aplicada como fertilizante.

Apesar da produção de etanol a partir da sacarose ser um processo bem estabelecido, com os menores custos e maior produtividade do mundo, ainda há espaço para melhorias e redução de custos de processo.

2.2 VINHAÇA

A produção de etanol, independentemente do tipo de matéria-prima utilizada, ocorre em duas etapas principais: fermentação da fonte de açúcares e destilação da solução alcoólica produzida durante o processo fermentativo (DRIESSEN, TIELBAARD; VEREIJKEN, 1994).

A vinhaça é uma suspensão de sólidos orgânicos e minerais, contendo os componentes do vinho não arrastados na etapa de destilação, além de quantidades residuais de açúcar, álcool e compostos voláteis mais pesados. É caracterizada como um efluente de destilarias com alto poder poluente e alto valor como fertilizante (LAIME; FERNANDES; OLIVEIRA; FREIRE, 2011).

Para que se tenha ideia do impacto ambiental que esse volume de vinhaça gera, pode-se recorrer a uma comparação entre esse subproduto e o esgoto doméstico. Compara-se o impacto ambiental de um litro de vinhaça ao esgoto doméstico não tratado, gerado por 1,43 pessoas. Ou seja, para se produzir 10 litros de álcool a poluição gerada é equivalente àquela produzida por aproximadamente 172 pessoas em um dia (CHEN; CHOU, 1993).

Sobre o impacto ambiental gerado por esse volume de vinhaça, sua força poluente é cerca de cem vezes maior do que a do esgoto doméstico, fato decorrente da sua riqueza em matéria orgânica, baixo pH, elevada corrosividade e altos índices de demanda bioquímica de oxigênio (DBO), além de elevada temperatura na saída dos destiladores. Além disso, é considerada altamente nociva à fauna, flora, microfauna e microflora das águas doces (FREIRE; CORTEZ, 2000).

Na Tabela 1, estão listados os elementos presentes na composição da vinhaça obtida à partir de diferentes fontes como melaço, caldo e caldo misto, onde é possível observar os altos valores de DBO e DQO.

Tabela 1: Composição da vinhaça em função da origem.

Parâmetro	Melaço	Caldo	Misto
pH	4,2 - 5,0	3,7 - 4,6	4,4 - 4,6
Temperatura (°C)	80 - 100	80 - 100	80 - 100
DBO (mg/l O ₂) [Ⓣ]	25.000	6.000 - 16.500	19.800
DQO (mg/l O ₂) [Ⓣ]	65.000	15.000 - 33.000	45.000
Sólidos totais (mg/l)	81.500	23.700	52.700
Sólidos voláteis (mg/l)	60.000	20.000	40.000
Sólidos fixos (mg/l)	21.500	3.700	12.700
Nitrogênio (mg/l N)	450 - 1.610	150 - 700	480 - 710
Fósforo (mg/l P ₂ O ₅)	100 - 290	10 - 210	9 - 200
Potássio (mg/l K ₂ O)	3.740 - 7.830	1.200 - 2.100	3.340 - 4.600
Cálcio (mg/l CaO)	450 - 5.180	130 - 1.540	1.330 - 4.570
Magnésio (mg/l MgO)	420 - 1.520	200 - 490	580 - 700
Sulfato (mg/l SO ₄)	6.400	600 - 760	3.700 - 3.730
Carbono (mg/l C)	11.200 - 22.900	5.700 - 13.400	8.700 - 12.100
Relação C/N	16 - 16,27	19,7 - 21,07	16,4 - 16,43
Matéria orgânica (mg/l)	63.400	19.500	3.800
Subst. redutoras (mg/l)	9.500	7.900	8.300

Fonte: Marques (2006).

Segundo Gonçalves, Ferraz e Szmrecsányi (2008), para cada litro de álcool produzido, são gerados aproximadamente 13 litros de vinhaça. De acordo com Camargo (1990), estima-se que para cada litro de etanol produzido são gerados, em média, 16,82 litros de vinhaça. O autor destaca também, que de acordo com dados do Ministério de Agricultura, Pecuária e Abastecimento, no ano de 2014/2015, foram produzidos 28 milhões de m³ de etanol, gerando, por consequência, 470 milhões de m³ de vinhaça.

Uma das primeiras alternativas para a geração de vinhaça foi sua aplicação no solo. Em meados dos anos de 1980, a fertirrigação se apresentava como uma alternativa amplamente difundida, associando à solução do problema da destinação da vinhaça a virtude da substituição de insumos químicos para a fertilização da própria lavoura da cana-de-açúcar, uma vez que a vinhaça vem a ser um efluente com elevada carga orgânica e de nutrientes (BRIEGER, 1977).

Apesar de parecer uma proposta interessante, com o tempo a carga orgânica da vinhaça causa a proliferação de microrganismos que esgotam o oxigênio dissolvido na água, destruindo a flora e a fauna aquáticas, bem como dificultando o aproveitamento

dos mananciais contaminados como fonte de abastecimento de água potável. Além disso, o despejo da vinhaça nos cursos d'água provoca mau cheiro e contribui para o agravamento de endemias (LAIME; ALMEIDA, 1952).

Com isso, outras alternativas que não a fertirrigação foram propostas. Uma delas é a produção de levedura a partir da vinhaça, no entanto, dois principais fatores dificultam esta operação: o fato de ser necessário acrescentar à vinhaça sais de amônio e de magnésio para se obter o fermento seco e; o fato de ser elevado o consumo de energia para a evaporação da água da vinhaça requerida neste processo (CORAZZA; SALLES FILHO, 2000).

Outra proposta foi a geração de energia elétrica a partir da vinhaça. Para isso, é necessário um digestor anaeróbico constituído basicamente por uma câmara de fermentação onde ocorre a biodigestão da matéria orgânica, uma campânula que armazena o gás produzido, permitindo a saída deste gás, a entrada do substrato a ser fermentado e a saída do efluente produzido pelo processo. O processo de biodigestão, se conduzido em reatores convencionais, é relativamente lento, com tempos de retenção hidráulica do resíduo dentro do reator de vários dias ou mesmo semanas para se completar o processo, sendo um problema para este método.

Além das alternativas para destinação de resíduo produzido, algumas alternativas visam reduzir a quantidade gerada de subproduto. Entre elas estão: a evaporação da vinhaça e conseqüente concentração da mesma e; a concentração da vinhaça por microfiltração seguida de nanofiltração com membranas (GOMES; EÇA; VIOTTO, 2010). Esses processos são ou de alto consumo energético ou insuficientemente eficientes, como no caso de nanofiltração, capaz de aumentar a concentração de sólidos de 2,5% para 4% m/m.

2.2.1 ESTADO DA ARTE: PATENTES SOBRE A CONCENTRAÇÃO DE VINHAÇA

Algumas patentes devem ser levadas em consideração ao falar sobre concentração de vinhaça. A primeira a ser citada é a patente "PROCESSO APERFEIÇOADO PARA AQUECIMENTO INDIRETO E PRÉ-CONCENTRAÇÃO DA VINHAÇA EM DESTILARIAS DE ÁLCOOL" de 1980. Josef Feigl e Gregório Miguel Katz

(FEIGL; KATZ, 1980) propuseram um sistema no qual ocorre um pré-aquecimento e concentração da vinhaça em destilarias de etanol. Os autores utilizam evaporadores de filme descendente para concentrar a vinhaça obtida na primeira coluna. Sabe-se que a manutenção de evaporadores é complexa, uma vez que a vinhaça proporciona problemas com incrustação nos tubos.

No ano de 1982, Narciso Gobbin (GOBBIN, 1982) sugeriu a concentração de vinhaça através de um sistema autolimpante. Esta patente consiste na concentração de vinhaça em regime contínuo, utilizando-se evaporadores de circulação natural, com tubos longos nos primeiros corpos e um sistema autolimpante nos corpos finais. Este sistema contém raspadores de borracha no interior dos tubos, impedindo a deposição de material nas paredes dos tubos. Estas borrachas vazadas que permitem a circulação de líquido são acopladas a uma bandeja, estão conectadas a um sistema pneumático/hidráulico, sendo este controlado por um timer que determina a frequência da limpeza. Ainda não se estudou o efeito da vinhaça sobre a borracha utilizada para a raspagem e se existe algum efeito nos orifícios da borracha, podendo causar entupimento.

Em 1983, Augusto Ivan Diaz Basualto e José Enrique de Paula Eduardo. (BASUALTO; EDUARDO, 1983) lançaram a patente intitulada “PROCESSO DE PRODUÇÃO DE ÁLCOOIS HIDRATADO OU ANIDRO, EMPREGANDO O PROCESSO DE FERMENTAÇÃO CONTÍNUO OU DESCONTÍNUO, CONJUGADO COM PROCESSO DE CONCENTRAÇÃO DE CALDO E CONCENTRAÇÃO DE VINHAÇA”. Em relação à concentração de caldo, o único recurso utilizado é o peneiramento para remoção do bagacilho, eliminando a perda de açúcar. Em relação à concentração de vinhaça, a proposta é retornar uma parte da vinhaça ao vinho e promover a concentração da mesma através de evaporadores verticais. O processo proposto pode apresentar problemas de incrustação, pois devido à sua composição, a vinhaça apresenta elementos altamente incrustantes, como cálcio, magnésio, potássio, etc.. Logo, com este problema, os equipamentos teriam que ser continuamente limpos, ocasionando paradas sucessivas, já que as limpezas seriam mecânicas, necessitando abrir o equipamento, ou mesmo através de meios químicos. Esse fator poderia inviabilizar o processo, pois a produção de vinhaça é contínua, logo seria necessária a instalação de reservatórios para estocagem da vinhaça durante as paradas, além de alto consumo de energia para religar

os equipamentos.

Em 2015, Paulo Henrique Sampaio propôs uma alternativa intitulada “APERFEIÇOAMENTO NA PLANTA DE CONCENTRAÇÃO DE VINHAÇA INTEGRADA COM A DESTILARIA DE ETANOL” (SAMPAIO, 2015), onde a solução é, mais uma vez, concentrar a vinhaça através de evaporadores. Como citado anteriormente, pode haver problemas com manutenção e limpeza de evaporadores, tornando o sistema complexo.

É possível notar que as patentes citadas anteriormente propõem tratar a vinhaça após sua formação e não reduzir sua geração. Com relação à concentração do vinho, podem ser citadas duas patentes, a primeira delas da década de 1980, do autor Georges Paul Aygadoux. O título da patente é “PROCESSO INTEGRADO DE CONCENTRAÇÃO DOS MOSTOS ALCOÓLICOS E DA VINHAÇA ANTES DA DESTILAÇÃO” (AYGADOUX, 1989). A presente patente tem como proposta promover uma fermentação contínua, evaporando parte do vinho que servirá como fluido de aquecimento. Assim sendo, elimina-se a coluna A e realiza-se a alimentação na coluna B (refervedor) com a corrente de vapor obtida na evaporação do mosto alcoólico. A levedura restante no fundo da dorna com o volume restante de mosto, retorna ao processo para dar continuidade ao processo de fermentação. Apesar de a proposta ser a de concentrar o vinho na dorna volante, é um processo associado a um sistema de evaporação, tornando o sistema mais complexo e com uma necessidade de controle maior. Além disso, não existem relatos sobre a viabilidade da levedura após a evaporação, uma vez que altas temperaturas são atingidas. O balanço de energia também não é apresentado.

Existe também uma patente norte americana de 2013, de título “METHOD AND APPARATUS FOR ETHANOL PRODUCTION”, onde o autor David Walker (WALKER, 2013) propõe a concentração do vinho através de um *pré-flash*. No entanto, esta patente não elimina a coluna A, logo, além do evaporador *pré-flash* existem, ainda, as colunas A e B. Dessa forma, a quantidade de energia consumida será maior do que no sistema convencional, apenas deixando o sistema mais complexo.

Apesar das duas patentes citadas estarem relacionadas à concentração do vinho antes da destilação, nos dois casos o sistema proposto é complexo e necessita de atenção e de um controle maior.

Com isso, observa-se a necessidade de criar um sistema simples e

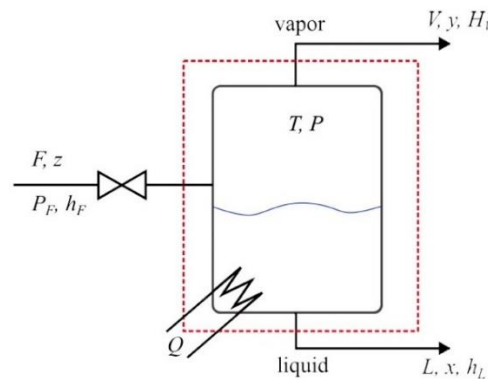
economicamente viável para se concentrar o vinho de levedurado antes de ser encaminhado para a destilação. A ideia deste trabalho é justamente fornecer essa simplicidade, através de uma dorna volante modificada, onde ocorre uma destilação *flash*, eliminando a primeira coluna de destilação.

2.3 DESTILAÇÃO INSTANTÂNEA (*FLASH*)

A destilação instantânea é um dos mais simples processos de separação, já que conta com apenas uma fase de equilíbrio. Neste processo, parte da alimentação evapora dentro do tambor *flash* e o vapor e o líquido que estão em equilíbrio, se separam (PERRY; BENSCHOW; BEIMESCH, 2008).

O fluido é pressurizado e aquecido e, então, forçado a passar por uma válvula de estrangulamento ou placa de orifícios para entrar no tambor. Graças à diferença de pressão, devido à expansão, parte do líquido vaporiza. O vapor é removido pelo topo do equipamento e o líquido pelo fundo. Este sistema é chamado de destilação *flash* porque a vaporização é extremamente rápida após a alimentação adentrar o tambor. O contato entre o líquido e o vapor no interior do tambor está muito próximo do estágio de equilíbrio. A Figura 3 representa o esquema de um tambor *flash* (IGGLAND; MAZZOTTI 2015).

Figura 3: Funcionamento de um *flash* convencional.



Fonte: Iggland e Mazzotti (2015).

Na Figura 3, F é a alimentação, x é a fração molar do componente mais volátil da corrente líquida L e y é a fração molar na corrente de vapor V .

O balanço de massa do sistema é dado por:

$$F = L + V \quad (7)$$

O balanço de massa por componentes é dado por:

$$Fz_i = Lx_i + Vy_i \quad (8)$$

O balanço de energia é dado por:

$$Fh_F + Q = Lh_L + VH_V \quad (9)$$

Onde h_F é a entalpia da corrente de entrada, h_L é a entalpia da corrente de líquido e H_V é a entalpia da corrente de vapor. É comum considerar o *flash* adiabático, assim:

$$Q = 0 \quad (10)$$

2.3.1 UTILIZAÇÃO DA DESTILAÇÃO INSTANTÂNEA NA INDÚSTRIA

Vários ramos da indústria têm empregado a destilação instantânea como forma de poupar energia. Uma das situações em que este equipamento é utilizado é na destilação de óleo cru utilizando diferentes tipos de evaporadores *flash*. Um dos principais estudos sobre os modelos destes evaporadores foram realizados por Ji e Bagajewicz (2002). Os autores notaram que a implementação das unidades *flash* acarretariam em uma redução da energia consumida no processo.

Errico, Tola e Mascia (2009) compararam diversos tipos de evaporadores *flash* com a finalidade de economizar energia na destilação de óleo cru, sendo que os equipamentos foram eficientes no quesito economia de energia.

Com base nesses trabalhos, Al-Mayyahi, Hoadley e Rangaiah (2004) propuseram a utilização de um evaporador *flash* com múltiplos objetivos, entre eles investigar a redução do consumo de energia e as emissões de CO₂. Os autores concluíram que a

proposta reduziu consideravelmente a emissão de CO₂. No entanto, não foi possível tirar conclusões a respeito do consumo energético.

ZHANG *et al.* (2014) também estudaram a utilização de um evaporador *flash* para redução de energia no sistema de captura de carbono em usinas termelétricas. Utilizaram para isto o evaporador pré-*flash* e um sistema de compressão térmica de vapor. O destilado obtido passa pelo *flash* produzindo vapor de baixa temperatura e pressão e este vapor alimenta o compressor. O vapor comprimido era encaminhado para um trocador de calor para regular sua temperatura e depois para o refeedor. Com isto, condensados de alta temperatura são recuperados. Os autores observaram que a captura de dióxido de carbono aumentou e o consumo de energia diminuiu.

Outra utilização do *flash* é relatada por Hamed *et al.* (2000), onde o equipamento é utilizado no processo de dessalinização da água em plantas na Arábia Saudita. Este processo é responsável por cerca de 94% da produção de água dessalinizada das plantas lá existentes.

Observa-se que o equipamento tem uma ampla utilização na indústria, no entanto, em se tratando de sua utilização no setor sucroalcooleiro, sua aplicação ainda é uma novidade, uma vez que não existem relatos sobre a utilização do *flash* para substituir a primeira coluna de destilação.

O processo alvo deste trabalho é o de produção de etanol a partir da cana-de-açúcar, onde o objetivo é concentrar a vinhaça gerada como subproduto do processo, aumentando o volume de água de reuso. Pode-se realizar ainda um estudo da análise energética para verificar sua viabilidade econômica, uma vez que os trabalhos citados anteriormente relatam queda no consumo de energia. Como visto no Capítulo 1, na primeira coluna de destilação nota-se que o vinho delevedurado é separado em flegma e vinhaça (produto de fundo), segundo a Figura 4.

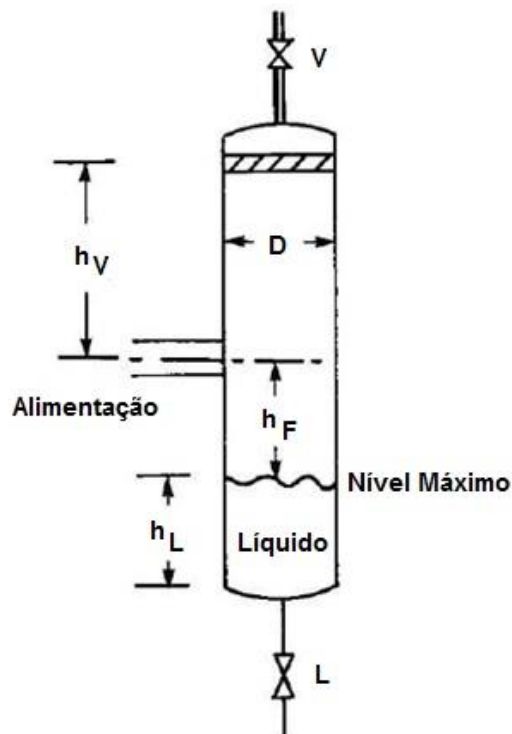
3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo é apresentada a descrição do equipamento utilizado, dos procedimentos adotados, dos programas desenvolvidos, dos experimentos realizados e de todo o material utilizado na realização dos mesmos. O equipamento consiste em uma versão não convencional de destilação adiabática instantânea (tambor *flash*). Entretanto, seu dimensionamento foi realizado da forma convencional descrita como segue.

3.1 DIMENSIONAMENTO DE UM TAMBOR *FLASH* CONVENCIONAL

Alguns fundamentos foram utilizados para a realização deste trabalho, são eles o Método de Souders-Brown de dimensionamento do tambor *flash* e o equilíbrio líquido vapor. A Figura 5 representa as medidas propostas por Souders e Brown (1934) para um tambor *flash* convencional.

Figura 5: Dimensionamento de um *flash* vertical por Souders-Brown.



Fonte: adaptado, Souders-Brown (1934).

O primeiro passo para o dimensionamento é calcular a velocidade máxima do

vapor (u_{perm}):

$$u_{perm} = K_{drum} \times \sqrt{\frac{\rho_L - \rho_V}{\rho_V}} \quad (11)$$

onde ρ_L e ρ_V são, respectivamente, as densidades do líquido e do vapor e K_{drum} é a constante que depende do tipo de tambor. No caso, para tambores verticais, o valor pode ser calculado através das correlações Blackwell (1984) e Watkins (1967):

$$K_{drum} = \exp\left[A + B \times \ln F_{lv} + C \times (\ln F_{lv})^2 + D \times (\ln F_{lv})^3 + E \times (\ln F_{lv})^4 \right] \quad (12)$$

em que:

$$F_{lv} = \frac{W_L}{W_V} \times \sqrt{\frac{\rho_V}{\rho_L}} \quad (13)$$

onde W_L e W_V são as vazões mássicas de líquido e vapor em unidades de massa por hora e, as constantes A , B , C , D e E , segundo Blackwell (1984), são:

$$A = -1,877478097$$

$$B = -0,8145804597$$

$$C = -0,1870744085$$

$$D = -0,0145228667$$

$$E = -0,0010148518$$

O segundo passo é utilizar a corrente de vapor para converter u_{perm} para o escoamento em uma área horizontal. A corrente de vapor em $\frac{lb \text{ mols}}{h}$ é dada por:

$$V \left(\frac{mol}{s} \right) = \frac{u_{perm} \left(\frac{m}{s} \right) \times A_c (m^2) \times \rho_v \left(\frac{kg}{m^3} \right) \times \left(\frac{10^3 g}{kg} \right)}{MW_v \left(\frac{g}{mol} \right)} \quad (14)$$

onde MW_v é a massa molar da corrente de vapor. A área de seção transversal A_c é calculada pela equação:

$$A_c = \frac{V \times MW_v}{u_{perm} \times \rho_v} \quad (15)$$

Para o *flash* vertical, o diâmetro (D) é calculado por:

$$D = \sqrt{\frac{4 \times A_c}{\pi}} \quad (16)$$

Para o cálculo de h_L tem-se a expressão:

$$h_L(m) = V(m^3) \times \frac{4}{\pi \times D^2(m^2)} \quad (17)$$

e

$$H = h_v + h_L. \quad (18)$$

Para o cálculo da altura (H), considera-se $3 < \frac{H}{D} < 5$.

Nesse caso, utilizou-se a vazão de líquido de 10 l/min e o tempo de residência de cinco minutos, com isto, é possível determinar o $V(m^3)$, uma vez que $V(m^3)$ é a razão entre a vazão de líquido e o tempo de residência.

Os valores das densidades do vapor e do líquido foram tomados de uma tabela de vapor saturado sob pressão de 1,4 bar que corresponde à maior altura manométrica total fornecida pela bomba, segundo o fabricante Texius. Para efeito de dimensionamento do tambor, a vazão de vapor foi estimada dividindo-se a potência nominal das resistências pela entalpia de vaporização da água (ΔH_v) na pressão de 1,4 bar.

$$W_v = \frac{\text{Potência}}{\Delta H_v} \quad (19)$$

Com isso, é possível encontrar a área da seção transversal e, posteriormente, o diâmetro. Levando-se em consideração que Souders e Brown (1934) definem que $5 > \frac{L}{D} > 3$, assumiu-se a hipótese de que $\frac{L}{D} = 3,5$. Portanto, as dimensões da unidade piloto utilizadas para realização dos experimentos deste trabalho são as seguintes:

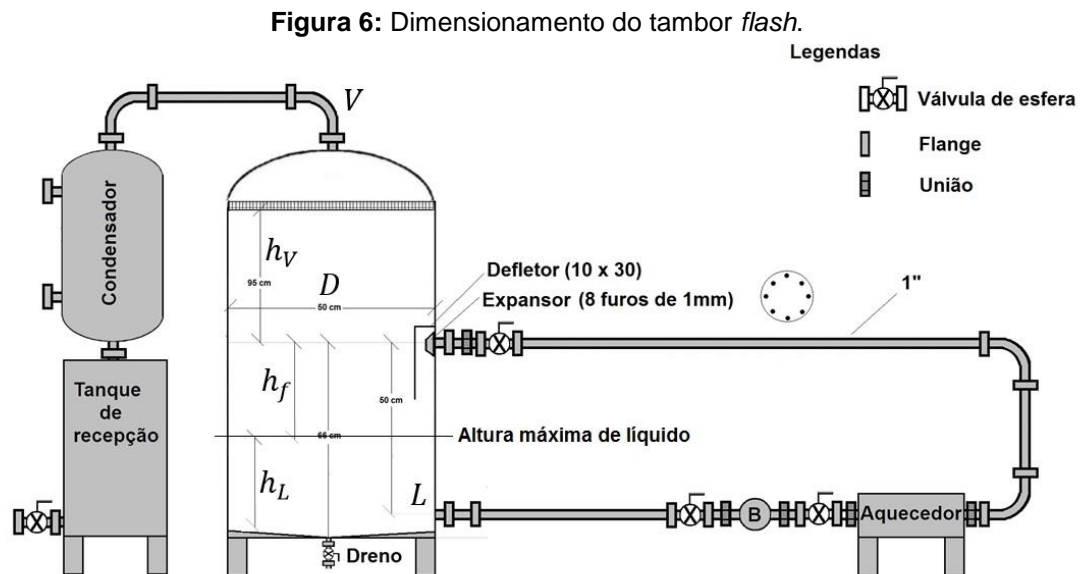
$$D = 0,5 \text{ m}$$

$$h_{total} = 1,7 \text{ m}$$

3.2 TAMBOR FLASH MODIFICADO

O destilador adiabático proposto neste trabalho tem a peculiaridade de que a fase líquida retorna ao equipamento. Dessa forma, o sistema opera em batelada, diferentemente das unidades convencionais. A Figura 6 representa o dimensionamento de Souders e Brown (1934) aplicado à unidade piloto utilizada para realização deste trabalho, onde: D representa o diâmetro do tambor; V a corrente de vapor; L a de líquido; h_V a distância do topo do tambor até a alimentação; h_L a altura de líquido no interior do tambor e; h_F a distância entre a alimentação e a altura máxima de líquido no tambor.

A bomba utilizada foi da marca Texius, modelo **TBHF-WE** de 340 W de potência. O aquecedor era composto por duas resistências elétricas, tipo baioneta, intercambiáveis. Neste trabalho foram utilizadas duas resistências de 2 e 3 kW.

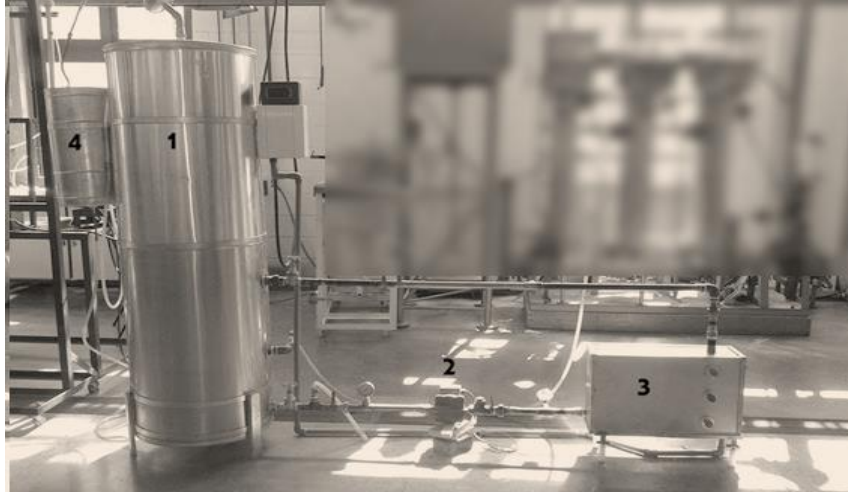


Fonte: Elaboração própria (2015).

A unidade piloto possui uma capacidade máxima de operação com 80 kg de mistura. A Figura 7 ilustra uma foto da unidade piloto utilizada na realização deste trabalho. Pode-se observar o tambor (1), a bomba (2), o aquecedor (3) e o condensador

(4).

Figura 7: Esquema do tambor *flash* reverso.



Fonte: Dados da pesquisa (2014).

3.3 PROCEDIMENTO OPERACIONAL

O funcionamento do equipamento seguiu o seguinte procedimento:

- a. **Carregava-se o tambor (1) com a mistura a ser destilada:** o equipamento era alimentado de forma que a concentração atingisse o valor desejado. A alimentação era feita através de um ponto de entrada na tubulação. Pesava-se as massas de água e etanol, a válvula era aberta, colocava-se um funil e, em seguida, alimentava-se o equipamento.
- b. **Bombeamento para completar as linhas de processo:** após a alimentação, a bomba (2) era ligada durante um tempo de dez a 15 minutos para homogeneizar a mistura.
- c. **Aquecimento da solução inicial:** após 10 a 15 minutos de funcionamento da bomba, ligava-se resistência de 2 kW (3).
- d. **Início das coletas de destilado e afluente:** O vinho aquecido era alimentado no tambor *flash* (1) onde passava por uma placa de orifícios que provocava uma queda de pressão suficiente para que parte da alimentação vaporizasse. A partir do momento em que era possível observar a presença de destilado, iniciava-se a contagem de tempo e as temperaturas e pressões eram anotadas seguindo a

seguinte nomenclatura:

TET: termômetro de entrada do tanque,

TEB: termômetro de entrada da bomba,

TSB: termômetro de saída da bomba,

MET: manômetro de entrada do tanque,

MSB: manômetro de saída da bomba.

A fase vapor formada, rica em etanol, fluía até o condensador (4) e, então, era coletada. A fase líquida empobrecida de etanol era misturada ao restante do vinho que era reciclada no sistema. As coletas eram realizadas a cada 30 minutos, tanto do destilado quanto do afluente. Ao final do experimento, a resistência era desligada e, em seguida, a bomba.

- e. Pesagem do destilado coletado:** O destilado coletado era pesado e retirava-se uma amostra para análise posterior da concentração.
- f. Realizava-se nova coleta após 24 horas do experimento:** de forma a se verificar se houve remanescente de etanol no interior da unidade, após um período de 24 horas, a bomba era ligada novamente e uma nova amostra do afluente era coletada.

3.4 ENSAIOS REALIZADOS

Os ensaios foram realizados de forma que se aproximassem ao máximo da realidade da destilação em uma usina de produção industrial de etanol. Os valores foram determinados em função da fração mássica de etanol na corrente de vinho. Sabe-se que diferentes condições de operação influenciam no resultado final, ou seja, variáveis como concentração de etanol no vinho, temperatura, pressão, etc.

As variáveis estudadas foram carga total inicial de mistura (água e etanol), fração mássica de etanol inicial e número de orifícios no bocal de alimentação

O tempo foi fixado em 3,5 horas para todos os experimentos. As frações mássicas iniciais nominais de etanol escolhidas foram de 4,7 e 10%, pois na indústria, o vinho delevedurado a ser encaminhado para destilação geralmente possui concentrações de etanol nesta faixa de concentração. O termo “nominais” foi utilizado para denominar a

média arredondada dos valores utilizados nos ensaios realizados em triplicata.

O número de orifícios foi estudado para avaliar o efeito da pressão e da vazão de entrada no *flash*, já que estes fatores influenciam na quantidade de etanol removida na fase vapor. Os valores adotados para cada uma das variáveis são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Ensaios realizados.

Experimento	Carga inicial de mistura hidroalcoólica (kg)	Fração mássica inicial nominal de etanol (%)	Número de orifícios
1	40	10	8
2	40	7	8
3	40	4	8
4	80	7	8
5	80	7	4

Fonte: Elaboração própria (2015).

3.4.1 REAGENTES UTILIZADOS NOS EXPERIMENTOS

Os reagentes utilizados nos experimentos foram água de torneira, etanol com pureza de 93,98% m/m e etanol com pureza de 99,5% m/m, ambos da marca Synth.

3.4.2 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS E ESPECIFICAÇÕES

Nos Quadros de 1 a 5 estão listados os termopares, manômetro, bomba e balança utilizados para realização do experimento e suas especificações.

Quadro 1: Especificações do termômetro com fio utilizado.

Termopar com fio
Fabricante: HANNA
Modelo: HI 147 Checkfridge™
Faixa: -50,0 a 150,0°
Precisão: ±0,3°C (-20 a 90°C) ±0,5°C (exterior)

Fonte: Hanna (2015a)

Quadro 2: Especificações do termômetro 1 sem fio utilizado.

Termopar espeto
Fabricante: HANNA
Modelo: HI 145-00
Faixa: -50,0 a 220°C
Precisão: $\pm 0,3^{\circ}\text{C}$ (-20 a 90°C); $\pm 0,4\%$ F.S. (exterior)

Fonte: Hanna (2015b)

Quadro 3: Especificações do termômetro 2 sem fio utilizado.

Manômetro
Fabricante: Genebre
Modelo: Manômetro Ø63mm com glicerina
Faixa: 0-10BAR/150PSI

Fonte: Genebre (2015)

Quadro 4: Especificações da bomba utilizada.

Bomba
Fabricante: Texius
Modelo: TBHF-WE
Potência: 340 W
Pressão máxima interna: 6 bar
T _{max} interna: 90°C

Fonte: Texius (2015)

Quadro 5: Especificações da balança utilizada.

Balança de Carga
Fabricante: Micheletti
Modelo: MIC 1/A
Série: 85876/2015
Classe: III
Faixa: 1-50 kg
e: 0,05

Fonte: Micheletti (2015)

3.4.3 LEITURA DAS AMOSTRAS COLETADAS

As amostras foram coletadas em tubos Falcon de 50 ml. Duas técnicas analíticas foram adotadas: índice de refração e cromatografia gasosa. As amostras foram coletadas de 30 em 30 minutos e foram armazenadas. Para validação das análises de concentração, adotou-se o seguinte procedimento: as frações de etanol das amostras coletadas na ordem par foram analisadas por índice de refração e as coletadas na ordem ímpar por cromatografia gasosa.

3.4.3.1 REFRACTIONOMETRY

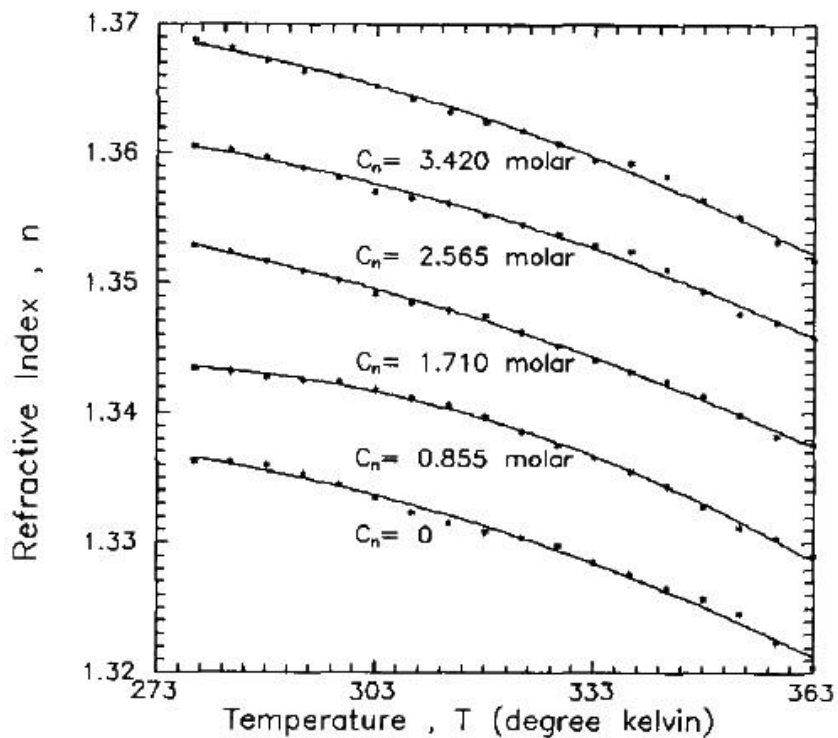
3.4.3.1.1 REFRACTION INDEX

Pode-se definir o índice de refração de um dado como a relação entre a velocidade da luz no vácuo e a velocidade da luz nesse meio. Esta propriedade permite caracterizar um meio transparente e homogêneo e seu valor tem relação direta com a concentração da mistura sob uma dada temperatura.

3.4.3.1.2 INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NO ÍNDICE DE REFRAÇÃO

O índice de refração de uma mistura varia com a temperatura. Aly e Esmail (1993) utilizaram uma mistura de água e cloreto de sódio para verificar como o índice de refração se comporta variando a temperatura. Pode-se observar esta influência no Gráfico 1.

Gráfico 1: Influência da temperatura no índice de refração.



Fonte: Aly e Esmail (1993)

O Gráfico 1 ilustra o índice de refração para uma dada temperatura em variadas concentrações de cloreto de sódio dissolvido em água. Observa-se que para a mesma concentração, o índice de refração diminui conforme a temperatura aumenta.

Para contornar o efeito da temperatura nos valores dos índices de refração, uma metodologia foi proposta: a leitura das análises pelo refratômetro digital foi realizada através de padrões, com porcentagens nominais de 0, 1, 5, 7 10, 20, 30, 40 e 50% de etanol em massa. Cada padrão foi preparado três vezes.

O equipamento utilizado para fornecer o índice de refração foi o refratômetro digital portátil, cujas especificações estão na Quadro 6:

Quadro 6: Especificações do refratômetro digital utilizado para leitura das amostras.

Refratômetro Digital
Fabricante: Reichert
Índice de refração mínimo: 1,3330
Índice de refração máximo: 1,4465
Precisão: $\pm 0,0002$

Fonte: Reichert (2015)

Para a pesagem dos padrões, utilizou-se uma balança analítica com as especificações do Quadro 7.

Quadro 7: Especificações da balança analítica utilizada.

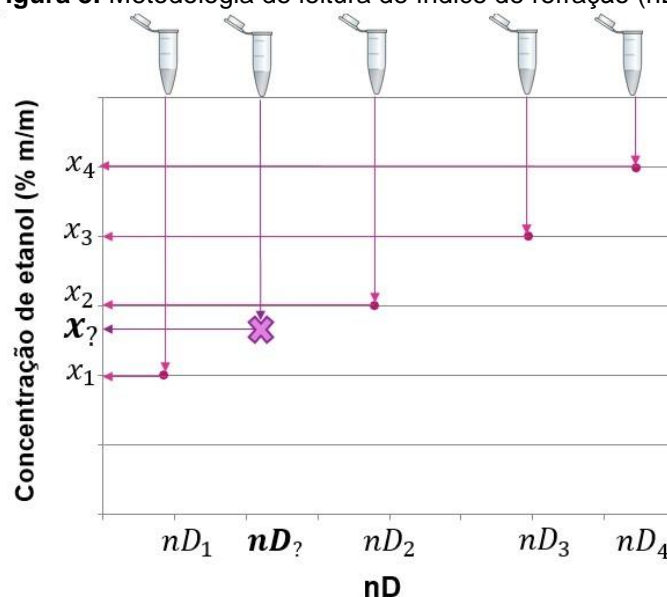
Balança Semi-analítica
Marca/ Modelo: BEL MARK M4102
Capacidade: 4100g/0,01g
Calibração: Automática

Fonte: Bel Mark (2015)

Os padrões foram colocados em tubos Falcon e deixados à temperatura ambiente, assim como as amostras a serem analisadas. Definiu-se um padrão médio e traçou-se a curva de calibração.

Dessa forma, a análise torna-se independente da temperatura uma vez que tantos os padrões quanto as amostras a serem analisadas encontram-se à mesma temperatura. A Figura 8 mostra como a interpolação do índice de refração de uma amostra desconhecida em relação aos dos padrões de concentrações conhecidas permite a determinação acurada de sua concentração.

Figura 8: Metodologia de leitura de índice de refração (nD).



Fonte: Elaboração própria (2015).

3.4.3.2 CROMATOGRAFIA GASOSA

Na análise das amostras ímpares utilizou-se o método da cromatografia gasosa, utilizando um cromatógrafo Agilent Technologies 78908 GC System, equipado com um detector de condutividade térmica (TCD) em série com outro de ionização de chama (FID). A coluna utilizada foi a HP-PLOT/Q (290°C).

Condições operacionais:

- Vazão dos gases de arraste:
- Ar sintético: 300 mL/min.
- Hidrogênio: 40 mL/min.
- Nitrogênio: 25 mL/min.
- Temperatura de reação: 120°C
- Pressão: 17,267 psi.

Foram utilizados fatores de correção das áreas dos picos cromatográficos de acordo com a concentração dos padrões analisados:

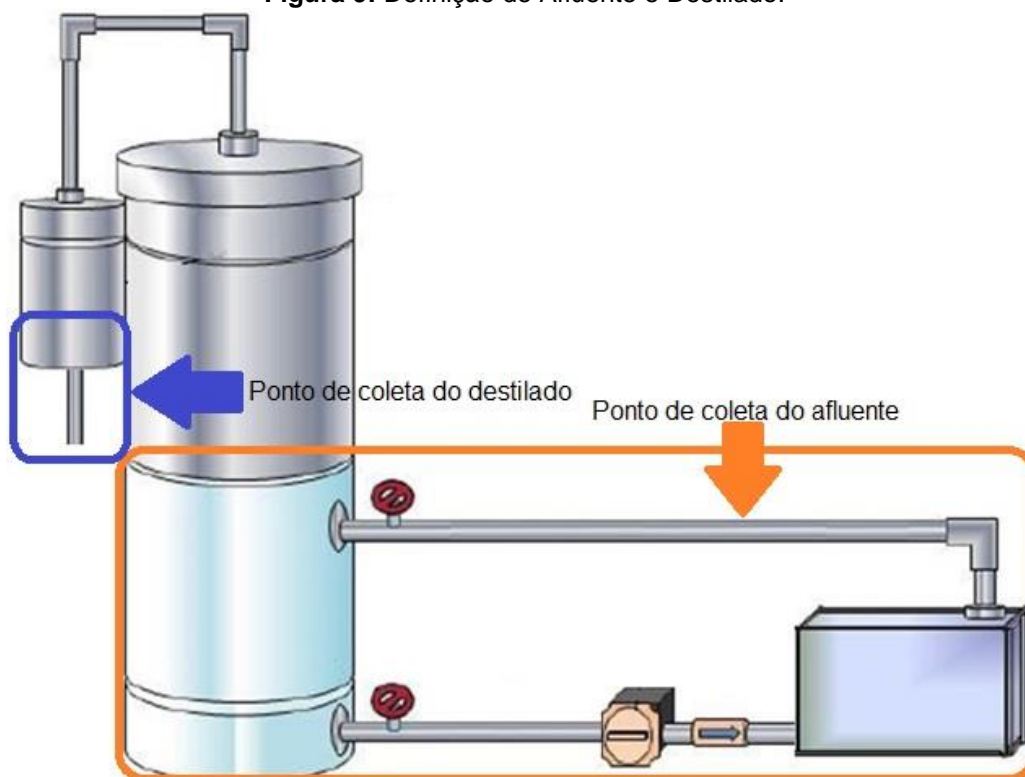
$$\% \frac{m}{m} \text{ de etanol} = \frac{2,139A_1}{(2,139A_1 + A_2)} \quad (20)$$

onde A_1 é a área de água e A_2 é a área de etanol. O fator de correção 2,139 foi obtido por regressão de cromatogramas de amostras de concentrações conhecidas.

3.4.3.3 LEITURA DAS AMOSTRAS

Por se tratar de um processo operando em regime transiente e com a decorrente mudança de composição das fases ao longo do tempo de experimento, optou-se por fazer coletas de amostras em intervalos de 30 minutos. A figura 9 mostra os pontos de coleta do afluente e do destilado. Para validação das análises, optou-se pela medida do índice de refração para as amostras pares e por cromatografia gasosa para as ímpares.

Figura 9: Definição de Afluente e Destilado.



Fonte: Elaboração própria (2016).

Como visto na Figura 9, afluente foi definido como a mistura no interior da planta piloto e destilado é o vapor obtido após condensação. Conforme descrito no item 3.4.3.1.2, nas leituras de coletas de afluente utilizaram-se padrões nominais de porcentagem mássica de etanol de 0, 1, 5 e 10% m/m. Foram preparados três padrões

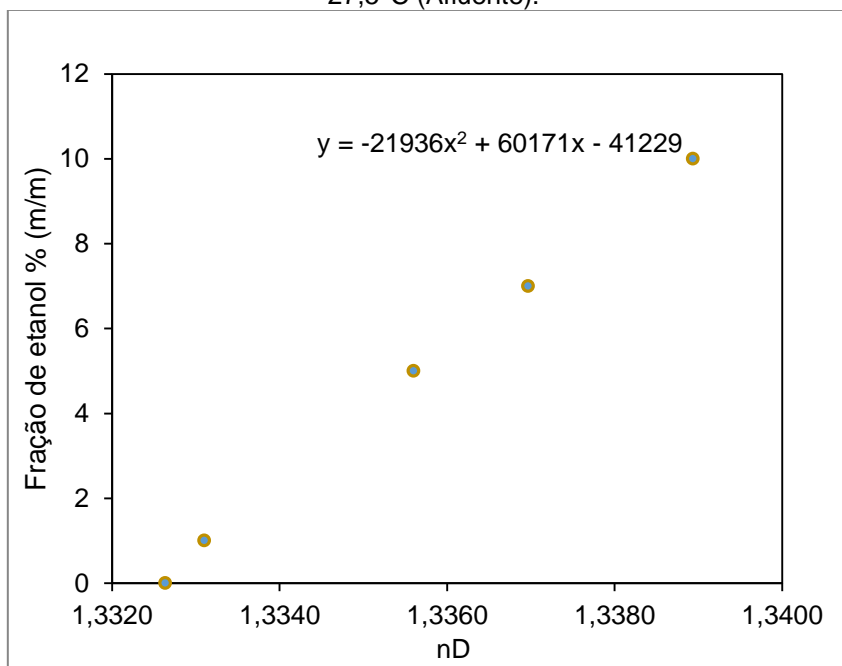
de cada concentração e calculada a média dos valores lidos. A Tabela 3 apresenta um exemplo dos dados amostrais utilizados. Nota-se que o IR aumenta com a concentração de etanol e que, de acordo com o descrito em 3.3.3.1.2, o efeito da temperatura em seus valores é corrigido. O gráfico 2 ilustra os dados na forma de um gráfico cartesiano.

Tabela 3: Valores experimentais de índice de refração (n_D) para obtenção da curva de calibração em função do teor alcoólico do afluente a 27,5°C.

Porcentagem mássica de etanol (% m/m)	n_D (27,5°C)		
0	1,3327	1,3326	1,3326
1	1,3331	1,3331	1,3331
5	1,3356	1,3356	1,3356
7	1,3370	1,3370	1,3369
10	1,3389	1,3389	1,3390

Fonte: Elaboração própria (2015).

Gráfico 2: Porcentagem de etanol % (m/m) em função do índice de refração (n_D) para a temperatura de 27,5°C (Afluente).



Fonte: Elaboração própria (2015).

Nas leituras de coletas de destilado, padrões de porcentagem mássica de 20, 30, 40 e 50% de etanol foram preparados. Na Tabela 4 é possível conferir os índices de refração para as concentrações determinadas.

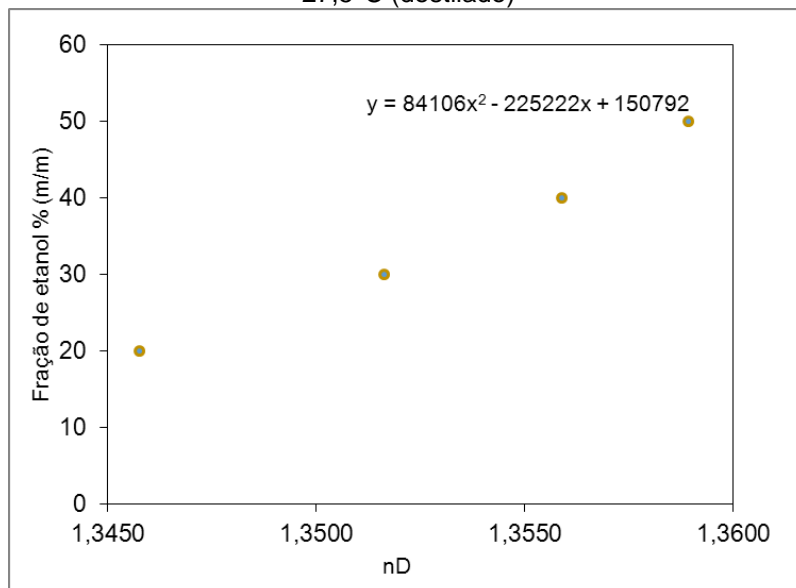
Tabela 4: Valores experimentais de índice de refração (n_D) para obtenção da curva de calibração em função do teor alcoólico do destilado a 27,5°C.

Porcentagem mássica de etanol (%)	n_D (27,5°C)		
20	1,3458	1,3457	1,3458
30	1,3516	1,3516	1,3517
40	1,356	1,3558	1,3559
50	1,3589	1,3589	1,359

Fonte: Elaboração própria (2015).

O Gráfico 3 determina essa curva de tendência para a temperatura coletada no dia e hora da leitura de destilado.

Gráfico 3: Porcentagem de etanol % (m/m) em função do índice de refração (n_D) para a temperatura de 27,5°C (destilado)



Fonte: Elaboração própria (2015).

Todos os ensaios duraram por volta de 3,5 horas e foram realizados em triplicata, onde o primeiro ensaio foi chamado de Ensaio A, o segundo ensaio de Ensaio B e o terceiro ensaio de Ensaio C.

A balança utilizada para a pesagem das massas iniciais era uma balança de carga. No entanto, verificou-se experimentalmente que os desvios na pesagem só eram significativos para massas muito pequenas. Isto foi comprovado pesando-se massas variadas até 5kg em balança semi-analítica e, posteriormente, pesando a mesma massa na balança de carga. Verificou-se que apenas para massas inferiores, a diferença era significativa (maior que 10%).

3.5 VARIÁVEIS ANALISADAS

3.5.1 EFEITO DA CARGA INICIAL

A carga inicial foi escolhida como variável de porque o volume de líquido é uma das variáveis da proposta de Souders e Brown (1934), que aqui foi adaptada para um processo descontínuo.

3.5.2 EFEITO DA PORCENTAGEM MÁSSICA DE ETANOL NA SOLUÇÃO INICIAL

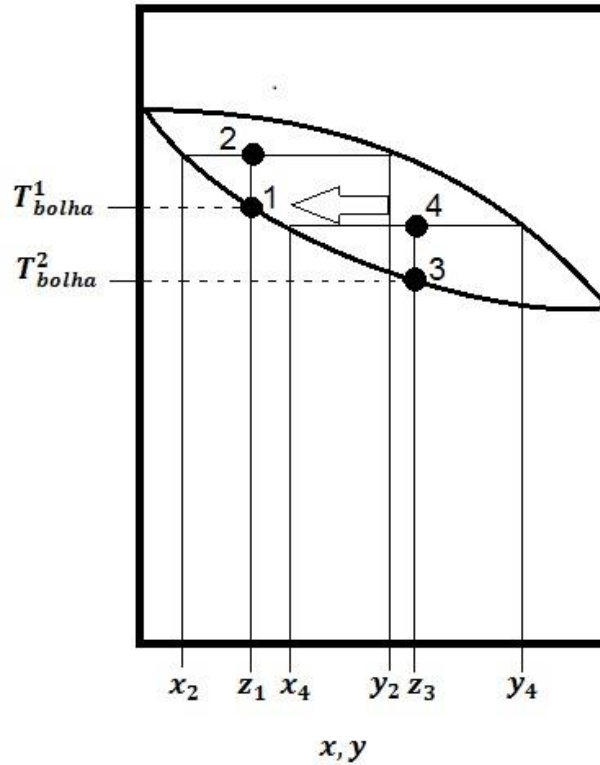
O motivo da escolha das porcentagens mássicas de etanol inicial na alimentação é justificado porque, industrialmente, a fração de etanol no vinho é fortemente dependente do processo de fermentação que o produz e tradicionalmente oscila em torno de 7% em massa.

Por se tratar de um processo descontínuo, a Figura 10 mostra o percurso termodinâmico da operação através das duas isóbaras correspondentes às pressões de entrada e de saída da unidade. Em um primeiro instante, um líquido saturado com estado de equilíbrio correspondente ao ponto 1 sofre expansão adiabática e, atendendo o balanço de energia vai para o ponto 1', onde divide-se em duas correntes: vapor saturado (ponto 3) e líquido saturado (ponto 2). A proporção entre as correntes 2 e 3 é definida pela Regra do Inverso do Braço da Alavanca e corresponde à razão das diferenças entre as frações molares conforme mostra a equação 46.

$$\frac{L}{V} = \frac{(y_3 - z_1)}{(z_1 - x_2)} \quad (21)$$

Em um segundo instante, a corrente de líquido saturado, representada pelo ponto dois, é pressurizada e aquecida até a saturação na pressão de entrada (ponto 4). Essa corrente é reciclada para o tambor e sofre nova expansão adiabática (ponto 4) gerando novas composições de vapor (ponto 6) e líquido (ponto 5), ambos saturados.

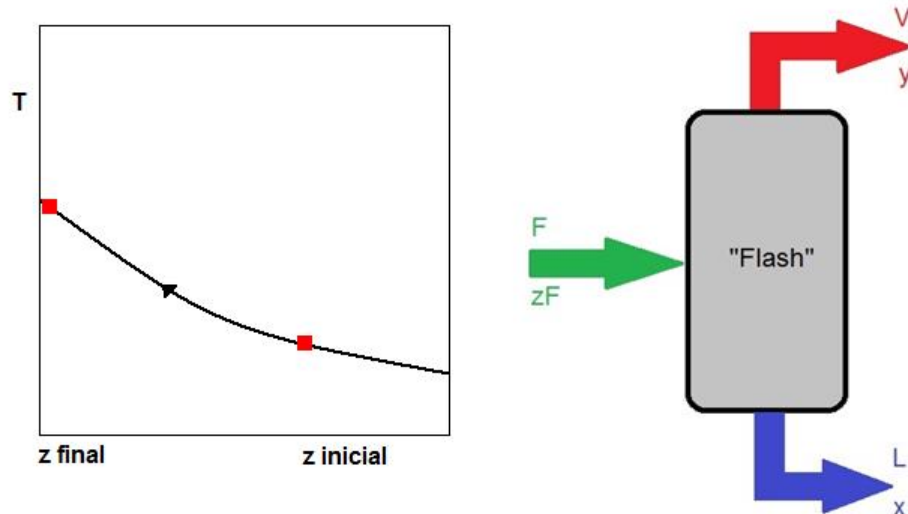
Figura 10: Diagrama de equilíbrio Txy.



Fonte: Elaboração própria (2016).

A Figura 11 resume a movimentação da composição de alimentação na direção do esgotamento do componente mais volátil e da temperatura mais elevada, a de ebulição do componente menos volátil.

Figura 8: Comportamento da composição de etanol (% m/m) na alimentação.

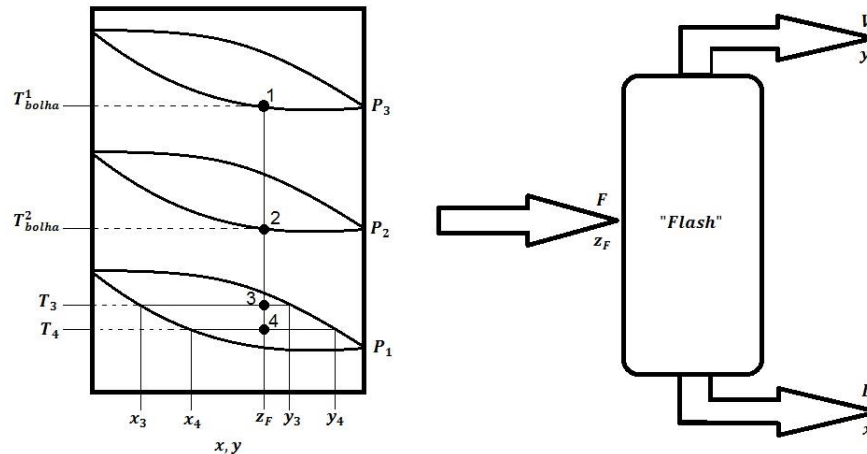


Fonte: Elaboração própria (2016).

3.5.3 EFEITO DA PRESSÃO DE ENTRADA

O objetivo de aumentar a pressão de entrada é favorecer a formação de destilado e gerar menos vinhaça. A Figura 12 mostra isóbaras de concentração para uma mistura hidroalcóolica onde $P_3 > P_2 > P_1$. Nota-se que conforme a pressão aumenta as temperaturas de bolha (T_{bolha}) também aumentam, sendo que $T_{bolha}^1 > T_{bolha}^2$.

Figura 9: Influência da pressão de entrada na fase vapor e composição do destilado.



Fonte: Elaboração própria (2016).

Nota-se que no ponto inicial um com P_3 e T_{bolha}^1 , com uma composição de entrada z_F , ao ocorrer a separação de fases, o ponto um alcança a pressão e temperatura do *flash* no ponto três. Ao se adotar o ponto dois como ponto inicial com P_2 e T_{bolha}^2 , ao ocorrer a separação de fases, chega-se no ponto quatro.

Neste caso, $T_1 > T_2$ e, para atender o balanço de energia (equação 47), $T_3 > T_4$. Se por um lado, as frações molares são inferiores quando a pressão de entrada é maior, por outro lado a razão entre a vazão de vapor e a vazão de alimentação aumenta:

$$\beta_1 = \frac{V_1}{F} = \frac{z_F - x_3}{y_3 - x_3} > \beta_4 = \frac{V_4}{F} = \frac{z_F - x_4}{y_4 - x_4} \quad (22)$$

O que determina o ponto exato do equilíbrio das fases líquida e vapor é o balanço de energia:

$$Fh_F = VH_v + Lh_l \quad (23)$$

Rearranjando,

$$h_F = \beta H_v + (1 - \beta)h_l \quad (24)$$

Como a variável de maior valor relativo no lado direito da equação é a entalpia de vaporização (H_v), o aumento no valor de β implica no aumento do valor de h_F e no decorrente aumento da temperatura.

Para efeito de elucidar o exposto, a Tabela 5 mostra os valores obtidos pela simulação de uma expansão adiabática de uma mistura contendo 5% molar de etanol em uma solução hidroalcolólica. A pressão do tambor é mantida em 100 kPa enquanto que a pressão de entrada varia entre 500 e 1000 kPa. Nota-se um pequeno aumento do valor da temperatura no tambor, mas um grande aumento no valor de β .

Tabela 3: Fração molar de etanol nas fases líquida e vapor, temperatura no *flash* e β em função da pressão de entrada.

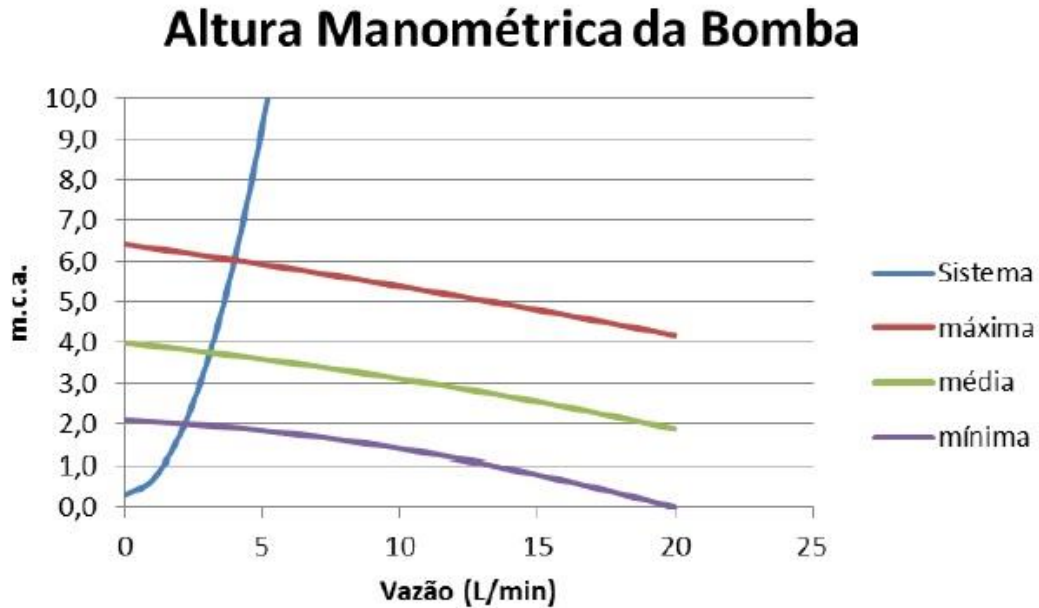
$P_e(kPa)$	x_f	y_f	$T_f(^{\circ}C)$	β_f
500	0,031	0,24	93	0,089
1000	0,025	0,21	94,1	0,140

Fonte: Elaboração própria (2016).

Nas simulações citadas, a temperatura do *flash* (T_f) e a composição na fase vapor (y_f) diminuem conforme a pressão de entrada (P_e) também diminui. Além disso, o valor de β tende a aumentar com o aumento da pressão de entrada, favorecendo a formação de destilado.

A intenção em se reduzir o número de orifícios foi a de promover o aumento da pressão. No entanto, segundo a simulação, isto não ocorreu, pois a bomba utilizada possui curvas com pequena inclinação, como pode ser visto no Gráfico 4, e isso significa que a variação da coluna de líquido pouco influencia no ponto de operação desta bomba.

Gráfico 4: Curva da bomba utilizada.



Fonte: Elaboração própria (2015)

Experimentalmente acontece o mesmo, verificou-se uma pressão próxima de 1,6 bar. Apesar disso, foi possível analisar a influência de outro fator, a vazão. A Tabela 6 mostra que os valores de pressão para quatro e oito orifícios se mantiveram os mesmos, mudando apenas a vazão, que para quatro orifícios diminuiu de 4 para 2 kg/min.

Tabela 6: Influência do número de orifícios na vazão de entrada.

<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 30%;">Carga inicial</td> <td style="width: 20%; text-align: center;">80</td> <td style="width: 50%;"><i>kg</i></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">4255</td> <td><i>mol</i></td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Concentração de etanol</td> <td style="text-align: center;">7</td> <td><i>%(m/m)</i></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">2,861</td> <td><i>%(mol/mol)</i></td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center;">Carregar Equipamento</td> </tr> <tr> <td>Velocidade da bomba</td> <td colspan="2" style="text-align: center;">max</td> </tr> <tr> <td rowspan="3">Vazão</td> <td style="text-align: center;">2,0</td> <td><i>L/min</i></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">2,0</td> <td><i>kg/min</i></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">106,3</td> <td><i>mol/min</i></td> </tr> <tr> <td>Pressão</td> <td style="text-align: center;">1,6</td> <td><i>bar</i></td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center;">Ligar Bomba</td> </tr> <tr> <td colspan="3"> <p style="text-align: center;">Placa de orifício</p> <p>n 4 orifícios</p> </td> </tr> </table>	Carga inicial	80	<i>kg</i>		4255	<i>mol</i>	Concentração de etanol	7	<i>%(m/m)</i>	2,861	<i>%(mol/mol)</i>	Carregar Equipamento			Velocidade da bomba	max		Vazão	2,0	<i>L/min</i>	2,0	<i>kg/min</i>	106,3	<i>mol/min</i>	Pressão	1,6	<i>bar</i>	Ligar Bomba			<p style="text-align: center;">Placa de orifício</p> <p>n 4 orifícios</p>			<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 30%;">Carga inicial</td> <td style="width: 20%; text-align: center;">80</td> <td style="width: 50%;"><i>kg</i></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">4255</td> <td><i>mol</i></td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Concentração de etanol</td> <td style="text-align: center;">7</td> <td><i>%(m/m)</i></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">2,861</td> <td><i>%(mol/mol)</i></td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center;">Carregar Equipamento</td> </tr> <tr> <td>Velocidade da bomba</td> <td colspan="2" style="text-align: center;">max</td> </tr> <tr> <td rowspan="3">Vazão</td> <td style="text-align: center;">4,0</td> <td><i>L/min</i></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">3,9</td> <td><i>kg/min</i></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">208,6</td> <td><i>mol/min</i></td> </tr> <tr> <td>Pressão</td> <td style="text-align: center;">1,6</td> <td><i>bar</i></td> </tr> <tr> <td colspan="3" style="text-align: center;">Ligar Bomba</td> </tr> <tr> <td colspan="3"> <p style="text-align: center;">Placa de orifício</p> <p>n 8 orifícios</p> </td> </tr> </table>	Carga inicial	80	<i>kg</i>		4255	<i>mol</i>	Concentração de etanol	7	<i>%(m/m)</i>	2,861	<i>%(mol/mol)</i>	Carregar Equipamento			Velocidade da bomba	max		Vazão	4,0	<i>L/min</i>	3,9	<i>kg/min</i>	208,6	<i>mol/min</i>	Pressão	1,6	<i>bar</i>	Ligar Bomba			<p style="text-align: center;">Placa de orifício</p> <p>n 8 orifícios</p>		
Carga inicial	80	<i>kg</i>																																																																	
	4255	<i>mol</i>																																																																	
Concentração de etanol	7	<i>%(m/m)</i>																																																																	
	2,861	<i>%(mol/mol)</i>																																																																	
Carregar Equipamento																																																																			
Velocidade da bomba	max																																																																		
Vazão	2,0	<i>L/min</i>																																																																	
	2,0	<i>kg/min</i>																																																																	
	106,3	<i>mol/min</i>																																																																	
Pressão	1,6	<i>bar</i>																																																																	
Ligar Bomba																																																																			
<p style="text-align: center;">Placa de orifício</p> <p>n 4 orifícios</p>																																																																			
Carga inicial	80	<i>kg</i>																																																																	
	4255	<i>mol</i>																																																																	
Concentração de etanol	7	<i>%(m/m)</i>																																																																	
	2,861	<i>%(mol/mol)</i>																																																																	
Carregar Equipamento																																																																			
Velocidade da bomba	max																																																																		
Vazão	4,0	<i>L/min</i>																																																																	
	3,9	<i>kg/min</i>																																																																	
	208,6	<i>mol/min</i>																																																																	
Pressão	1,6	<i>bar</i>																																																																	
Ligar Bomba																																																																			
<p style="text-align: center;">Placa de orifício</p> <p>n 8 orifícios</p>																																																																			

Fonte: Van Eyken (2015)

3.6 CRITÉRIOS DE COMPARAÇÃO COM O PROCESSO INDUSTRIAL.

Para comparação dos resultados obtidos com a unidade piloto foram adotadas três referências: 1) a recuperação do etanol alimentado; 2) o vapor de aquecimento equivalente ao consumo de energia da unidade; 2) o equivalente de vinhaça produzida por unidade de etanol destilado.

3.6.1 RECUPERAÇÃO DE ETANOL

A recuperação total do etanol total foi calculada pela equação 25:

$$\text{Recuperação de etanol}[\%] = \frac{m_{\text{etanol}}^{\text{coletada}}[\text{kg}]}{m_{\text{etanol}}^{\text{inicial}}[\text{kg}]} \quad (25)$$

3.6.2 ESTIMATIVA DE VAPOR EQUIVALENTE

Para efeito de comparação entre o consumo energético do processo de destilação contínuo, utilizado na indústria, e a unidade aqui proposta, descontínua, utilizou-se a quantidade de energia carregada por vapor de escape (2,5 bar) na coluna de esgotamento do processo industrial e o equivalente energético para a produção de destilado na unidade proposta neste trabalho. Como base de cálculo para a comparação, utilizou-se 1 kg de vinho alimentado na coluna e 1 kg de carga alimentada na unidade.

Como o aquecimento dos fluidos na unidade se deu por aquecimento elétrico, optou-se por criar o conceito de vapor equivalente. Uma unidade de vapor equivalente corresponde à média ponderada das entalpias de vaporização de cada uma das substâncias (água e etanol), nas quantidades coletadas no destilado ao final de um ciclo de operação. Essa energia foi dividida pelo valor da entalpia de vaporização da água sob 2,5 bar de pressão (vapor de escape). Os valores das entalpias de vaporização foram tomados nas temperaturas normais de ebulição da água e do etanol. A equação 26 representa o resumo dos cálculos e os valores para o processo industrial foram tirados da literatura (CAMARGO, 1990).

$$\begin{aligned}
 & \text{Vapor}_{\text{equivalente}} \left[\frac{\text{kg de vapor equivalente}}{\text{kg de vinho}} \right] & (26) \\
 & = \frac{\text{Massa}_{\text{etanol}}^{\text{coletada}} [\text{kg}] \times \Delta H_V^{\text{etanol}} [\text{kJ/kg}] + \text{Massa}_{\text{água}}^{\text{coletada}} [\text{kg}] \times \Delta H_V^{\text{água}} [\text{kJ/kg}]}{\text{Carga} [\text{kg}] \times 2451,56 \left[\frac{\text{kJ}}{\text{kg}} \text{vapor}^{2,5\text{bar}} \right]}
 \end{aligned}$$

3.6.3 ESTIMATIVA DE VINHAÇA EQUIVALENTE

A geração de vinhaça teórica foi calculada pela equação 27 a partir de dados da literatura (CAMARGO, 1990). Ela relaciona a massa de vinhaça produzida por unidade de etanol que sai na flegma e o etanol de segunda.

$$\text{Geração de vinhaça}_{\text{teórica}} \left[\frac{\text{kg de vinhaça}}{\text{kg de etanol}} \right] = \frac{\text{Vinhaça produzida}}{\text{Etanol}_{\text{coletado}}} \quad (27)$$

A geração do equivalente de vinhaça, por tratar-se de uma mistura hidroalcolica, é calculado pela equação 28:

$$\begin{aligned}
 & \text{Geração de vinhaça}_{\text{experimental}} \left[\frac{\text{kg de vinhaça}}{\text{kg de etanol}} \right] & (28) \\
 & = \frac{\text{Massa}_{\text{inicial}} - \text{Massa}_{\text{coletada}}}{\text{Etanol}_{\text{coletado}}} [\text{kg}]
 \end{aligned}$$

A base de cálculo de 1 kg de etanol destilado permite a comparação dos resultados obtidos com as equações 27 e 28.

3.7 MODELAGEM DO PROCESSO

Para efeito de comparação de tendências e resultados, utilizou-se uma simulação em arquivo do *Microsoft Excel* com programação na linguagem *Visual Basic for Applications* (VAN EYKEN, 2015). A modelagem segue a de uma destilação adiabática instantânea clássica. Entretanto, pela existência do refluxo da fase líquida, a natureza transiente do processo promove a necessidade de modificações.

Na modelagem do processo em estudo, a quantidade de matéria F alimentada no

destilador adiabático é conhecida, assim como a sua fração molar. A alimentação se divide em duas fases, a líquida L com fração molar x_i e a vapor V com fração molar y_i . Assim, o balanço de massa por componente é representado por:

$$F = V + L \quad (29)$$

e

$$Fz_i = Vy_i + Lx_i \quad (30)$$

Rearranjando:

$$y_i = \frac{F}{V}z_i - \frac{L}{V}x_i \quad (31)$$

Definindo $\beta = \frac{V}{F}$ e substituindo na expressão 31, tem-se que:

$$y_i = \frac{z_i}{\beta} + \frac{\beta - 1}{\beta}x_i \quad (32)$$

Definindo $K_i = \frac{y_i}{x_i}$, pode-se calcular fração molar na fase líquida por:

$$x_i = \frac{z_i}{\beta(K_i - 1) + 1} \quad (33)$$

A fração molar na fase vapor é calculada pela equação 34:

$$y_i = \frac{k_i z_i}{\beta(K_i - 1) + 1} \quad (2)$$

A formulação de Rachford e Rice (1952) para melhor convergência resulta na equação 35.

$$\sum_i y_i - \sum_i x_i = 0 \quad (3)$$

ou seja:

$$\sum_i \frac{k_i z_i}{\beta(K_i - 1) + 1} - \sum_i \frac{z_i}{\beta(K_i - 1) + 1} = 0 \quad (36)$$

Com isso, encontra-se a variável de processo β . O balanço de energia é dado pela equação 37:

$$Fh_F = Lh_L + VH_V + Q \quad (4)$$

Substituindo-se a variável β e levando em consideração que o sistema é adiabático, tem-se a equação 38:

$$Fh_f = \beta H_V + (1 - \beta) h_L \quad (38)$$

Os valores de h_F , h_L e H_V são dados pelas equações 39 a 41:

$$h_F = \sum_i z_i \bar{Cp}_i (T - T_{ref}) \quad (39)$$

$$h_L = \sum_i x_i \bar{Cp}_i (T - T_{ref}) \quad (40)$$

$$\beta H_V = \beta h_L + \sum_i y_i \Delta H_{Vi} \quad (41)$$

onde \bar{Cp}_i é a capacidade calorífica do componente i na entrada do *flash* e na fase líquida, T é a temperatura de entrada do sistema e T_{ref} é uma temperatura de referência. ΔH_{Vi} é o calor de vaporização da mistura.

Desta forma chega-se em uma função objetivo dada pela equação 42:

$$h_F - \beta H_V + (1 - \beta) h_L = 0 \quad (42)$$

Para a bomba centrífuga, o balanço de energia é dado pela equação (43):

$$H = E_f - E_i + lw \quad (43)$$

onde H é a energia fornecida pela bomba, E_f e E_i as energias na saída e na entrada da

bomba, respectivamente, e lw a energia perdida pelo líquido por atrito com as paredes da tubulação ou acessórios do sistema.

A energia mecânica de um líquido em um ponto qualquer da tubulação (E) é dado pela equação 44:

$$E = \frac{P}{\rho g} + \frac{v^2}{2g} + z \quad (44)$$

onde P é a pressão do líquido, v é a velocidade do líquido, z é a altura em relação a um referencial, g é a aceleração da gravidade e ρ é a densidade do líquido.

A perda de carga (lw) pode ser calculada pela equação de Darcy (45):

$$lw = f \frac{L + \sum L_{eq}}{D} \frac{v^2}{2g} \quad (45)$$

onde L é o comprimento total da tubulação, $\sum L_{eq}$ é a soma dos comprimentos equivalentes dos acessórios da tubulação, D é o diâmetro da tubulação e f é o fator de atrito, podendo ser calculado pela Fórmula de Swamee-Jain (46):

$$f = \frac{0,25}{\left[\log_{10} \left(\frac{\varepsilon}{3,7D} + \frac{5,74}{Re^{0,9}} \right) \right]^2} \quad (46)$$

onde ε é a rugosidade da parede interna da tubulação e Re é o Número de Reynolds. Para o cálculo da perda de carga através da placa de orifícios (lw_o), utilizou-se a equação 47:

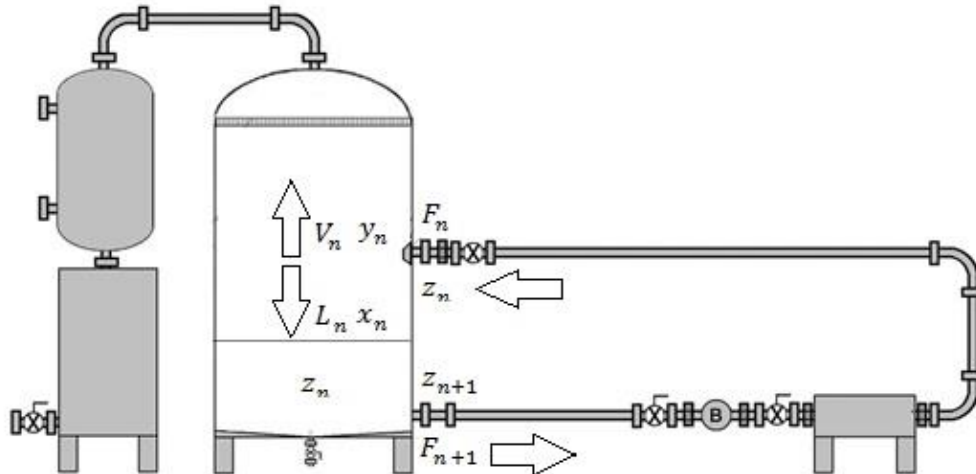
$$lw_o = \frac{8}{n^2 g} \left(\frac{Q}{n} \right)^2 \left[\frac{1}{D_o^4} - \frac{1}{D^4} \right] \quad (47)$$

onde Q é a vazão volumétrica, n é o número de orifícios da placa e D_o é o diâmetro dos orifícios.

3.8 NATUREZA TRANSIENTE DA DESTILAÇÃO

Como citado anteriormente, o diferencial deste trabalho é que o *flash* opera de forma que a corrente de líquido retorna para a alimentação, gerando um regime transiente, onde a composição muda com o tempo. Este funcionamento está representado na Figura 13.

Figura 10: Esquema de funcionamento de um tambor *flash* em regime transiente.



Fonte: Elaboração própria (2016).

A corrente de entrada F_n de composição z_n , num primeiro momento, forma a corrente de líquido L_n de composição x_n e a corrente de vapor V_n de composição y_n . Nesse momento, a composição da piscina de líquido no interior do *flash* é a composição inicial z_n e, quando ocorre a formação da fase líquida e esta se junta à piscina existente, a composição será uma mistura entre a fração inicial z_n e a corrente de líquido formada, x_n , sendo assim, num momento subsequente, a corrente de alimentação F_{n+1} passará a ter uma composição z_{n+1} . Assim, para o regime transiente a modelagem utiliza as seguintes equações:

$$F(t) = L(t) + V(t) \quad (48)$$

$$Fz_i(t) = Vy_i(t) + Lx_i(t) \quad (49)$$

$$\frac{dN}{dt} = -V(t) \quad (50)$$

Onde N é a quantidade de mols de mistura.

$$\frac{d(Nz_i)}{dt} = -Vy_i(t) \quad (51)$$

Para o componente 1, tem-se que:

$$\frac{d(Nz_1)}{dt} = Lx_1(t) - Fz_1(t) \quad (52)$$

$$\frac{Ndz_1}{dt} + \frac{z_1dN}{dt} = Lx_1(t) - Fz_1(t) \quad (53)$$

No entanto:

$$\frac{dN}{dt} = L(t) - F(t) \quad (54)$$

Rearranjando, tem-se que:

$$\frac{dz_1}{dt} = \frac{L}{N}z_1(t) - \frac{L}{N}z_1(t) \quad (55)$$

O método utilizado para o cálculo da nova composição de entrada foi o método Runge Kutta de 4ª Ordem.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são avaliados os efeitos da carga inicial, porcentagem de etanol na solução alimentada e pressão de entrada na recuperação de etanol e na quantidade e qualidade do resíduo (vinhaça) gerado, bem como do consumo energético da etapa proposta.

4.1 ANÁLISE COMPARATIVA

Para facilitar a identificação de cada Experimento, a nomenclatura foi definida de acordo com as nomenclaturas da Tabela 7. A nomenclatura utiliza a letra E seguida dos valores nominais da massa inicial e da concentração inicial. Os algarismos finais indicam o número de furos do bocal de entrada.

Tabela 4: Nomenclatura dos Experimentos segundo as condições de operação.

Carga inicial (kg)	Fração mássica inicial de etanol (%)	Orifícios	Nomenclatura
40	10	8	E40.10.08
40	7	8	E40.07.08
40	4	8	E40.04.08
80	7	8	E80.07.08
80	7	4	E80.07.04

Fonte: Elaboração própria (2016).

4.1.1 EFEITO DA CARGA INICIAL DE ETANOL

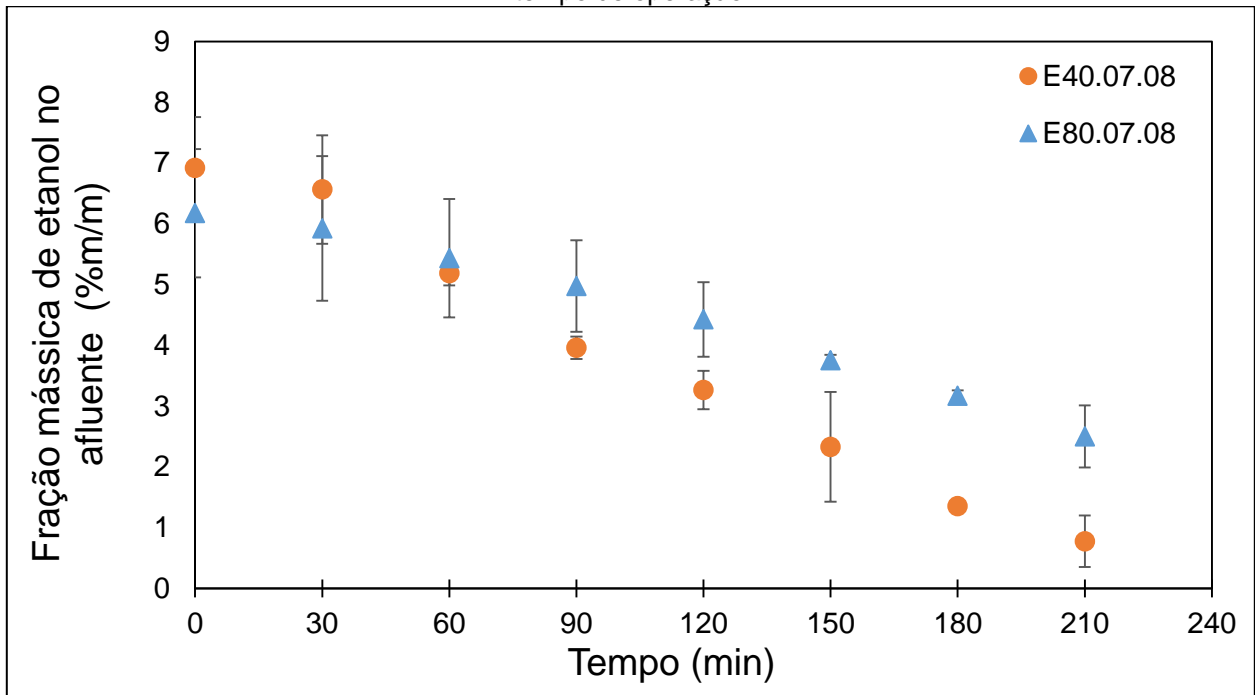
Para analisar o efeito da massa inicial de etanol foi realizado um comparativo entre os Experimentos E40.07.08 e E80.07.08. Cada um dos Experimentos foi realizado em triplicata e a média e o desvio-padrão entre os ensaios foram calculados. Após a mistura, mediram-se as concentrações de 6,17% de etanol m/m no Experimento E80.07.08 e 6,92% no Experimento E40.07.08 (Tabelas B6 e B12 do Apêndice). Nominalmente as concentrações foram 7%.

As medidas de concentração ao longo do Experimento foram realizadas em intervalos de 30 minutos, através de medidas do índice de refração e cromatografia para aferição de eventuais imprecisões nas medidas. Os dados de frações mássicas do etanol

no afluente em função do tempo são mostrados no Gráfico 5. O Gráfico 6 mostra as mesmas frações no destilado.

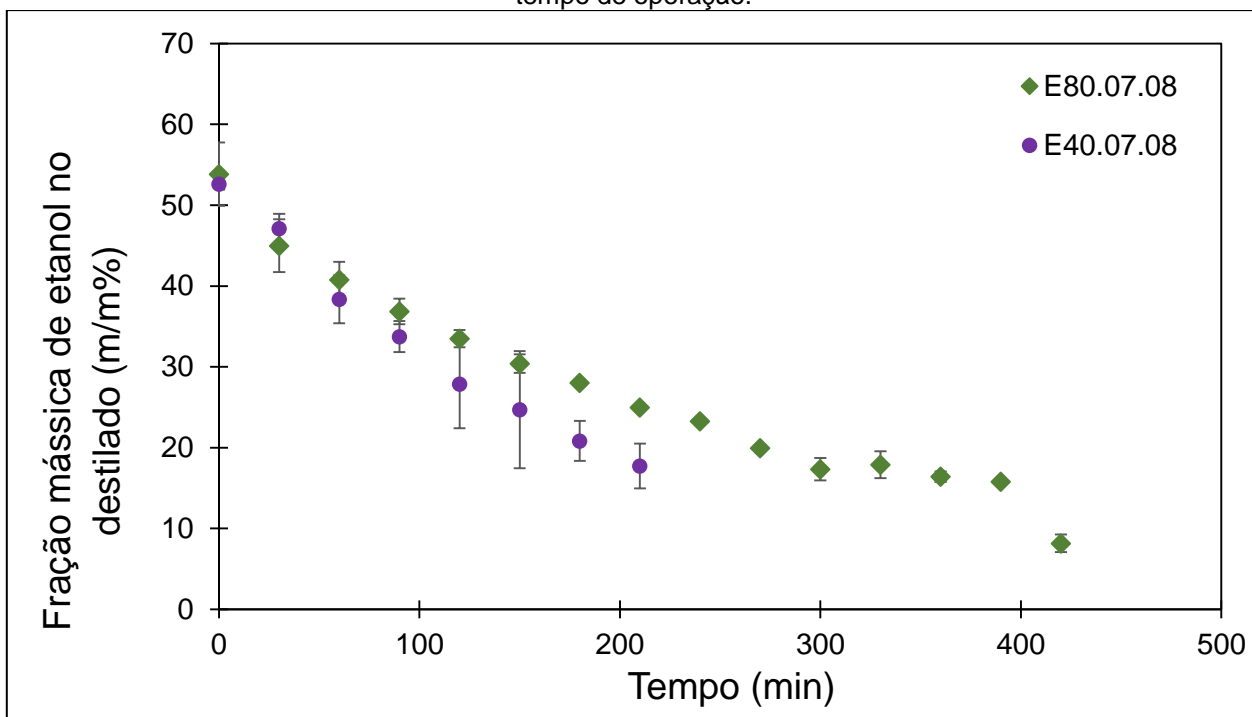
O Gráfico 5 evidencia que, apesar dos pontos apresentarem tendência de queda, o que é esperado, o decaimento dos pontos associado à taxa de evaporação, é maior para a massa inicial de 40kg. Esse efeito pode ser atribuído ao menor volume de líquido no tambor, o que provoca uma menor energia potencial a montante da bomba, deslocando a curva do sistema para cima e o ponto de operação da bomba para vazões menores. Como a carga térmica no trocador é constante, a energia transferida por unidade de massa de líquido é maior para vazões menores, com decorrente aumento da taxa de evaporação por tratar-se de expansão isoentálpica.

Gráfico 5: Fração de etanol no afluente para os Experimentos E40.07.08 e E80.07.08 em função do tempo de operação.



Fonte: Dados da pesquisa (2015).

Gráfico 6: Fração de etanol no destilado para os Experimentos E40.07.08 e E80.07.08 em função do tempo de operação.



Fonte: Dados da pesquisa (2015).

Tabela 8: Comparativo entre a literatura e os Experimentos E40.07.08 e E80.07.08 em relação à vinhaça gerada, recuperação de etanol e consumo energético.

	Literatura	E40.07.08	E80.07.08
Vinhaça gerada $\left(\frac{kg_{vinhaça}}{kg_{etanol\ produzido}}\right)$	16,82	4,75	10,43
Recuperação de etanol (%)	97,8	99,91	96,70
Consumo energético $\left(\frac{kg_{vapor}}{kg_{vinho}}\right)$	0,20	0,58	0,31

Fonte: Dados da pesquisa (2016).

Para Camargo (1990) a relação do consumo energético é em torno de 0,20 kg_{vapor}/kg_{vinho} para uma recuperação de 97,80% de etanol. No Experimento E80.07.08 foi obtido 0,31 kg_{vapor}/kg_{vinho} para uma recuperação de 96,70% de etanol e no Experimento E40.07.08, 0,58 kg_{vapor}/kg_{vinho} para uma recuperação de 99,91% de etanol. Isso significa que nos dois Experimentos o consumo de energia foi maior que o da literatura, no entanto a recuperação de etanol foi maior.

Quanto à geração de vinhaça, segundo Camargo (1990) a geração média é de 16,82 $kg_{vinhaça}/kg_{etanol\ produzido}$. No Experimento E80.07.08, uma relação 10,43 $kg_{vinhaça}/kg_{etanol\ produzido}$ foi obtida e no Experimento E40.07.08 foi obtida uma relação de 4,75 $kg_{vinhaça}/kg_{etanol\ produzido}$. Ou seja, obteve-se uma captação de água de reuso em

relação à literatura 38% superior no Experimento E80.07.08 e no Experimento E40.07.08 a água de reuso obtida foi de 71,75%.

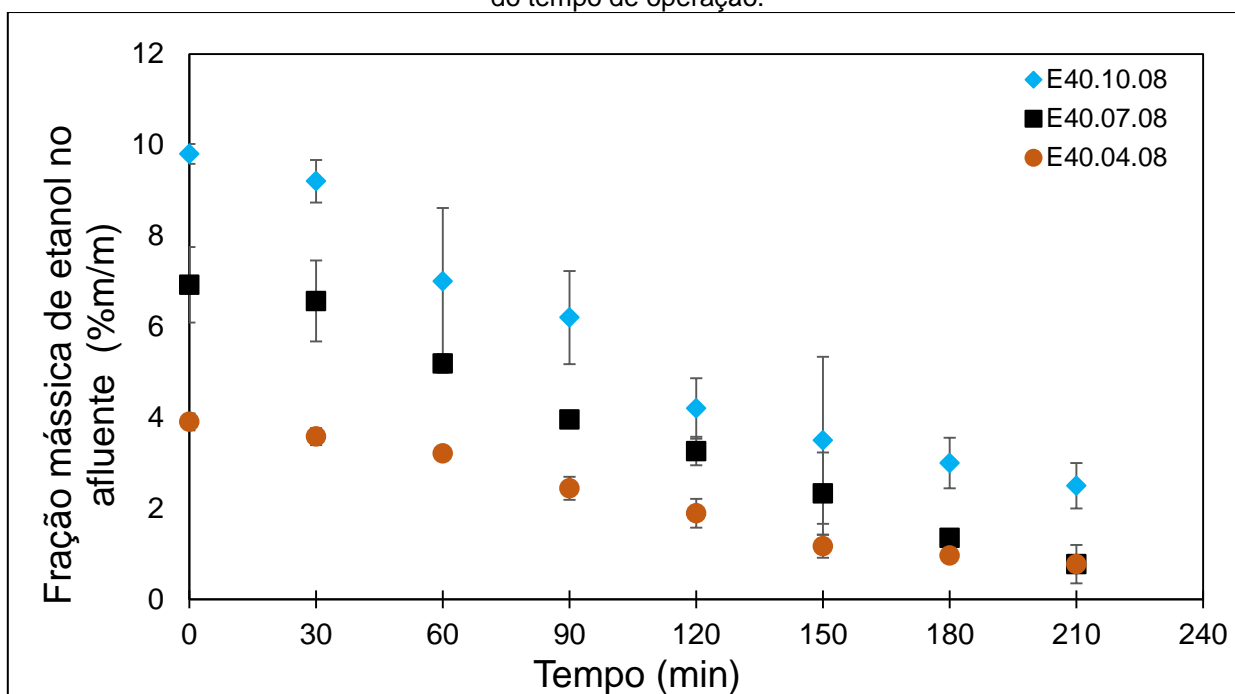
Sendo assim, as condições favoráveis para a menor geração de vinhaça, foram as condições do Experimento E40.07.08.

4.1.2 EFEITO DA FRAÇÃO MÁSSICA INICIAL DE ETANOL

Para analisar o efeito da fração mássica inicial de etanol foi realizado um comparativo entre os Experimentos E40.10.08, E40.07.08 e E40.04.08.

Cada um desses experimentos foi realizado em triplicata (A, B e C). As médias das triplicatas das frações mássicas foram respectivamente: 9,8% de etanol m/m no Experimento E40.10.08, 6,9% no Experimento E40.07.08 e 3,9% no Experimento E40.04.08 (Tabelas B3, B6 e B9 do Apêndice). A evolução temporal das médias das frações na corrente afluyente é mostrada no Gráfico 7.

Gráfico 7: Variação da fração de etanol no afluyente para diferentes frações iniciais nominais em função do tempo de operação.

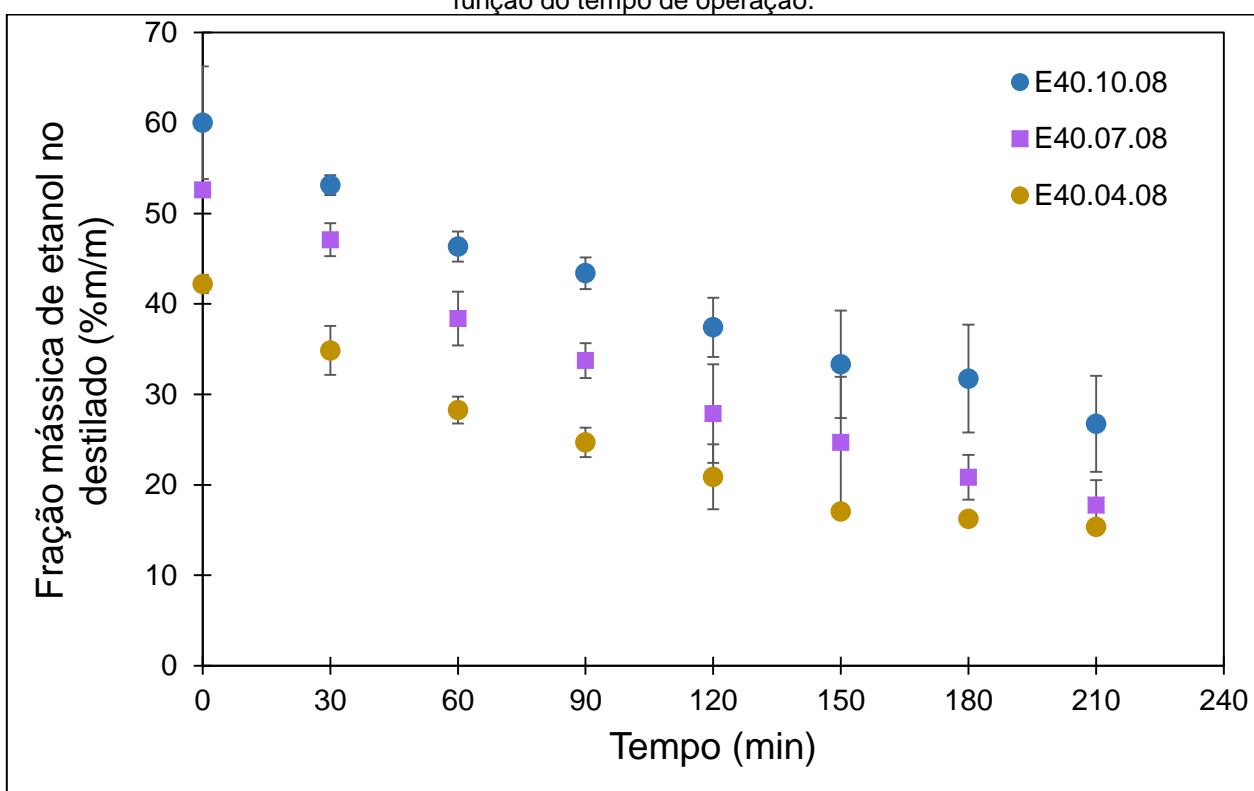


Fonte: Dados da pesquisa (2015).

Nota-se no Gráfico 8 que o decaimento esperado tem uma tendência assintótica.

As concentrações de 7% e 4% chegam à igualdade no intervalo de 210 minutos e a concentração de 10% mostra a mesma tendência. Como a massa inicial foi a mesma (40 kg), fica evidente que a taxa de evaporação é função da concentração de etanol no líquido. A tendência assintótica da fração nominal 10% parece ser interrompida por volta de 150 minutos, sugerindo um efeito de refluxo interno do vapor graças à maior quantidade de etanol presente no líquido inicial.

Gráfico 8: Fração de etanol no destilado para os Experimentos E40.10.08, E40.7.08 e E40.04.08 em função do tempo de operação.



Fonte: Dados da pesquisa (2015).

Nota-se que também para este caso, apesar da concentração inicial variar, a tendência seguida é a mesma para todos os casos (Tabelas C1 a C6 do Apêndice).

Por meio da simulação foi possível obter uma perspectiva sobre a geração de vinhaça e, conseqüentemente, a recuperação de água, a recuperação de etanol e o consumo energético. Esses dados podem ser observados na Tabela 9:

Tabela 5: Comparativo entre a literatura e os Experimentos E40.10.08, E40.07.08 e E40.04.08 em relação à vinhaça gerada, recuperação de etanol e consumo energético.

	Literatura	E40.10.08	E40.07.08	E40.04.08
Vinhaça gerada $\left(\frac{kg_{vinhaça}}{kg_{etanol\ produzido}}\right)$	16,8	3,02	4,75	10,16
Recuperação de etanol (%)	97,8	99,93	99,91	99,81
Consumo energético $\left(\frac{kg_{vapor}}{kg_{vinho}}\right)$	0,20	0,59	0,58	0,53

Fonte: Dados da pesquisa (2016).

Para Camargo (1990), a relação do consumo energético é em torno de 0,20 kg_{vapor}/kg_{vinho}. No Experimento E40.10.08 foi obtido 0,59 kg_{vapor}/kg_{vinho}, no Experimento E40.07.08 foi obtido 0,58 kg_{vapor}/kg_{vinho} e no Experimento E40.04.08 foi obtido 0,53 kg_{vapor}/kg_{vinho}. Isso significa que em todos os Experimentos o consumo energético foi maior em relação ao da literatura.

Quanto à geração de vinhaça, segundo Camargo (1990) a geração média é de 16,82 kg_{vinhaça}/kg_{etanol produzido}. No Experimento E40.10.08, uma relação 3,02 kg_{vinhaça}/kg_{etanol produzido} foi obtida. No Experimento E40.07.08 foi obtida uma relação de 4,75 kg_{vinhaça}/kg_{etanol produzido} e no Experimento E40.04.08, uma relação de 10,16 kg_{vinhaça}/kg_{etanol produzido}. Ou seja, obteve-se uma captação de água de reuso em relação à literatura 82% superior em relação ao Experimento E40.10.08. No Experimento E40.07.08 a água de reuso obtida foi de 71,75% superior e no Experimento E40.04.08 foi gerada quase 40% mais vinhaças.

Ao comparar esses três Experimentos, conclui-se que as melhores condições de operação para minimizar a geração de vinhaça são as condições do Experimento E40.10.08. Observou-se que para vinhos mais ricos em etanol, a geração de vinhaça é menor, obtendo-se valores similares em relação à recuperação de etanol.

4.1.3 INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE ENTRADA NO FLASH

Para analisar o efeito da pressão inicial de entrada no *flash*, foi realizado um comparativo entre os Experimentos E80.07.08 e E80.07.04.

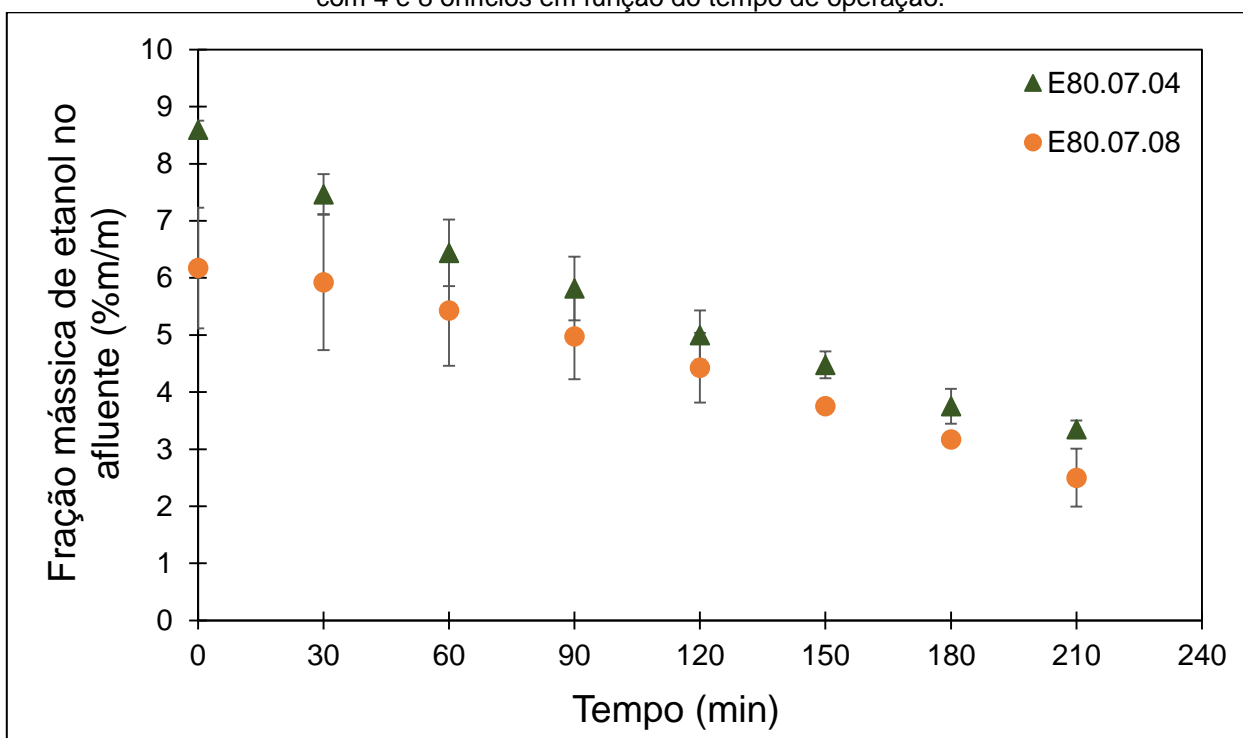
Cada um desses Experimentos foi realizado em triplicata (A, B e C). Uma média entre estes ensaios foi calculada.

Após o tempo de mistura determinado, a coleta inicial indicou a presença de 6,17%

de etanol m/m no Experimento E80.07.08 e 8,60% e no Experimento E40.07.08 (Tabelas B6 e B12 do Apêndice).

O Gráfico 9 ilustra a concentração de etanol no afluente em função do tempo de operação para os dois Experimentos, com 7% m/m de etanol, 80 kg de carga inicial com 4 e 8 orifícios.

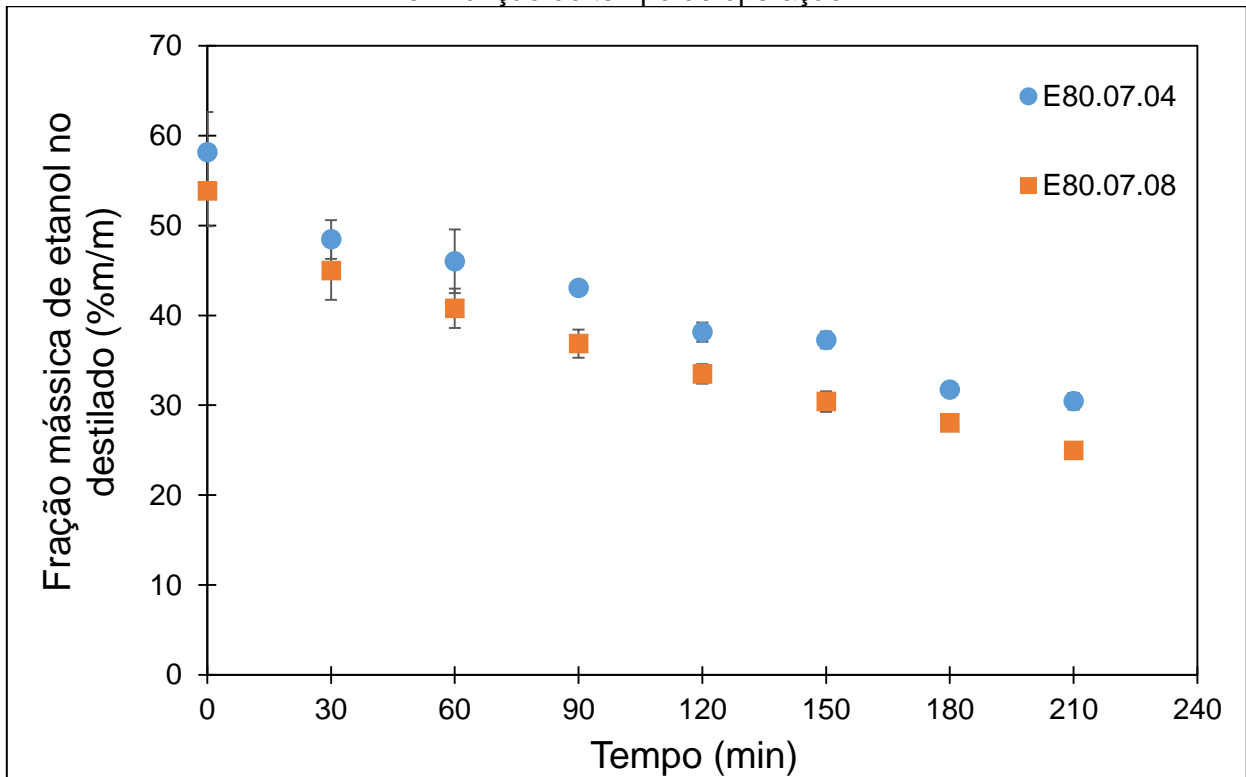
Gráfico 9: Variação da % m/m de etanol no afluente para carga inicial de 80 kg, com 7% m/m de etanol com 4 e 8 orifícios em função do tempo de operação.



Fonte: Dados da pesquisa (2015).

Conforme o etanol é removido do equipamento, a tendência é o vapor ficar mais pobre no mesmo. Esta relação pode ser observada no Gráfico 10 que mostra a variação da % m/m de etanol no afluente e no destilado para as cargas iniciais de 40 e 80 kg em função do tempo de operação (Tabelas C7 a C10 do Apêndice).

Gráfico 10: Fração de etanol no destilado para os Experimentos E80.7.08, E80.7.04 e E40.4.08 em função do tempo de operação.



Fonte: Dados da pesquisa (2015).

Nota-se que, também para este caso, apesar do número de orifícios variar, a tendência seguida é a mesma para todos os casos (Tabelas C2, C4, C7 e C8 do Apêndice).

Através da simulação, foi possível obter uma perspectiva sobre a geração de vinhaça e, conseqüentemente, a recuperação de água, a recuperação de etanol e o consumo energético. Esses dados podem ser observados na Tabela 10:

Tabela 6: Comparativo entre a literatura e os Experimentos E40.10.08, E40.07.08 e E40.04.08 em relação à vinhaça gerada, recuperação de etanol e consumo energético.

	Literatura	E80.07.08	E80.07.04
Vinhaça gerada $\left(\frac{kg_{vinhaça}}{kg_{etanol\ produzido}}\right)$	16,8	10,43	7,49
Recuperação de etanol (%)	97,8	96,7	96
Consumo energético $\left(\frac{kg_{vapor}}{kg_{vinho}}\right)$	0,20	0,31	0,30

Fonte: Dados da pesquisa (2016).

Para Camargo (1990), a relação do consumo energético é em torno de 0,20 kg_{vapor}/kg_{vinho}. No Experimento E80.07.08 foi obtido 0,31 kg_{vapor}/kg_{vinho} e no

Experimento E80.07.04 foi obtido $0,30 \text{ kg}_{\text{vapor}}/\text{kg}_{\text{vinho}}$. Isso significa que nos dois Experimentos o consumo de energia foi maior do que o da literatura, que representa um processo real.

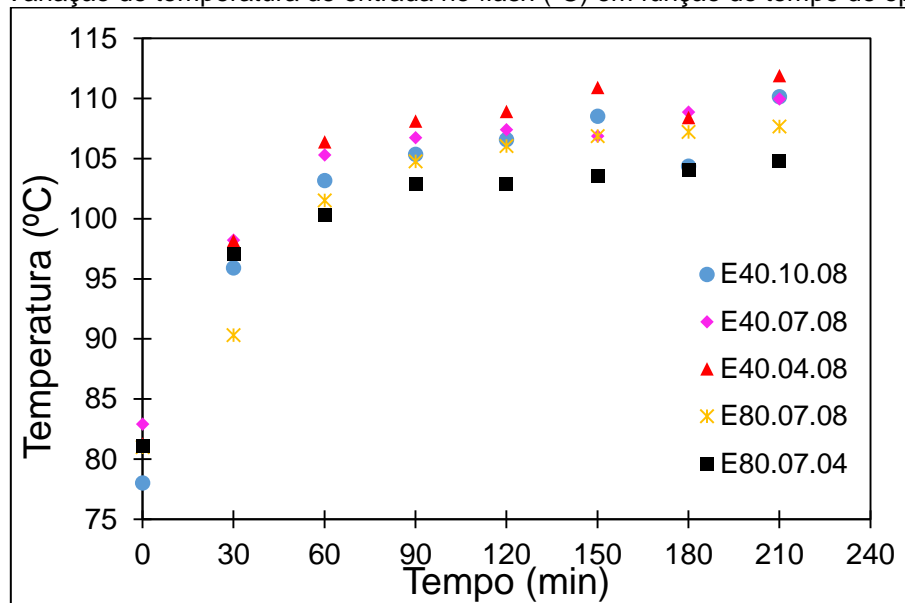
Quanto à geração de vinhaça, segundo Camargo (1990), a geração média é de $16,82 \text{ kg}_{\text{vinhaça}}/\text{kg}_{\text{etanol produzido}}$. No Experimento E80.07.08 foi obtida uma relação $10,43 \text{ kg}_{\text{vinhaça}}/\text{kg}_{\text{etanol produzido}}$ e no Experimento E80.07.04 uma relação de $7,49 \text{ kg}_{\text{vinhaça}}/\text{kg}_{\text{etanol produzido}}$. Ou seja, obteve-se uma captação de água de reuso em relação à literatura 32% maior no Experimento E80.07.08 e no Experimento E80.07.04 a água de reuso obtida foi de 55,5%.

Assim, comparando os dois Experimentos, onde o que os difere é a pressão de entrada, observou-se que o Experimento E80.07.04 gerou menor quantidade de vinhaça, apesar de a recuperação de etanol ter sido inferior em relação ao Experimento E80.07.08. Para as duas condições, a recuperação de etanol foi inferior à citada na literatura.

4.2 COMPORTAMENTOS DA TEMPERATURA E DA PRESSÃO EM FUNÇÃO DO TEMPO DE OPERAÇÃO

Observou-se que a temperatura tende a subir em função do tempo de operação. Isso se deve ao fato de a composição de etanol estar diminuindo no efluente. Assim, quanto menos etanol no interior do equipamento, maior a temperatura de bolha. O Gráfico 11 mostra esse comportamento nos Experimentos de 1 a 5.

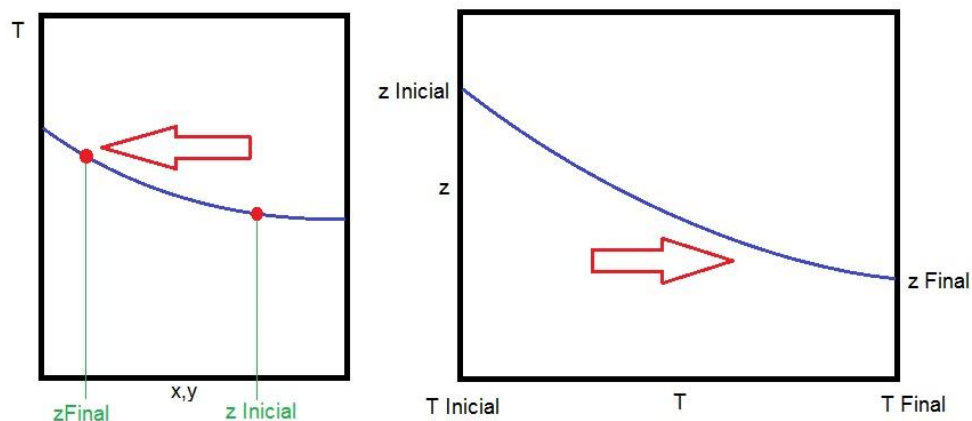
Gráfico 11: Variação de temperatura de entrada no *flash* (°C) em função do tempo de operação (min).



Fonte: Dados da pesquisa (2016).

Com relação à pressão, para todos os ensaios não houve variações significativas. Os valores foram entre 1,1 e 1,6 bar na entrada no *flash*. Esta mínima queda na pressão em função do tempo de operação não foi prevista em simulação, pois não se considerou a variação na altura do nível no interior do equipamento.

Gráfico 12: Variação da fração mássica de etanol na entrada do *flash* em função da temperatura de bolha.



Fonte: Dados da pesquisa (2016).

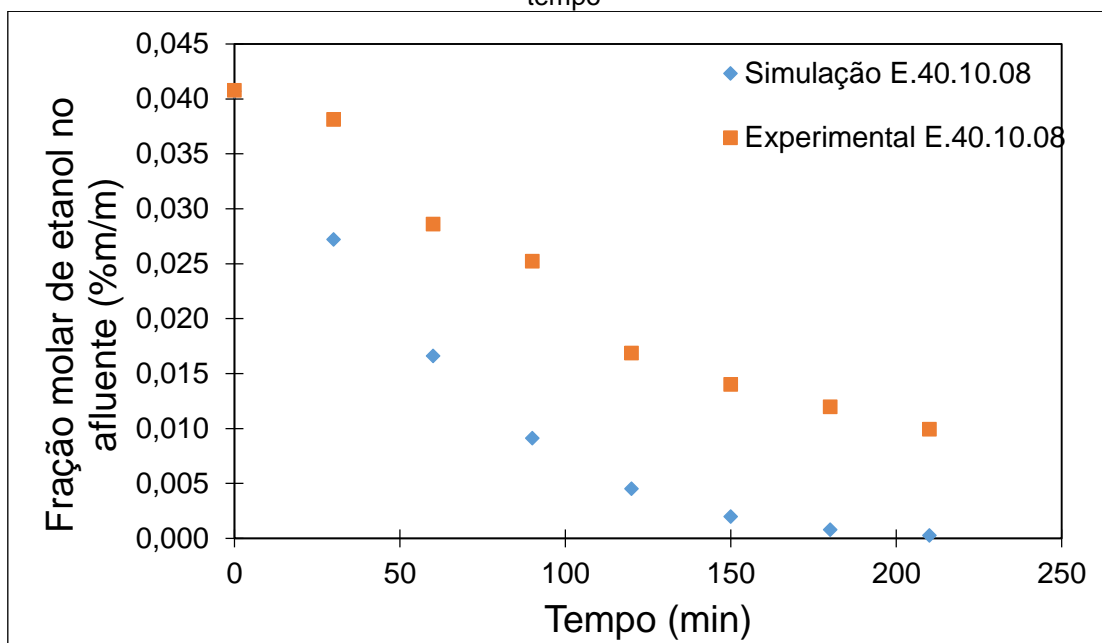
No Gráfico 12 é possível observar o comportamento da fração inicial de entrada do componente 1 em função da temperatura. Quando menor a fração deste componente, maior a temperatura atingida na entrada do *flash*.

4.3 SIMULAÇÃO X EXPERIMENTAL

Ao se comparar os resultados experimentais com os resultados obtidos a partir da modelagem, pode-se perceber desde o Gráfico 13 até o Gráfico 17 que houve um desvio entre os pontos obtidos experimentalmente e os pontos obtidos em simulação.

O Gráfico 13 representa a variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E40.10.08 em função do tempo. Para a mesma fração de etanol, por meio do gráfico, é possível observar que existe um atraso de cerca de 1h30min dos pontos experimentais em relação aos pontos obtidos através da simulação. Este fenômeno pode ser observado em todos os Experimentos.

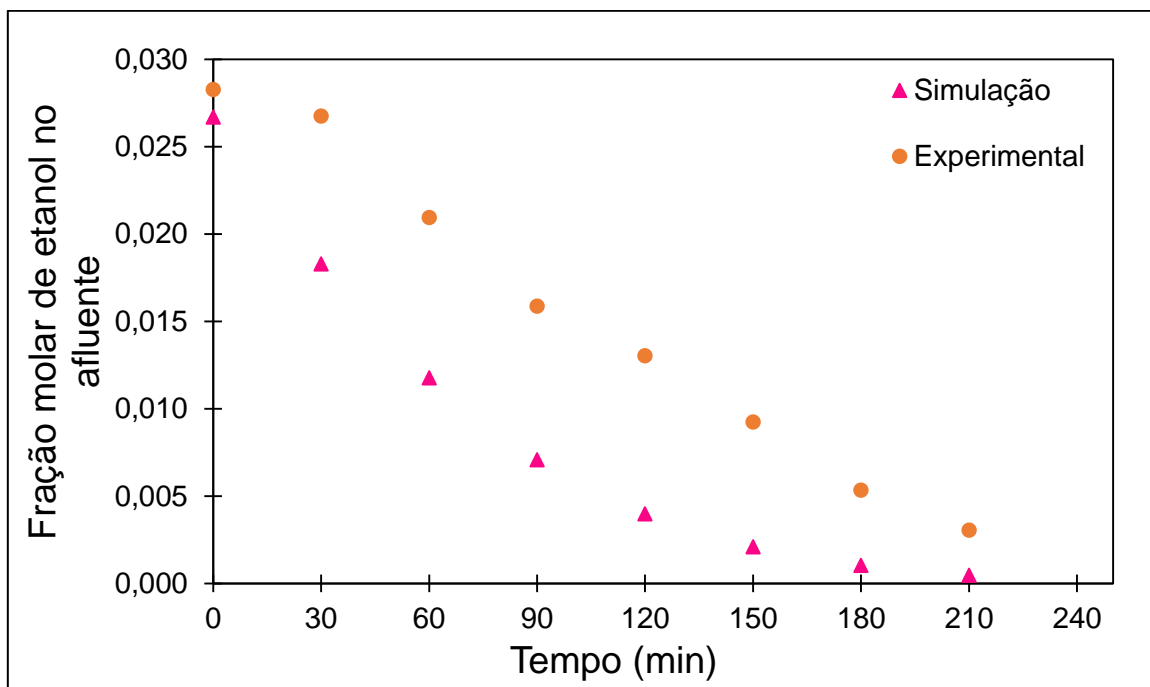
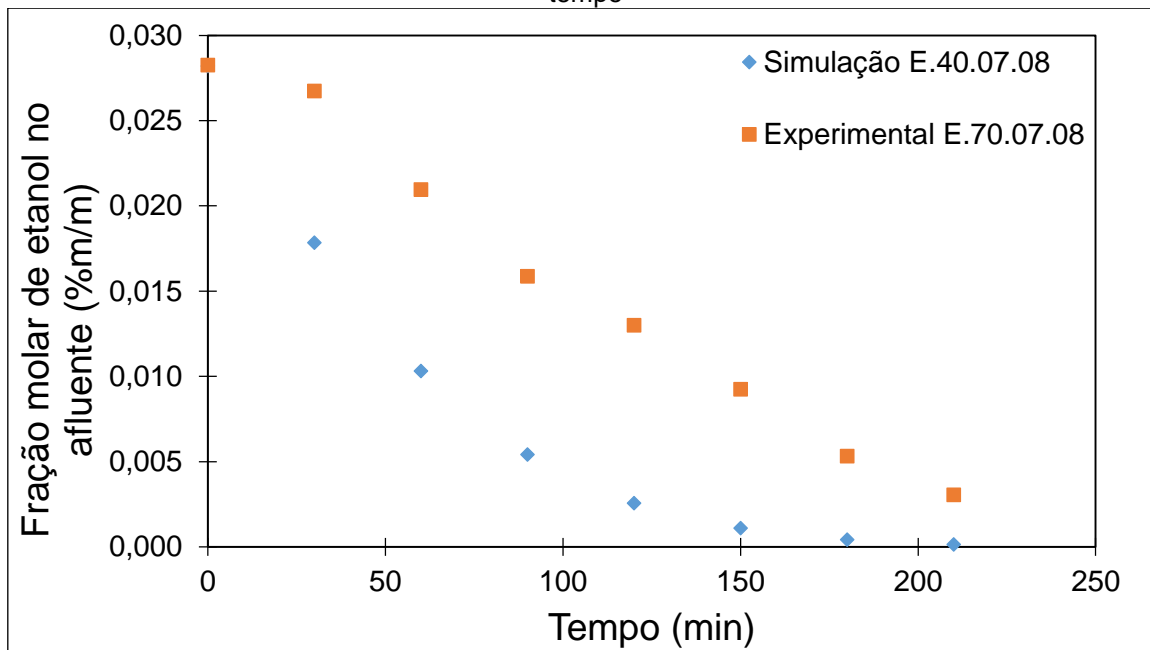
Gráfico 13: Variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E40.10.08 em função do tempo



Fonte: Dados da pesquisa (2016).

O Gráfico 14 representa a variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E40.07.08 em função do tempo.

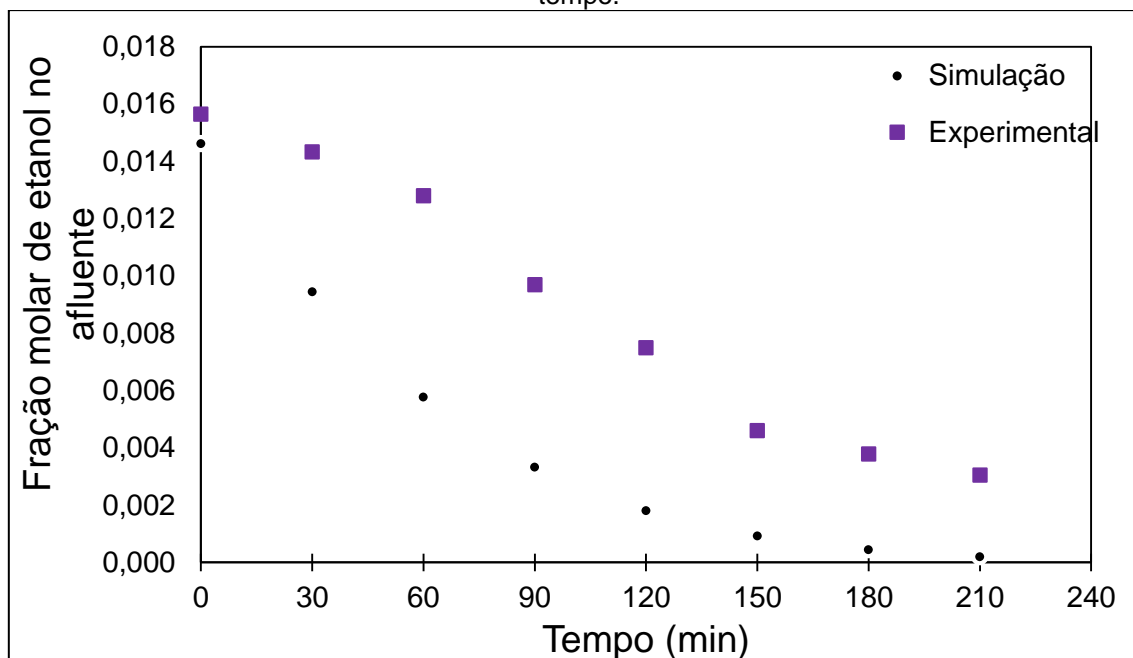
Gráfico 14: Variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E40.07.08 em função do tempo



Fonte: Dados da pesquisa (2015).

O Gráfico 15 representa a variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E40.04.08 em função do tempo.

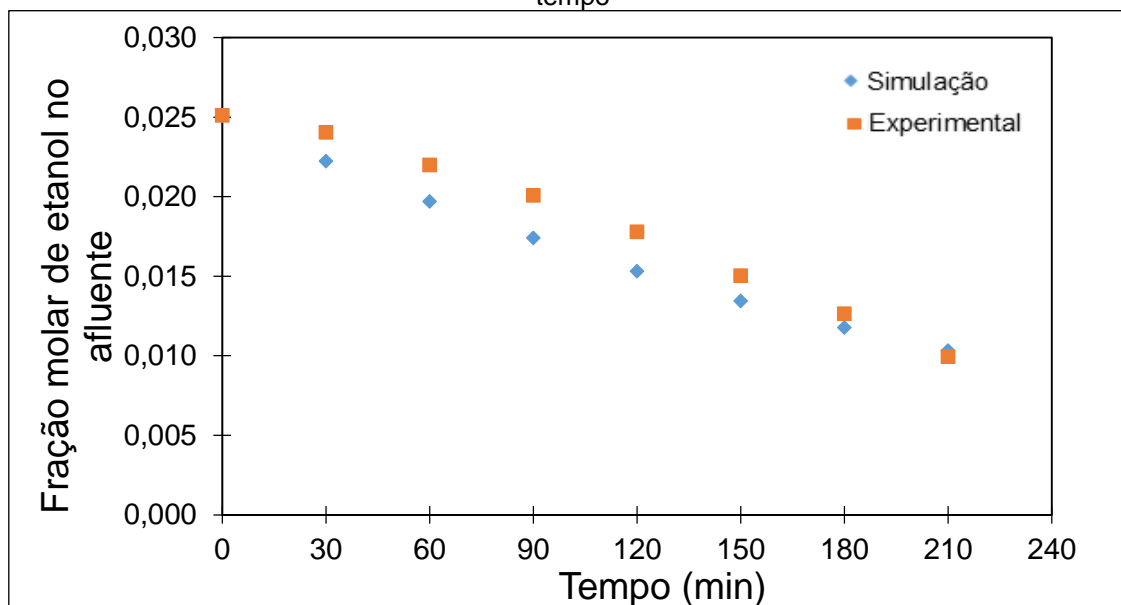
Gráfico 15: Variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E40.04.08 em função do tempo.



Fonte: Dados da pesquisa (2016).

O Gráfico 16 representa a variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E80.07.08 em função do tempo.

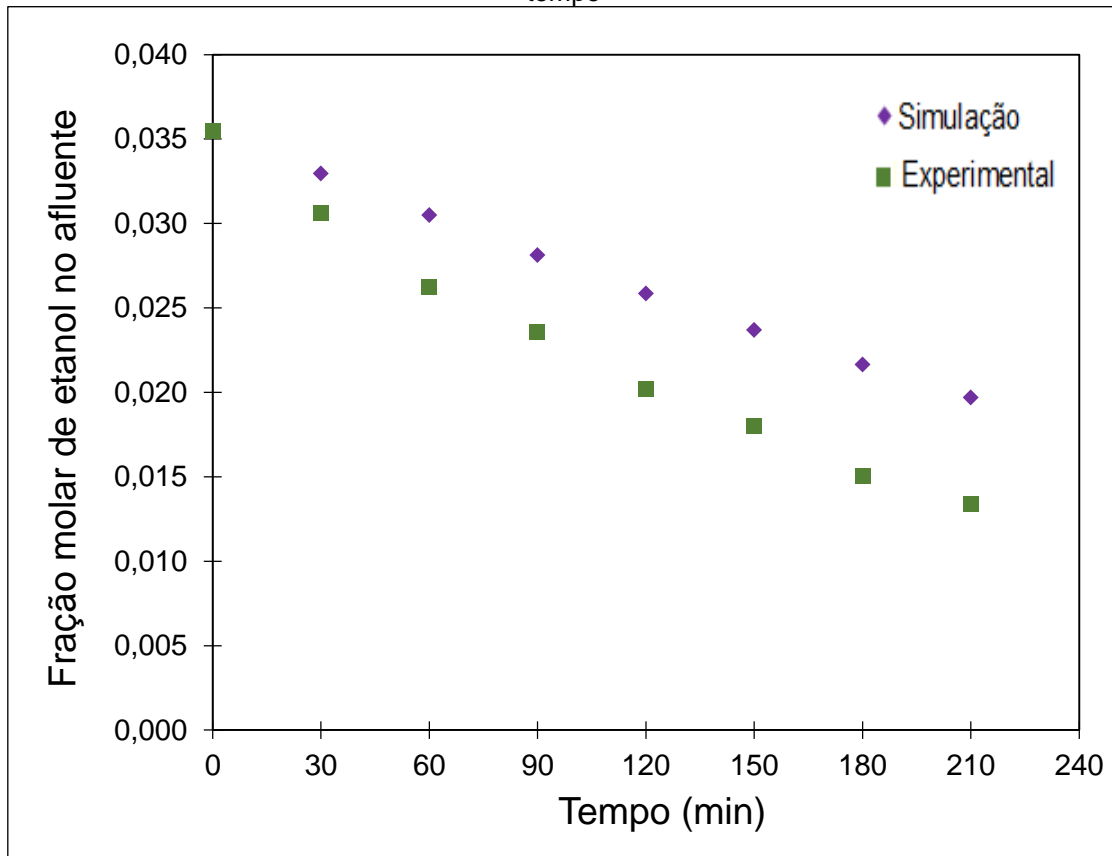
Gráfico 16: Variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E80.07.08 em função do tempo



Fonte: Dados da pesquisa (2016).

O Gráfico 17 representa a variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E80.07.04 em função do tempo.

Gráfico 17: Variação da fração molar de etanol no afluente para o Experimento E80.07.04 em função do tempo

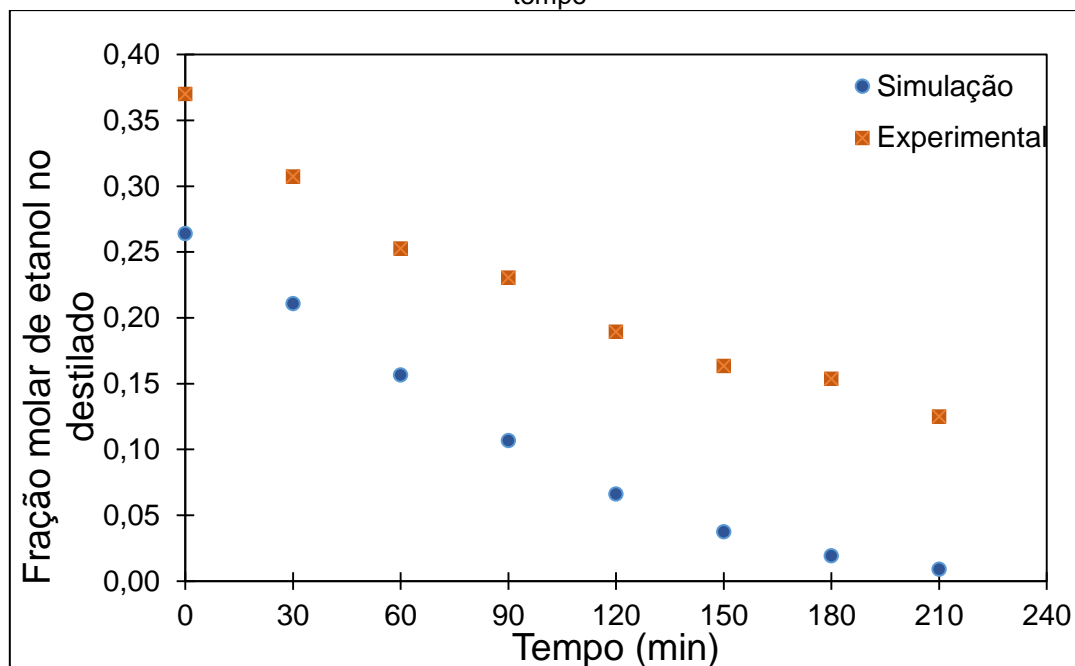


Fonte: Dados da pesquisa (2016).

Para a modelagem, foi considerado um sistema adiabático, no entanto, o sistema real não é adiabático, então ocorre uma condensação nas paredes que não pode ser detectada pela simulação e isto aumenta a fração de etanol no afluente.

Ao realizar a mesma comparação para o destilado, obtêm-se os Gráficos de 18 a 22. O Gráfico 18 representa a variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E40.10.08 em função do tempo.

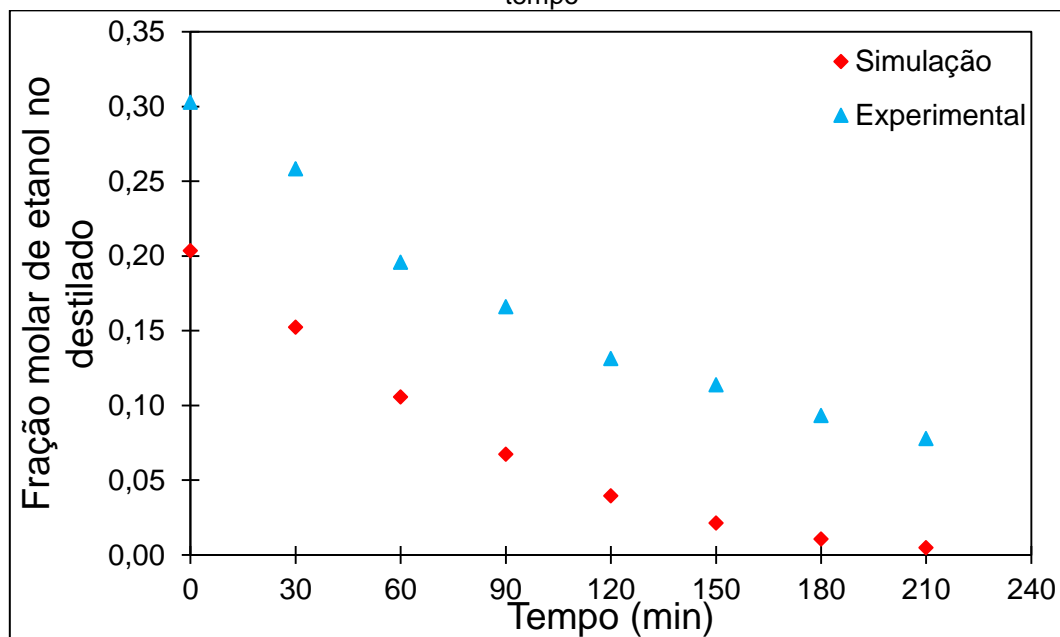
Gráfico 11: Variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E40.10.08 em função do tempo



Fonte: Dados da pesquisa (2016).

O Gráfico 19 representa a variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E40.07.08 em função do tempo.

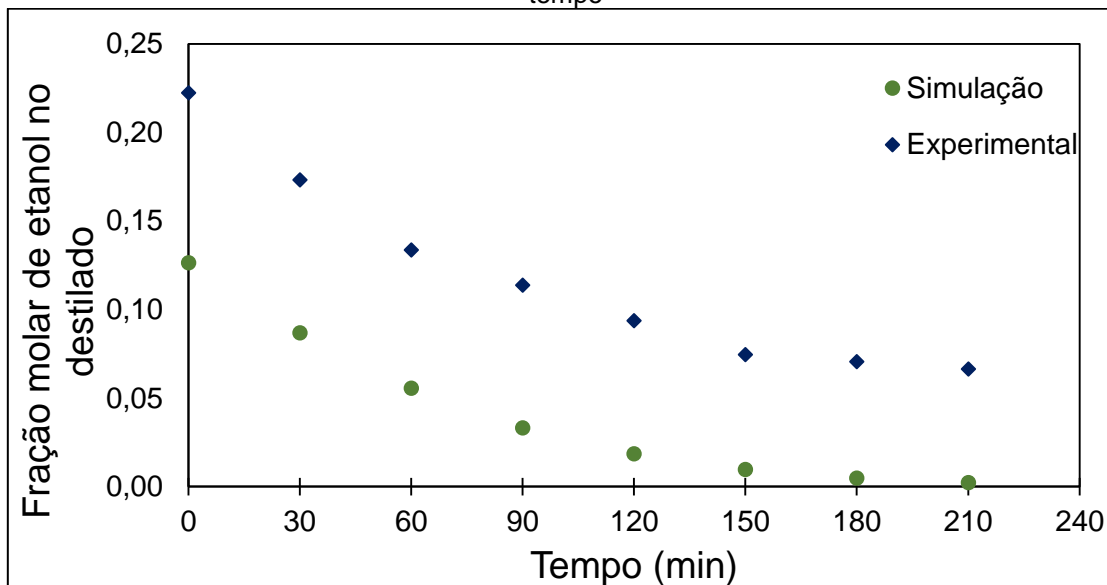
Gráfico 19: Variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E40.07.08 em função do tempo



Fonte: Dados da pesquisa (2016).

O Gráfico 20 representa a variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E40.04.08 em função do tempo.

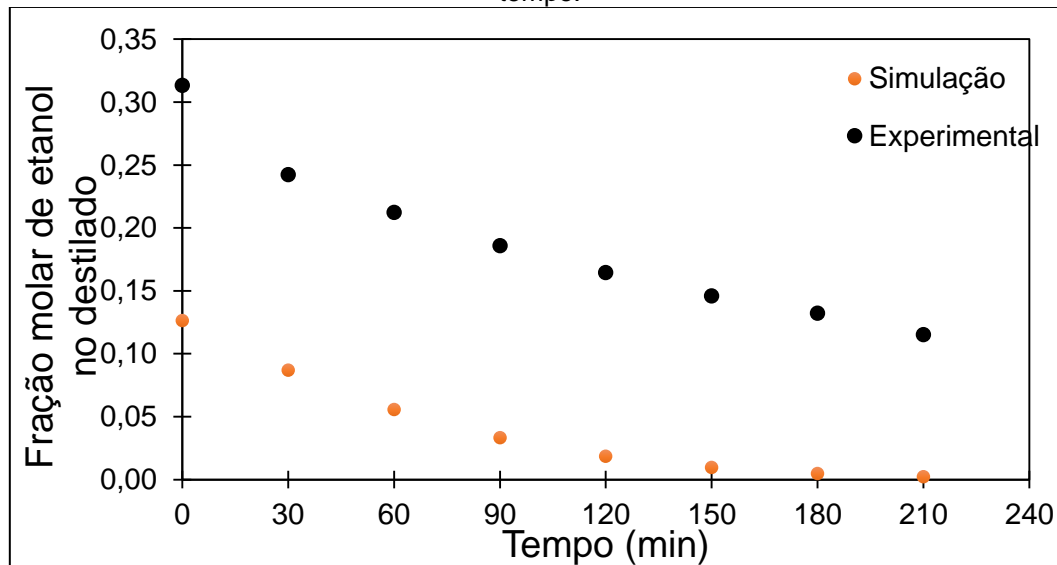
Gráfico 20: Variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E40.04.08 em função do tempo



Fonte: Dados da pesquisa (2016).

O Gráfico 21 representa a variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E80.07.08 em função do tempo.

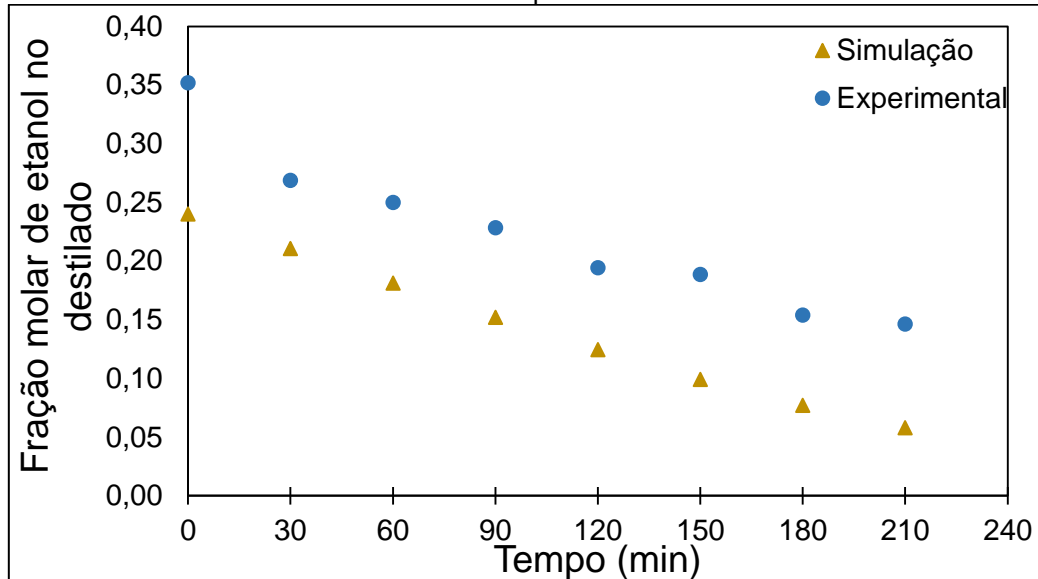
Gráfico 21: Variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E80.07.08 em função do tempo.



Fonte: Dados da pesquisa (2015).

O Gráfico 22 representa a variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E80.07.04 em função do tempo

Gráfico 22: Variação da fração molar de etanol no destilado para o Experimento E80.07.04 em função do tempo.



Fonte: Dados da pesquisa (2016).

O mesmo efeito em relação ao tempo pode ser observado para o destilado, nesse caso, ocorre, pois, Souders e Brown (1934) superdimensiona o espaço vapor, ou seja, o dimensionamento do Modelos de Souders-Brown não é adequado para dimensionar um *flash* em regime transiente. Como o espaço vapor é superdimensionado, ocorre acúmulo de vapor, favorecendo a condensação nas paredes do tambor. Além disso, ocorre um efeito memória, uma vez que o vapor fica acumulado no tambor, por esse motivo a fração de etanol apresenta, também, um atraso em relação à simulação.

O superdimensionamento do espaço vapor pode ser comprovado através da análise da fração mássica de etanol no afluente após encerrar o Experimento.

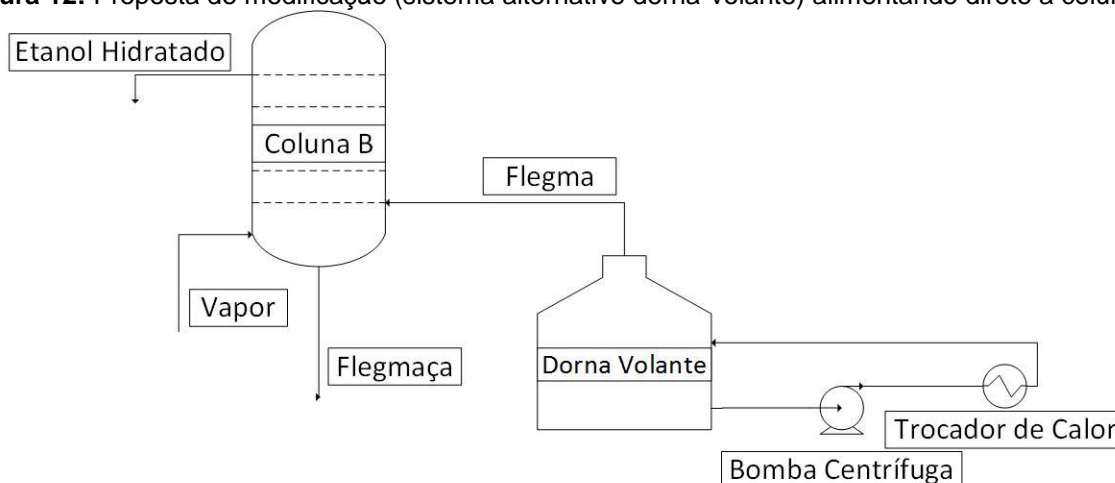
Uma coleta realizada indicou no Experimento E40.10.08, por exemplo, que a fração mássica de etanol na última coleta foi de 2,5% e 24h após o experimento, a fração foi de 2,71%, comprovando o superdimensionamento.

4.4 PROPOSTA DE IMPLEMENTAÇÃO DO EQUIPAMENTO NA INDÚSTRIA

A proposta é a sua utilização nas unidades industriais para recolher o vinho centrifugado e substituir a primeira coluna de destilação. No lugar das atuais dornas volantes, seria colocado o equipamento, que receberia o vinho centrifugado e realizaria a pré-destilação, encaminhando o destilado obtido para a coluna B.

Na figura 14, está esquematizada a primeira proposta de funcionamento na indústria produtora de álcool, onde o vapor obtido é encaminhado diretamente para a coluna B:

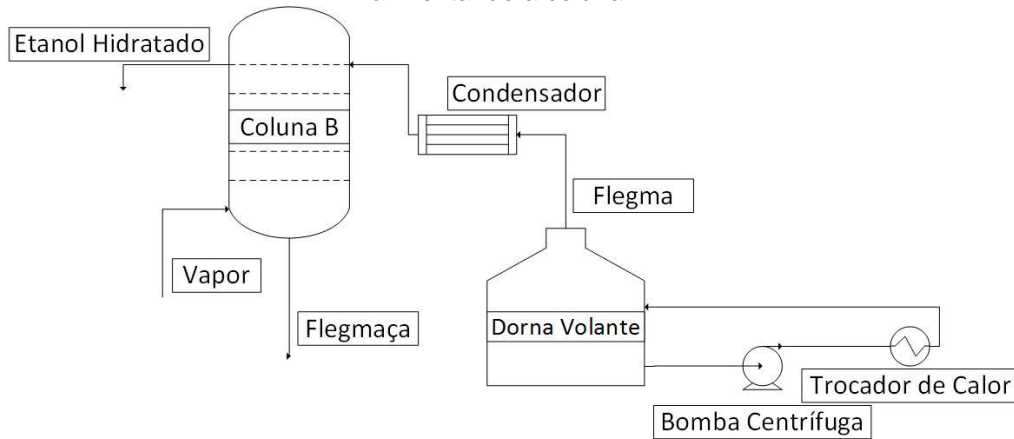
Figura 12: Proposta de modificação (sistema alternativo dorna-volante) alimentando direto a coluna B.



Fonte: Elaboração própria (2015).

É possível também, condensar o vapor obtido antes de encaminhá-lo para a coluna B, como uma segunda proposta:

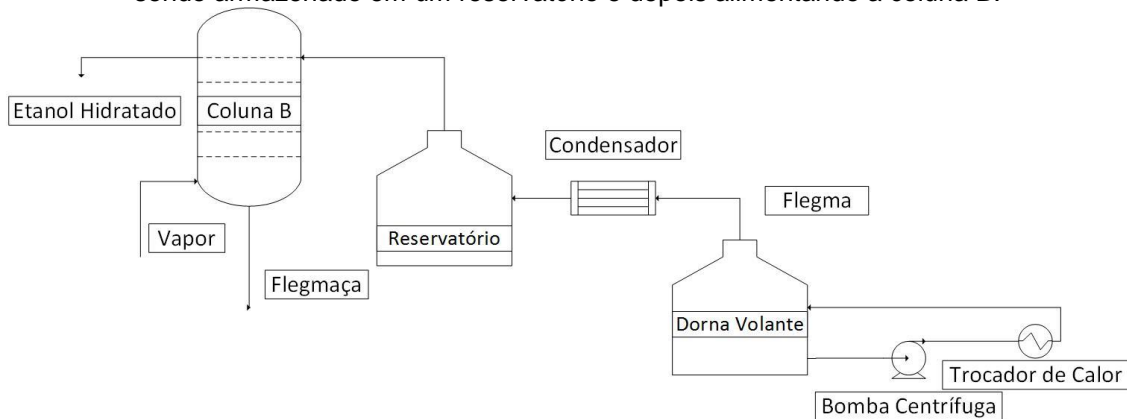
Figura 15: Proposta de modificação (sistema alternativo dorna-volante) passando por um condensador e alimentando a coluna B.



Fonte: Elaboração própria (2015).

Uma terceira proposta, é condensar e encaminhar o destilado para um reservatório antes da coluna B. Este sistema permite que o reservatório receba o destilado de várias dornas adaptadas.

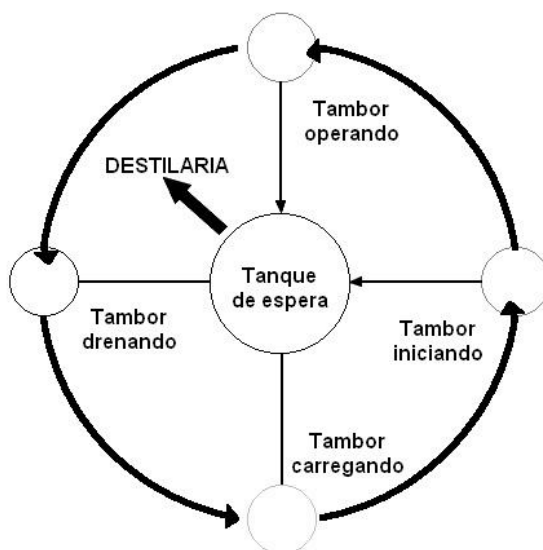
Figura 16: Proposta de modificação (sistema alternativo dorna-volante) passando por um condensador e sendo armazenado em um reservatório e depois alimentando a coluna B.



Fonte: Elaboração própria (2015).

Assim, na existência de um reservatório que receba o destilado, apresentado na terceira proposta, um procedimento operacional em que o sistema pode ser utilizado é mostrado na Figura 17:

Figura 17: Procedimento operacional sugerido.



Fonte: Elaboração própria (2015).

A proposta é a de que funcione num esquema similar à fermentação nas dornas. A nova dorna, nomeada de Tambor, vai receber o vinho delevedurado e destilar o mesmo por destilação *flash*. O tanque é carregado, iniciado e, enquanto ele opera, o destilado obtido é encaminhado para um Tanque de espera. Ao fim do processo, o tambor, que por sua vez possui apenas vinhaça, é drenado e carregado novamente. Enquanto um tambor passa pelo processo de descarga e nova recarga, outro tambor está em funcionamento.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Considerando como ponto chave a redução na geração de vinhaça, as melhores condições de operações foram as do Experimento E40.10.08, com menores cargas iniciais e vinhos mais ricos em etanol. Estas condições proporcionaram uma redução de 82% no volume de vinhaça. Considerando que a concentração de sólidos na vinhaça é de aproximadamente 4%, com a água recuperada a concentração de sólidos na vinhaça passa a ser de 22% com o novo sistema. A água evaporada junto com o etanol será separada na próxima coluna. A recuperação de etanol é em torno de 99,9%. Apesar de ser a melhor condição, sabe-se que industrialmente, a fração mássica média de etanol no vinho é em torno de 7%, sendo assim, para o Experimento E40.07.08, a geração de vinhaça seria quase 72% inferior, gerando uma vinhaça com 14% de sólidos.

Apesar da comparação com os valores citados por Camargo (1990), sabe-se que, atualmente, a indústria produtora de etanol chegou a uma geração de cerca de 12 kg_{vinhaça}/kg_{etanol produzido}, sendo assim, ao se comparar a esses dados, obtém-se com o Experimento E40.07.08, uma redução de cerca de 60,5% no volume de vinhaça com uma concentração de sólidos de 10% de sólidos.

Para estes Experimentos, o mais importante é a quantidade de água de reuso gerada com o equipamento e, com ela, a maior concentração da vinhaça gerada pela destilaria, diminuindo custos de transporte. Sabe-se que em tempos de crise hídrica, água é um bem valioso, indispensável à vida e, por este motivo é uma preocupação, em escala mundial, com a manutenção de fontes de água. Citando como exemplo uma destilaria que tem a produção diária de 500 mil litros de etanol por dia, esta gera cerca de 6 milhões de litros de vinhaça. Com a dorna volante modificada, nas condições do Experimento E40.07.08, constatou-se que a redução no volume de vinhaça gerada é de cerca de 60,2%, ou seja, a cada 500 mil litros de etanol produzido, gera-se 2,3 milhões de litros de vinhaça e cerca de 3,6 milhões litros de água de reuso por dia.

Outra conclusão que foi possível obter com base nos resultados do estudo é que o dimensionamento proposto por Souders e Brown (1934) para tambores *flash* não é adequada para este caso, pois superdimensiona o espaço vapor.

6. SUGESTÃO DE CONTINUIDADE DO TRABALHO

Com base nos resultados obtidos no presente trabalho, propõem-se as seguintes sugestões para continuação do mesmo:

- Substituir a resistência de 3 kW do equipamento por uma resistência de 1,5 kW ou utilizar um controlador de potência;
- Realizar ensaios com vinho formulado;
- Substituir a bomba centrífuga por uma bomba de deslocamento positivo;
- Operar o equipamento utilizando vácuo para remover o vapor no interior do *flash*.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AL-MAYYAH, M. A.; HOADLEY, A. F. A.; RANGAIAH, G. P. Energy optimization of crude oil distillation using different designs of pre-flash drums. **Applied Thermal Engineering**. v. 73, n. 1, p. 1204-1210. dec., 2014.

ALY, K., ESMAIL, E. Refractive Index of Salt Water: Effect of Temperature. Elsevier **Science Publishers**, Egito, v. 3, n. 2, p.195-199, jul. 1993.

AYGADOUX, Georges Paul. **Processo integrado de concentração dos mostos alcoólicos e da vinhaça antes da destilação**. BR nº PI 7904188. Depósito: 28 jun. 1979. Concessão: 23 set. 1989.

BASUALTO, Augusto Ivan Diaz; EDUARDO, José Enrique de Paula. **Processo de produção de álcoois hidratado ou anidro, empregando o processo de fermentação contínuo ou descontínuo, conjugado com processo de concentração de caldo e concentração de vinhaça**. Titular: Conger S/A. Equipamentos e Processos (São Paulo). BR nº PI 8306364. Depósito: 21 nov. 1983. Concessão: 25 jun. 1985.

BEL MARK. **Bel Engineering** – Equipamentos Analíticos, 2015. Disponível em: <<http://www.bequipamentos.com.br/capa.asp?pi=produto&proid=825>> Acesso em: 21 jul. 2020.

BLACKWELL, W. W., **Chemical Process Design on a Programable Calculator**. New York: McGraw-Hill, 1984.

BRIEGER, F. Observações sobre a Distribuição de Vinhaça ou Caldo de Destilaria no Estado de São Paulo. **Brasil Açucareiro**, v.90, n.5, p.23-30, 1977.

CAMARGO, C. A. (Coord.) **Conservação de energia na indústria do açúcar e do álcool**: manual de recomendações. São Paulo: Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT) (Publicação IPT; v. 1871), 1990.

CHEN, J. C. P.; CHOU, C. C. (Ed.) **Cane sugar handbook**: a manual for cane sugar manufactures and their chemists. 12 ed. New York; John Wiley & Sons, 1993.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO (CONAB). **Acompanhamento da safra brasileira de cana-de-açúcar**. Brasília: Conab, v. 2 - SAFRA 2015/16 - n.4, 2016.

CORAZZA, R. I.; SALLES-FILHO, S. L. M. S. Opções produtivas mais limpas: uma perspectiva evolucionista a partir de um estudo de trajetória tecnológica na agroindústria canavieira. In: SIMPÓSIO DE GESTÃO DA INOVAÇÃO DA TECNOLÓGICA, 21, São Paulo, 2000. **Anais...** São Paulo: Núcleo PGT/USP, 2000

DRIESSEN, W; TIELBAARD, M. H.; VEREIJKEN, T. L. F. M. Experience on anaerobic treatment of distillery effluent with the UASB process. **Water Sci Technol**, n. 30, v. 12, p. 193-201, 1994.

ERRICO, M.; TOLA, G.; MASCIA, M. Energy saving in a crude distillation unit by a preflash implementation. **Applied Thermal Engineering**, v. 29, n. 8–9, p. 1642-1647, jun 2009.

FEIGL, Josef; KATZ, Gregório Miguel. **Processo e dispositivo aperfeiçoados para aquecimento indireto e pré-concentração da vinhaça em destilarias de álcool**. Titular: Conger S/A Equipamento E Processos (São Paulo), BR nº PT 8000814. Depósito: 11 fev. 1980. Concessão: 24 jun. 1980.

GOBBIN, Narciso. **Concentração da vinhaça com sistema autolimpante**. Titular: Construtora de Distilarias Dedini S/A, BR nº PI 8203198. Depósito: 01 jun. 1982. Concessão: 31 ago. 1982.

FREIRE, W. J.; CORTEZ, L. A. B. **Vinhaça de cana-de-açúcar**. Guaíba: Agropecuária, 2000. 203p.

GENEBRE, **Genebre**: be water, be Genebre, 2015. Disponível em: <<https://www.genebre.com.br/4630-manometro-dm-63-glicerina-posterior-1-4>> Acesso em: 21 jul. 2020.

GOMES, M. T. de M. S.; EÇA, K. S.; VIOTTO, L. A. Concentração da vinhaça por microfiltração seguida de nanofiltração com membranas. **Pesq. agropec. bras.**, Brasília, v.46, n.6, p.633-638, jun. 2011.

GONÇALVES, D. B.; FERRAZ, J. M. G.; SZMRECSÁNYI, T. Agroindústria e meio ambiente. In: ALVES, F.; FERRAZ, J. M. G.; PINTO, L. F. G.; SZMRECSÁNYI, T. **Certificação socioambiental para a agricultura**: desafios para o setor sucroalcooleiro. Piracicaba: Imaflora; São Carlos: EdUFSCar, 2008. p.231-292.

HAMED, O. A. *et al.* Thermal performance of multi-stage flash distillation plants in Saudi Arabia. Elsevier Ltd. **Desalination**, v. 128, n. 3, p. 281-292. maio 2000.

HANNA, **Hanna Instruments**, 2015a. Disponível em: <<https://www.hanna.pt/produto/hi147-00>> Acesso em: 21 jul. 2020.

HANNA, **Hanna Instruments**, 2015b. Disponível em: <<https://www.hanna.pt/produto/hi145-00>> Acesso em: 21 jul. 2020.

IGGLAND, M., MAZZOTTI, M. **Introduction to Chemical Engineering for Lecture 5: Flash Distillation**. Zurich, Switzerland: Institute of Process Engineering, Sonneggstrasse 3, 2015.

JI, S.; BAGAJEWICZ, M. Design of Crude Distillation Plants with Vacuum Units. I. Targeting, **Ind. Eng. Chem. Res.**, v. 41, p. 6094-6099, 2002

LAIME, E. M. O.; ALMEIDA, J.R. Ação da vinhaça na saúde pública. **Revista de agricultura**. Piracicaba, v.27, n.9, p.269-274, 1952.

LAIME, E. M. O.; FERNANDES, P. D.; OLIVEIRA, D. C. S.; FREIRE, E. A. Possibilidades tecnológicas para a destinação da vinhaça: uma revisão. **Revista Trópica: Ciências Agrárias e Biológicas**, Chapadinha, v. 5, n. 3, p. 16-29, 2011.

MARQUES, M. O. Aspectos técnicos e legais da produção, transporte e aplicação de vinhaça. In: SEGATO, S. V. et al. (Org.). **Atualização em produção de cana-de-açúcar**. Piracicaba: CP 2, 2006, p. 369-375.

MICHELETTI, **Micheletti Balanças**, 2015. Disponível em: <<http://www.balancasmicheletti.com.br/produtos/balanca-mecanica/>> Acesso em: 21 jul. 2020.

NOVA CANA, **Processos de fabricação do etanol, Curitiba**, 2015. Disponível em: <https://www.novacana.com/etanol/fabricacao>. Acesso em: 08 jul. 2020.

PACHECO, T. F. Produção de Etanol: Primeira ou Segunda Geração? **Circular Técnica**, n. 04., p. 1-06, 2011. Disponível em: <<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/886571/1/CITE04.pdf>>. Acesso em: 02 set. 2014.

PARAIZO, D. **Uso da vinhaça na cultura da cana-de-açúcar**. www.novacana.com, 2013. Disponível em: <<https://www.novacana.com/cana/uso-vinhaca-cultura/>>. Acesso em: 16 set. 2014.

PAYNE, J. H. **Operações Unitárias na Produção de açúcar de cana**. São Paulo: Nobel, Stab, 1989. 245 p.

PERRY, R. H., BENSLOW, L. R., BEIMESCH, W. E. **Perry's Chemical Engineers' Handbook**. 8ed. New York: McGraw-Hill, 2008

RACHFORD, H. H.; RICE, J. D. Procedure for use of electrical digital computers in calculating flash vaporization hydrocarbon equilibrium. *Journal of Petroleum Technology*, v. 4, n. 10, p. 195, 327-328, out.,1952.

REICHERT, **Reichert Analytical Instruments**, 2015. Disponível em: <https://www.reichertai.com/index.php?src=directory&view=Products&srctype=detail_specifications&refno=210> Acesso em: 21 jul. 2020.

SAMPAIO, Paulo Henrique. **Aperfeiçoamento na planta de concentração de vinhaça integrada com a destilaria de etanol**. Titular: Citrotec Industria e Comercio Ltda (Brasil). BR 202013007747-5 Y1. Depósito: 03 mar. 2013. Concessão: 9 jun. 2015.

SANTOS, F.; BORÉM, A.; CALDAS, C. **Cana-de-Açúcar: Bioenergia, Açúcar e Álcool**. Londrina: Mecenaz, 2010. 577 p.

SMITH, J. M; NESS, H. C. V.; ABBOTT, M. M. **Introdução à termodinâmica da engenharia química**. Tradução Eduardo Mach Queiroz, Fernando Luiz Pellegrini Pessoa. - Rio de Janeiro: LTC, 2007

SOULDERS M.; BROWN G. G. Design of Fractionating Columns, Entrainment and Capacity. **Industrial & Engineering Chemistry** 26 (1): 98–103, 1934.

TEXIUS, **Paulucy Eletros**, 2015. Disponível em: <
<https://www.paulucyeletros.com.br/bomba-para-circulac-o-de-agua-quente-tbhf-we-br-340w-texius.html>> Acesso em: 21 jul. 2020.

VAN EYKEN, D. D. **Modelagem matemática e simulação computacional de um destilador flash em regime transiente**. 2015. 48 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Química, Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2015.

WALKER, David. **Method and apparatus for ethanol production**. Titular: Dx Resources, Lic (Estados Unidos da América). US nº WO 2013070305 A1. Depósito: 31 ago. 2012. Concessão: 16 maio 2013.

WATKINS, R. N. Sizing separators and accumulators, **Hydrocarbon Processing**. v. 46, n. 11, p. 253-256, 1967.

ZHANG, K. *et al.* Flash evaporation and thermal vapor compression aided energy saving CO2 capture systems in coal-fired power plant. **Energy**, v. 66, n. 1, p. 556-568, mar. 2014.

Apêndices

Apêndice A

Tabela A1 – Leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 1)

Concentração	IR	IR	IR
0	1,3327	1,3326	1,3326
1	1,3331	1,3331	1,3331
5	1,3356	1,3356	1,3356
7	1,337	1,337	1,3369
10	1,3389	1,3389	1,339

Tabela A2– Média da leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 1)

Concentração	IR
0	1,3326
1	1,3331
5	1,3356
7	1,3370
10	1,3389

Tabela A3 – Leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 1)

Concentração	IR	IR	IR
20	1,3458	1,3457	1,3458
30	1,3516	1,3516	1,3517
40	1,356	1,3558	1,3559
50	1,3589	1,3589	1,3590

Tabela A4– Média da leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 1)

Concentração	IR
20	1,3458
30	1,3516
40	1,3559
50	1,3589

Figura A1 - Linha de tendência e ajuste polinomial para afluente do padrão 1.

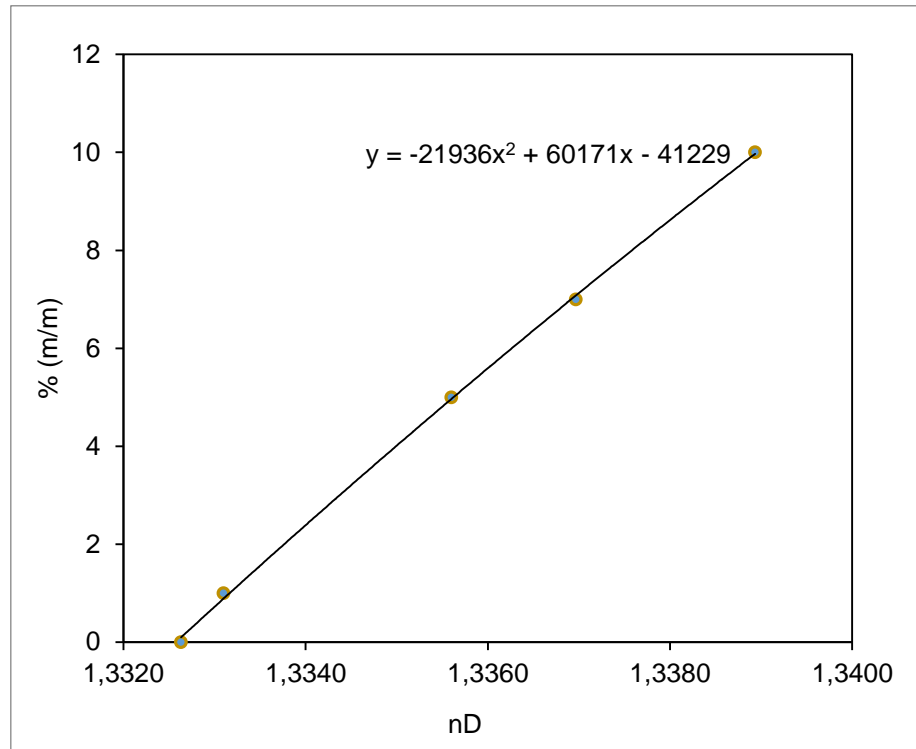


Figura A2 - Linha de tendência e ajuste polinomial para destilado do padrão 1.

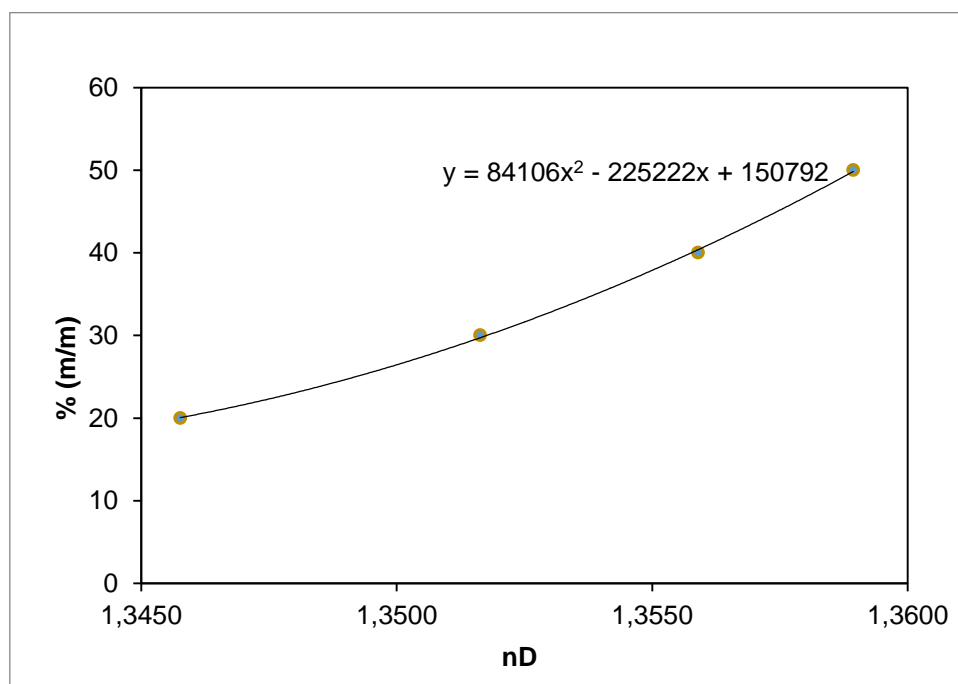


Tabela A5 – Leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 2)

Concentração	IR
0	1,3331
1	1,3336
5	1,3361
7	1,3376
10	1,3396

Tabela A6– Média da leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 2)

Concentração	IR	IR	IR
0	1,3331	1,3331	1,333
1	1,3336	1,3335	1,3336
5	1,3362	1,3361	1,3361
7	1,3376	1,3376	1,3376
10	1,3396	1,3396	1,3396

Tabela A7 – Leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 2)

Concentração	IR
20	1,3469
30	1,3532
40	1,3579
50	1,3611

Tabela A8– Média da leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 2)

Concentração	IR	IR	IR
20	1,3469	1,3469	1,347
30	1,3533	1,3531	1,3533
40	1,358	1,3579	1,3578
50	1,3611	1,3611	1,361

Figura A3 - Linha de tendência e ajuste polinomial para afluente do padrão 2.

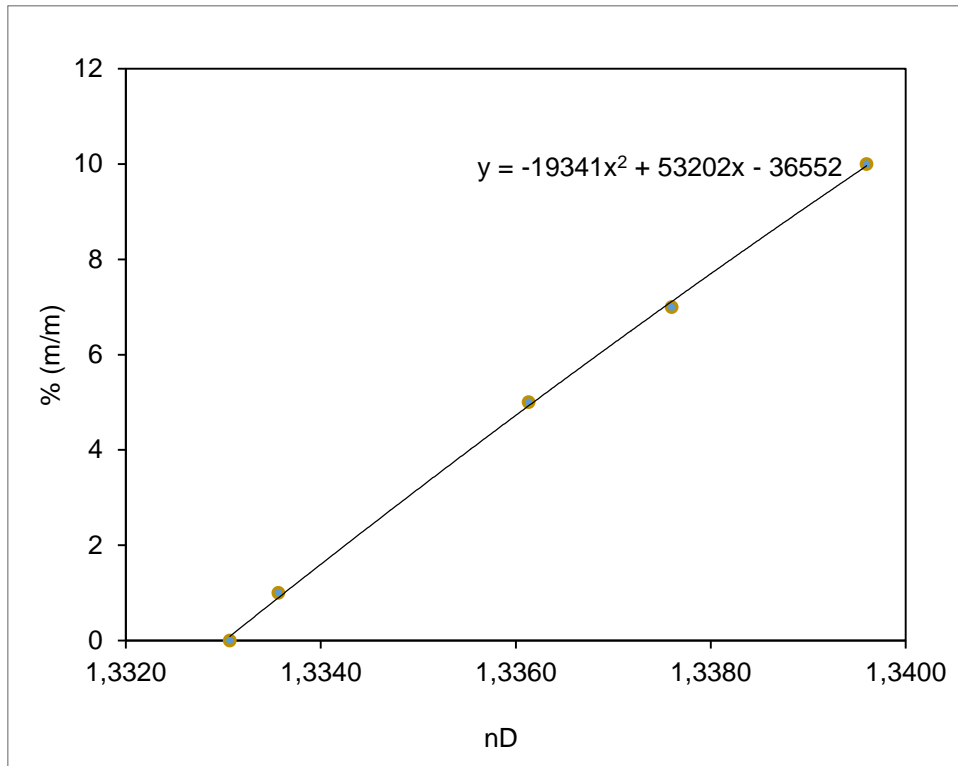


Figura A4 - Linha de tendência e ajuste polinomial para destilado do padrão 2.

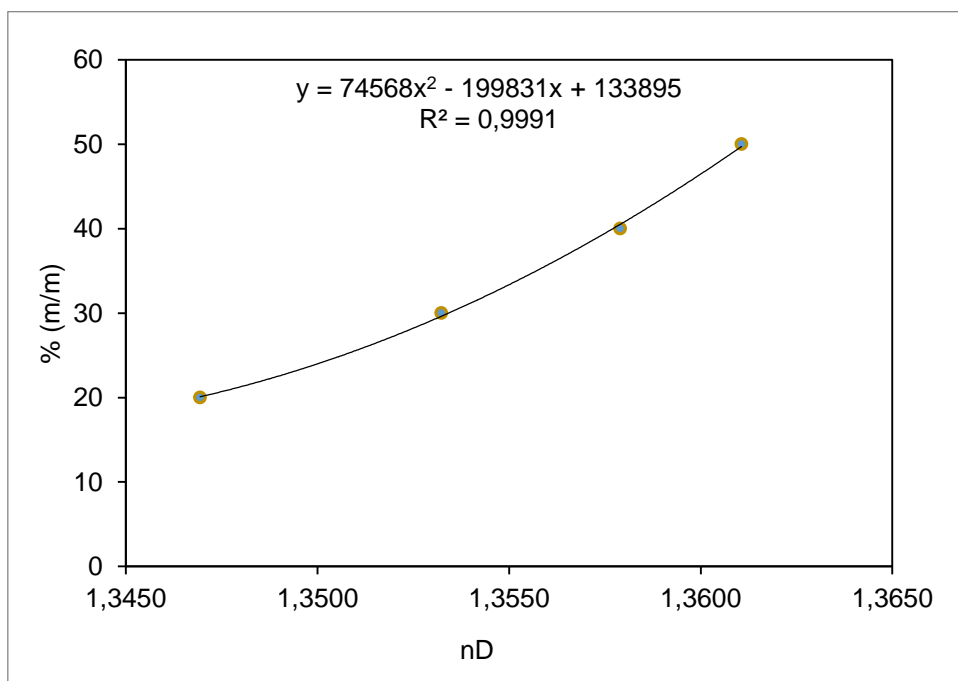


Tabela A9 – Leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 3)

Concentração	IR
0	1,3325
1	1,3331
5	1,3355
7	1,3370
10	1,3390

Tabela A10 – Média da leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 3)

Concentração	IR	IR	IR
0	1,3325	1,3325	1,3325
1	1,3331	1,333	1,3331
5	1,3355	1,3355	1,3355
7	1,3369	1,3369	1,3371
10	1,3389	1,339	1,339

Tabela A11 – Leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 3)

Concentração	IR
20	1,3458
30	1,3520
40	1,3563
50	1,3592

Tabela A12 – Média da leitura dos padrões para leitura de afluente (Padrão 3)

Concentração	IR	IR	IR
20	1,3458	1,3458	1,3457
30	1,352	1,3519	1,352
40	1,3563	1,3562	1,3563
50	1,359	1,3593	1,3593

Figura A5 - Linha de tendência e ajuste polinomial para afluente do padrão 3.

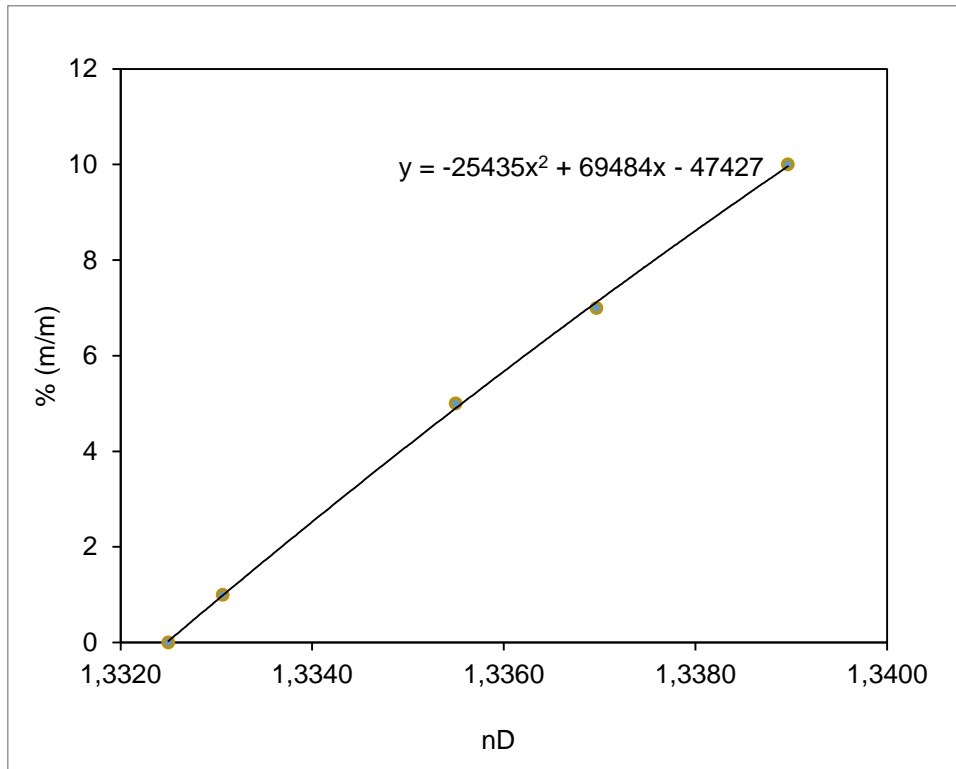
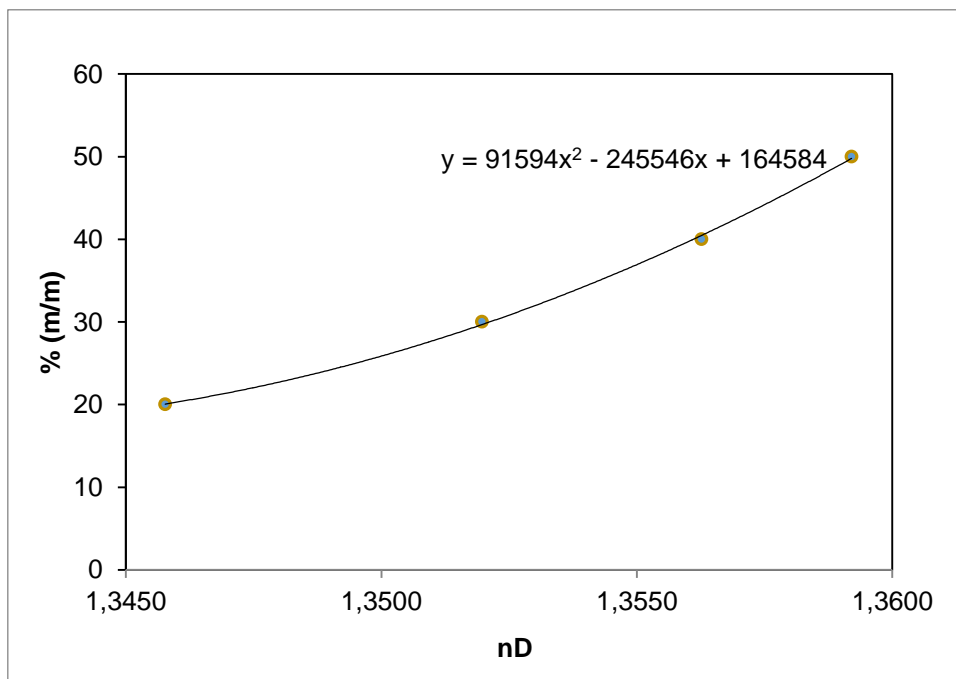


Figura A6 - Linha de tendência e ajuste polinomial para destilado do padrão 3.



Apêndice B

Tabela B1 - Leitura dos índices de refração e áreas por cromatografia gasosa de etanol e água e conversão em fração mássica (%) para afluente para o Experimento 1.

Tempo	Afluente								
	IR						% m/m etanol		
	IR/Área Etanol A	Área água A	IR/Área Etanol B	Área água B	IR/Área Etanol C	Área água C	A	B	C
0	1,3390		1,3388		1,3387		10,07	9,78	9,64
30	1,3386		1,3385		1,3380		9,49	9,35	8,62
60	425645	1E+07	411176,7	9024848	183401,2341	5945268	6,04	8,9	6,19
90	1,3362		1,3371		1,3358		5,90	7,28	5,28
120	173144	1E+07	164261	8606064	92516,18292	3816144	3,68	3,92	4,93
150	1,3340		1,3351		1,3350		2,39	4,17	4,01
180	112151	1E+07	140809	9361595	100191,6623	5874041	2,42	3,12	3,52
210	1,3340		1,3338		1,3344		2,39	2,06	3,04

Tabela B2 - Leitura dos índices de refração e áreas por cromatografia gasosa de etanol e água e conversão em fração mássica (%) para destilado para o Experimento 1.

Tempo	Condensado								
	IR						% m/m etanol		
	IR/Área Etanol A	Área água A	IR/Área Etanol B	Área água B	IR/Área Etanol C	Área água C	A	B	C
0	2848614	3081730	1855904	2682581	2124831	3871678	66,41	59,67	54,00
30	1,3599		1,3605		1,3601		52,18	54,33	52,89
60	1500765	3909724	1695613	3891365	1411167	3584424	45,09	48,24	45,71
90	1,3566		1,3577		1,3574		41,45	44,83	43,89
120	1384780	5843558	1723274	5765409	1169206	3816144	33,64	39,00	39,59
150	1,3506		1,3544		1,3554		26,63	35,32	38,00
180	826035	5337604	1347156	5416502	1040457	4024215	24,87	34,73	35,61
210	1,3485		1,3495		1,3534		22,88	24,57	32,80

Tabela B3 - Leituras de Afluente inicial, concentração de etanol no destilado (acumulado condensado) e concentração de etanol no equipamento após desligamento (afluente descanso) para o Experimento 1.

IR			% m/m etanol		
Afluente Inicial					
A	B	C	A	B	C
1,339	1,3388	1,3387	10,07	9,78	9,64
Afluente Descanso					
A	B	C	A	B	C
1,3342	1,3338	1,3346	2,72	2,06	3,37
Acumulado Condensado					
A	B	C	A	B	C
1,3559	1,3569	1,3569	39,41	42,35	42,35

Tabela B4 - Leitura dos índices de refração e áreas por cromatografia gasosa de etanol e água e conversão em fração mássica (%) para afluente para o Experimento 2.

	Afluente							% m/m etanol		
	IR									
Tempo	IR/Área Etanol A	Área água A	IR/Área Etanol B	Área água B	IR/Área Etanol C	Área água C	A	B	C	
0	1,3375		1,3365		1,3366		7,88	6,37	6,52	
30	1,3373		1,3362		1,3364		7,58	5,90	6,21	
60	273018	10518207	276773	10500368	205523	8425030	5,26	5,34	4,96	
90	1,3351		1,3349		1,3349		4,17	3,85	3,85	
120	188370	10753622	163555	10647301	119535	8277953	3,61	3,18	3,00	
150	1,3346		1,3337		1,3336		3,37	1,89	1,73	
180	135675	10035617	66880	10931993	68799	9843574	1,29	1,29	1,47	
210	1,333		1,3328		1,3333		0,72	0,38	1,23	

Tabela B5 - Leitura dos índices de refração e áreas por cromatografia gasosa de etanol e água e conversão em fração mássica (%) para destilado para o Experimento 2.

Tempo	Condensado								
	IR						% m/m etanol		
	IR/Área Etanol A	Área água A	IR/Área Etanol B	Área água B	IR/Área Etanol C	Área água C	A	B	C
0	2484579	4635908	2251963	4386033	2631670	5175635	53,41	52,34	52,10
30	1,359		1,3583		1,3579		49,08	46,75	45,46
60	1875158	5610098	1709676	6109225	1370026	5213325	41,69	37,45	35,98
90	1,3546		1,3536		1,3531		35,84	33,29	32,07
120	1760566	7323225	1253347	7537982	886191	6200190	33,96	26,23	23,41
150	1,3535		1,3464		1,3474		33,04	19,86	21,21
180	1134299	7952997	967702	9155213	548928	4499954	23,38	18,44	20,69
210	1,3472		1,3421		1,3426		20,92	16,01	16,30

Tabela B6 - Leituras de Afluente inicial, concentração de etanol no destilado (acumulado condensado) e concentração de etanol no equipamento após desligamento (afluente descanso) para o Experimento 2.

IR			% m/m etanol		
Afluente Inicial					
A	B	C	A	B	C
1,3375	1,3365	1,3366	7,88	6,37	6,52
Afluente Descanso					
A	B	C	A	B	C
1,3334	1,3333	1,3334	1,39	1,23	1,39
Acumulado Condensado					
A	B	C	A	B	C
1,3535	1,3513	1,351	33,04	28,05	27,43

Tabela B7 - Leitura dos índices de refração e áreas por cromatografia gasosa de etanol e água e conversão em fração mássica (%) para afluente para o Experimento 3.

Tempo	Afluente								
	IR						% m/m etanol		
	IR/Área Etanol A	Área água A	IR/Área Etanol B	Área água B	IR/Área Etanol C	Área água C	A	B	C
0	1,3350		1,3350		1,3348		4,012	4,012	3,691
30	1,3348		1,3348		1,3346		3,69	3,69	3,37
60	166069,3	10710912	158545,8	10565354	170608	10670841	3,21	3,11	3,31
90	1,3342		1,334		1,3339		2,72	2,39	2,22
120	77712,5	10558102	116098,3	11195647	102328	10917032	1,55	2,17	1,97
150	1,3334		1,3333		1,3331		1,39	1,23	0,89
180	54188	10777843	50386	10958597	143,21	12096728	1,06	0,97	0,85
210	1,3330		1,3331		1,3330		0,72	0,89	0,72

Tabela B8 - Leitura dos índices de refração e áreas por cromatografia gasosa de etanol e água e conversão em fração mássica (%) para destilado para o Experimento 3.

Tempo	Condensado								
	IR						% m/m etanol		
	IR/Área Etanol A	Área água A	IR/Área Etanol B	Área água B	IR/Área Etanol C	Área água C	A	B	C
0	1492475	4373796	1105045	3105462	1931875	5890226	42,19	43,22	41,23
30	1,3552		1,3543		1,3531		37,45	35,06	32,07
60	1266897	6507423	985172	5211826	1231815	7269709	29,40	28,79	26,60
90	1,3503		1,3498		1,3485		26,05	25,12	22,88
120	517108	4924952	629136	4042712	444782	3970369	18,34	24,97	19,33
150	1,3431		1,3444		1,3434		16,63	17,68	16,84
180	25695,82	294454	769450,1	8513737	845584,1	8950988	15,73	16,20	16,81
210	1,3387		1,3402		1,3413		15,16	15,29	15,63

Tabela B9 - Leituras de Afluente inicial, concentração de etanol no destilado (acumulado condensado) e concentração de etanol no equipamento após desligamento (afluente descanso) para o Experimento 3.

IR			% m/m etanol		
Afluente Inicial					
A	B	C	A	B	C
1,335	1,335	1,3348	4,01	4,01	3,69
Afluente Descanso					
A	B	C	A	B	C
1,3332	1,3332	1,3334	1,06	1,06	1,39
Acumulado Condensado					
A	B	C	A	B	C
1,3469	1,3474	1,3477	20,51	21,21	21,64

Tabela B10 - Leitura dos índices de refração e áreas por cromatografia gasosa de etanol e água e conversão em fração mássica (%) para afluente para o Experimento 4.

Tempo	Afluente								
	IR						% m/m etanol		
	IR/Área Etanol A	Área água A	IR/Área Etanol B	Área água B	IR/Área Etanol C	Área água C	A	B	C
0	1,3362		1,3376		1,3373		5,03	7,11	6,38
30	1,3359		1,3374		1,3371		4,57	6,82	6,38
60	221047	10497485	329226	11013169	301411	10136518	4,31	6,01	5,98
90	1,3356		1,3365		1,3364		4,11	5,48	5,33
120	187515	10381014	255569	10913769	234174	9956287	3,72	4,77	4,79
150	1,3353		1,3354		1,3354		3,65	3,81	3,81
180	164269	10393136	160211	10676290	156914	10387664	3,27	3,11	3,13
210	1,3342		1,3348		1,3347		1,92	2,87	2,71
240	91062	9544294	119960	10851423	119327	9954344	2,00	2,31	2,50
270	1,3343		1,3343		1,3342		2,08	2,08	1,92
300	0	10347675	72086	10264122	73904	10896470	-	1,48	1,43
330	1,3337		1,3338		1,3338		1,12	1,28	1,28
360	0	9721658	61782	11162887	51347	10764555	-	1,17	1,01
390	1,3333		1,3334		1,3335		0,47	0,63	0,80
420	22076	14709491	20191	10754111	178129	99887145	0,32	0,40	0,38

Tabela B11 - Leitura dos índices de refração e áreas por cromatografia gasosa de etanol e água e conversão em fração mássica (%) para destilado para o Experimento 4.

Tempo	IR/Área Etanol A	Área água A	IR/Área Etanol B	Área água B	IR/Área Etanol C	Área água C	A	B	C
0	1545444	3396590	3E+06	4583051	2731169	4608640	49,32	56,28	55,90
30	1,3584		1,3603		1,3604		41,21	46,72	47,02
60	1624937	5560555	2E+06	6175287	1675970	5144544	38,46	42,82	41,07
90	1,356		1,3571		1,3571		35,03	37,76	37,76
120	1677314	7300221	1E+06	4411273	1767224	7106954	32,95	32,79	34,72
150	1,3534		1,3539		1,3545		29,30	30,32	31,60
180	1206018	6532584	1E+06	6881781	1012586	5553151	28,31	27,66	28,06
210	1,3508		1,3512		1,3511		24,58	25,24	25,07
240	764575	5337728	666795	4688859	1036759	7403841	23,45	23,32	23,05
270	1,3477		1,3475		1,347		20,27	20,04	19,49
300	267146	2481056	807447	8233245	504349,9	5689112	18,72	17,34	15,94
330	1,3442		1,3436		1,3473		17,12	16,77	19,82
360	360567	4016164	898508	10105049	481815,1	4968246	16,11	15,98	17,18
390	1,3408		1,3404		1,3405		15,82	15,78	15,79
420	346087	7287919	372160	8876509	176653	4968246	9,22	8,23	7,07

Tabela B12 - Leituras de Afluente inicial, concentração de etanol no destilado (acumulado condensado) e concentração de etanol no equipamento após desligamento (afluente descanso) para o Experimento 4.

Afluente Inicial					
A	B	C	A	B	C
1,3362	1,3376	1,3373	5,03	7,11	6,38
Afluente Descanso					
A	B	C	A	B	C
1,3333	1,3333	1,3333	0,4	0,4	0,4
Acumulado Condensado					
A	B	C	A	B	C
1,3459	1,3508	1,3507	18,42	24,58	24,42

Tabela B13 - Leitura dos índices de refração e áreas por cromatografia gasosa de etanol e água e conversão em fração mássica (%) para afluente para o Experimento 5.

Tempo	Afluente								
	IR						% m/m etanol		
	IR/Área Etanol A	Área água A	IR/Área Etanol B	Área água B	IR/Área Etanol C	Área água C	A	B	C
0	1,3381		1,338		1,3379		8,75	8,60	8,44
30	1,3374		1,3374		1,337		7,67	7,67	7,05
60	306197	8565358	299422	9998818	32073	1039691	7,10	6,02	6,19
90	1,3366		1,3359		1,3361		6,43	5,35	5,66
120	215998	7999873	240845	10684141	264017	10867097	5,46	4,60	4,94
150	1,3355		1,3353		1,3352		4,74	4,43	4,27
180	209666	10707626	202360	10898252	172872	10442313	4,02	3,82	3,42
210	1,3347		1,3346		1,3345		3,50	3,35	3,19
240	152751	10939960	erro	erro	133067	10437150	2,90	-	2,65
270	1,334		1,3338		1,3339		2,42	2,12	2,27
300	125370	10905471	30514	5087050	38180	3714727	2,40	1,27	2,15
330	1,3336		1,3334		1,3335		1,81	1,50	1,66
360	6222,8	1164608	30514	5310091	58240	10751286	1,13	1,21	1,15
390	1,3331		1,3331		1,3331		1,04	1,04	1,04
420	zero	-	zero	3778231	57092	10625408	0,00	0,00	1,14
450	1,3329		1,3328		1,3329		0,73	0,58	0,73
480	3040,2	1197762	11851	5607781	27035	11063020	0,54	0,45	0,52

Tabela B14 - Leitura dos índices de refração e áreas por cromatografia gasosa de etanol e água e conversão em fração mássica (%) para destilado para o Experimento 5.

Tempo	Condensado								
	IR						% m/m etanol		
	IR/Área Etanol A	Área água A	IR/Área Etanol B	Área água B	IR/Área Etanol C	Área água C	A	B	C
0	3082460	4E+06	1561141	3E+06	709173	1225181	63,33	55,71	55,32
30	1,3591		1,3585		1,3578		50,55	48,52	46,25
60	2309619	5E+06	1217847	3E+06	1923130	5544185	49,66	45,76	42,59
90	1,3568		1,357		1,3565		43,15	43,76	42,26
120	940420	3E+06	1888199	7E+06	1587668	5728502	39,30	37,89	37,22
150	1,3551		1,3546		1,3544		38,31	36,99	36,47
180	605085	3E+06	1172468	5E+06	1345993	6209661	32,16	31,35	31,68
210	1,3523		1,3515		1,3516		31,49	29,81	30,01
240	1352083	8E+06	962258	7E+06	1262549	7526660	27,47	23,94	26,41
270	1,3492		1,348		1,3486		25,62	23,82	24,68
300	674625	5E+06	531772	4E+06	1006264	8300400	21,56	21,03	20,59
330	1,3415		1,3439		1,344		18,64	19,65	19,72
360	323497	3E+06	121002	1E+06	1049535	9362876	18,61	19,11	19,34
390	1,3400		1,3406		1,3411		18,55	18,53	18,58
420	164533	2E+06	366203	3E+06	1018355	10052286	18,01	18,44	17,81
450	1,3375		1,3381		1,3386		19,30	19,02	18,83
480	166100	2E+06	258170	3100063	907961	11022674	16,37	15,12	14,98

Tabela B15 - Leituras de Afluente inicial, concentração de etanol no destilado (acumulado condensado) e concentração de etanol no equipamento após desligamento (afluente descanso) para o Experimento 5.

IR			% m/m etanol		
Afluente Inicial					
A	B	C	A	B	C
1,3381	1,3380	1,3379	8,75	8,60	8,44
Afluente Descanso					
A	B	C	A	B	C
1,3327	1,3328	1,3328	0,33	0,50	0,50
Acumulado Condensado 1					
A	B	C	A	B	C
1,3521	1,3551	1,3556	31,06	38,31	39,68
Acumulado Condensado 2					
A	B	C	A	B	C
1,3393	1,3424	1,3411	18,643	18,896	18,576

Apêndice C

Tabela C1 - Média das concentrações do afluente para os ensaios A, B e C do Experimento 1 e seus respectivos desvios padrões.

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	9,8	0,22
30	9,2	0,47
60	7	1,61
90	6,2	1,02
120	4,2	0,66
150	3,5	1,84
180	3	0,56
210	2,5	0,50

Tabela C2 - Média das concentrações do condensado para os ensaios A, B e C do Experimento 1 e seus respectivos desvios padrões.

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	60,03	6,21
30	53,14	1,10
60	46,35	1,67
90	43,39	1,74
120	37,41	3,28
150	33,32	5,94
180	31,74	5,96
210	26,75	5,31

Tabela C3 - Média das concentrações do afluente para os ensaios A, B e C do Experimento 2 e seus respectivos desvios padrões.

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	6,92	0,83
30	6,56	0,89
60	5,19	0,20
90	3,96	0,18
120	3,26	0,32
150	2,33	0,90
180	1,35	0,10
210	0,78	0,42

Tabela C4 - Média das concentrações do condensado para os ensaios A, B e C do Experimento 2 e seus respectivos desvios padrões.

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	52,62	0,70
30	47,10	1,83
60	38,37	2,96
90	33,73	1,92
120	27,87	5,46
150	24,70	7,25
180	20,84	2,47
210	17,74	2,76

Tabela C5 - Média das concentrações do afluente para os ensaios A, B e C do Experimento 3 e seus respectivos desvios padrões.

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	3,90	0,19
30	3,58	0,19
60	3,21	0,10
90	2,44	0,25
120	1,90	0,32
150	1,17	0,26
180	0,96	0,11
210	0,78	0,10

Tabela C6 - Média das concentrações do condensado para os ensaios A, B e C do Experimento 3 e seus respectivos desvios padrões.

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	42,21	0,99
30	34,86	2,70
60	28,26	1,47
90	24,68	1,63
120	20,88	3,58
150	17,05	0,56
180	16,25	0,54
210	15,36	0,24

Tabela C7 - Média das concentrações do afluente para os ensaios A, B e C do Experimento 4 e seus respectivos desvios padrões.

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	6,17	1,06
30	5,92	1,19
60	5,43	0,97
90	4,98	0,75
120	4,43	0,61
150	3,75	0,09
180	3,17	0,09
210	2,50	0,51
240	2,27	0,25
270	2,03	0,09
300	1,45	0,04
330	1,23	0,09
360	1,09	0,11
390	0,63	0,16
420	0,37	0,04

Tabela C8 - Média das concentrações do condensado para os ensaios A, B e C do Experimento 4 e seus respectivos desvios padrões.

Tempo	Média	Desvio Padrão
0	53,83	3,91
30	44,98	3,27
60	40,78	2,19
90	36,85	1,57
120	33,49	1,07
150	30,41	1,15
180	28,01	0,33
210	24,96	0,34
240	23,28	0,21
270	19,93	0,40
300	17,33	1,39
330	17,90	1,67
360	16,42	0,66
390	15,79	0,02
420	8,17	1,08

Tabela C9 - Média das concentrações do afluente para os ensaios A, B e C do Experimento 5 e seus respectivos desvios padrões.

Afluente		
Tempo	Média	Desvio Padrão
0	8,60	0,15
30	7,46	0,36
60	6,44	0,58
90	5,82	0,56
120	5,00	0,43
150	4,48	0,24
180	3,75	0,31
210	3,35	0,15
240	2,78	0,18
270	2,27	0,15
300	1,94	0,60
330	1,66	0,15
360	1,16	0,04
390	1,04	0,00
420	0,38	0,66
450	0,68	0,09
480	0,50	0,05

Tabela C10 - Média das concentrações do condensado para os ensaios A, B e C do Experimento 5 e seus respectivos desvios padrões.

Destilado		
Tempo	Média	Desvio Padrão
0	58,12	4,52
30	48,44	2,15
60	46,01	3,54
90	43,06	0,75
120	38,14	1,06
150	37,26	0,95
180	31,73	0,41
210	30,44	0,92
240	25,94	1,81
270	24,71	0,90
300	21,06	0,48
330	19,34	0,60
360	19,02	0,37
390	18,55	0,02
420	18,09	0,32
450	19,05	0,24
480	15,49	0,77

Apêndice D

Tabela D1 - Comportamento da Temperatura em função do tempo no Experimento 1.

Tempo (min)	Temperatura (°C)
0	78,0
30	95,9
60	103,2
90	105,3
120	106,6
150	108,5
180	104,4
210	110,1

Tabela D2 - Comportamento da Temperatura em função do tempo no Experimento 2.

Tempo (min)	Temperatura (°C)
0	82,9
30	98,2
60	105,3
90	106,7
120	107,4
150	106,9
180	108,9
210	109,9

Tabela D3 - Comportamento da Temperatura em função do tempo no Experimento 3.

Tempo (min)	Temperatura (°C)
0	81,3
30	98,2
60	106,4
90	108,1
120	108,9
150	110,9
180	108,4
210	111,9

Tabela D4 - Comportamento da Temperatura em função do tempo no Experimento 4.

Tempo (min)	Temperatura (°C)
0	81,0
30	90,3
60	101,5
90	104,8
120	106,0
150	106,9
180	107,2
210	107,7
240	108,1
270	108,2
300	109,0
330	109,5
360	109,4
390	110,1
420	110,1

Tabela D5 - Comportamento da Temperatura em função do tempo no Experimento 5.

Tempo (min)	Temperatura (°C)
0	81,1
30	97,1
60	100,3
90	102,9
120	102,9
150	103,5
180	104,0
210	104,8
240	105,1
270	105,7
300	106,6
330	107,7
360	108,3
390	109,1
420	109,3
450	109,4
480	109,7