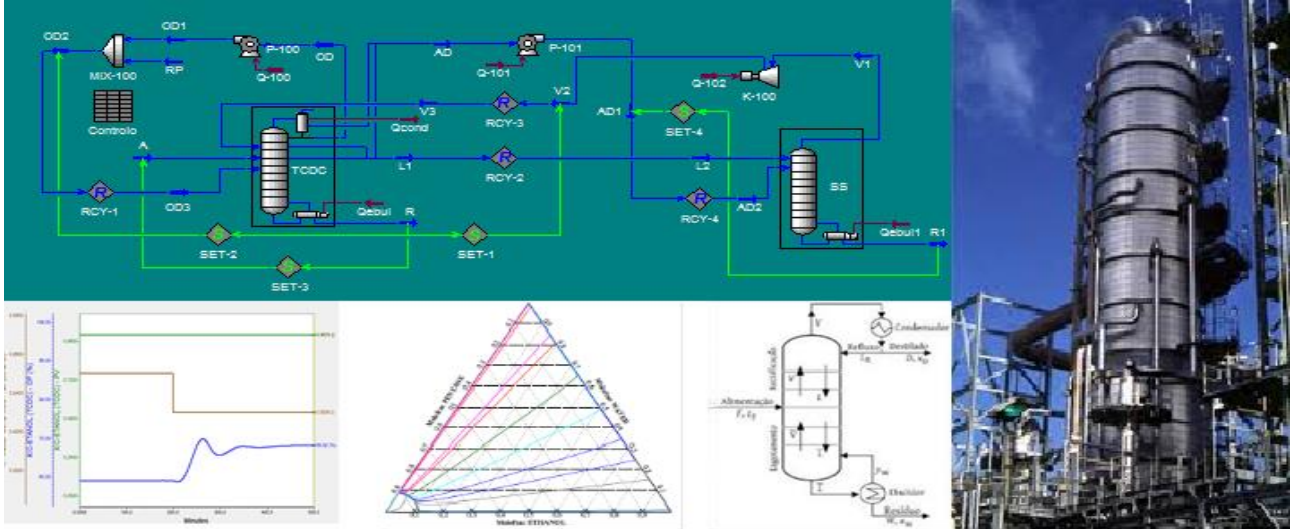




ISEL

INSTITUTO SUPERIOR DE ENGENHARIA DE LISBOA
ÁREA DEPARTAMENTAL DE ENGENHARIA QUÍMICA



Otimização de Estruturas de Destilação Azeotrópica com recurso a Planeamento Experimental

MANUEL JOSÉ VAZ MENDONÇA
(Licenciado)

Trabalho Final de Mestrado para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química e Biológica

Orientadores:

Doutor João Miguel Silva
Doutora Isabel Maria da Silva João

Júri:

Presidente: Doutor José Augusto Paixão Coelho
Vogais:

Doutor João Miguel Silva (Orientador)
Doutora Isabel Maria da Silva João (Orientadora)
Doutora Carla Isabel Costa Pinheiro (Arguente)
Licenciado António Manuel Ferreira Pereira

dezembro de 2013

AGRADECIMENTOS

A realização duma tese final de mestrado, pelo inerente trabalho de intensiva investigação, pode ser um processo extremamente solitário. Neste caso em particular, o apoio, incentivo e orientação por parte de diversas pessoas que, ao longo do tempo, me foram acompanhando, tornou esse percurso bastante mais agradável, tendo o seu contributo sido fundamental na concretização deste estudo. Quero, por esse motivo, expressar algumas palavras de agradecimento e reconhecimento a todos os que contribuíram para a elaboração deste trabalho.

Ao meu orientador, Doutor João Miguel Silva, por toda a sua compreensão, disponibilidade e apoio a ultrapassar os diversos obstáculos que foram surgindo no decurso da elaboração desta tese, contribuindo, de forma decisiva, para tornar esse trajeto muito menos solitário.

À minha orientadora, Doutora Isabel da Silva João, por todo o incentivo e auxílio na estruturação deste estudo, tendo o seu contributo sido fulcral.

Aos meus pais, pelos valores inculcados, desde sempre, de humildade, perseverança e objetividade.

À minha mãe, por todo o encorajamento e incentivo ao longo deste caminho, ajudando a ultrapassar várias dificuldades com as quais me fui deparando.

Ao meu irmão, pelas suas palavras de incentivo, importantes para o início e continuidade deste estudo.

À minha esposa, por todo o seu apoio e compreensão nos momentos de ausência e indisponibilidade.

Por fim, mas não menos importante, à minha filha, a quem quero expressar o meu especial reconhecimento pela sua capacidade de compreender, apesar da tenra idade, os diversos momentos de indisponibilidade do pai.

Enfim, a todos aqueles que, de uma forma ou de outra, deram o seu contributo, reitero o meu profundo reconhecimento e imensa gratidão.

RESUMO

O etanol é atualmente considerado como a alternativa mais promissora relativamente aos combustíveis fósseis, cada vez mais escassos. A obtenção do etanol pelo processo fermentativo, a partir de matérias-primas disponíveis em abundância, como o milho, a cana do açúcar e a madeira, destaca-se como sendo o de produção em maior escala, obtendo-se concentrações relativamente baixas desse composto. De forma a que o etanol produzido nestas condições possa substituir os tradicionais combustíveis, ainda que de modo parcial, revela-se necessário proceder à sua concentração para valores bastante mais elevados, de modo a cumprir com o imposto pelas várias normas aplicáveis. Existem diversos processos que permitem obter os valores de pureza exigidos, sendo que a destilação é, de longe, o processo mais utilizado. Efetivamente, pese embora o facto de este processo ser extremamente intensivo na perspetiva energética, o conhecimento acumulado existente sobre o mesmo, a sua versatilidade e a viabilidade de produção em larga escala, constituem argumentos de relevância considerável que o diferenciam relativamente aos restantes. A concentração do etanol pelo processo destilativo é, tipicamente, realizada em duas fases: numa primeira fase, eleva-se a pureza deste composto até valores próximos da composição azeotrópica; numa segunda fase, é realizada a concentração até valores próximos da pureza total, recorrendo a métodos de destilação avançada.

Neste âmbito, o presente estudo foca-se na fase de concentração do etanol acima da composição azeotrópica, sendo adotadas duas estruturas de destilação azeotrópica heterogénea. Assim, é realizada a implementação e simulação em estado estacionário dos dois sistemas no simulador de processos *Aspen HYSYS*.

Com o intuito de redução do custo total anual associado ao processo anterior, foi realizado um processo de otimização de ambos os sistemas, baseado em simulação e em técnicas estatísticas de planeamento experimental e de análise de variância, tendo sido obtidas reduções significativas relativamente a ambos os sistemas.

Para além do referido, foi ainda efetuada a análise da controlabilidade do sistema mais complexo, em que existe acoplamento térmico de correntes entre colunas de destilação. Para o efeito, recorre-se à simulação dinâmica como forma de avaliar a estrutura de controlo implementada, tendo sido constatado que a estratégia de controlo adotada se revelou eficaz na resposta às diversas perturbações introduzidas.

Palavras-chave: etanol, destilação azeotrópica heterogénea, *Aspen HYSYS*, estado estacionário, custo total anual, otimização, planeamento experimental, análise de variância, simulação dinâmica.

ABSTRACT

Ethanol is, currently, considered as the most promising alternative in respect of increasingly scarce fossil fuels. Obtaining ethanol by fermentation from raw materials available in abundance, such as corn, sugar cane and timber, stands out as being the production process on a larger scale. However, this process produces relatively low concentrations of this compound. So that the ethanol produced in these conditions can replace traditional fuels, even partially, proves to be necessary to increase its concentration to much higher values, in order to comply with the imposed by the various applicable standards. There are many processes required to achieve the desired values of purity, but the distillation is by far the most widely used process. Indeed, despite the fact that this process is extremely energy intensive, the existing accumulated knowledge about the same, its versatility and viability of large-scale production, constitute arguments of considerable importance, which differentiate from the remaining. The concentration of ethanol by distillation process is typically carried out in two phases: a first phase rises the purity of this compound to values near the azeotropic composition and the second stage is carried out until the concentration values approach total purity, using enhanced distillation methods.

In this context, the present study focuses on the concentration of ethanol above the azeotropic composition, being adopted two heterogeneous azeotropic distillation structures. Thus, implementation and simulation in steady state of the two systems in the simulator Aspen HYSYS is performed. In order to reduce the total annual cost associated to the above process, an optimization of both systems, based on simulation and statistical techniques for experimental design and analysis of variance is performed, being obtained significant reductions for both systems.

Apart from the above mentioned, a controllability analysis of the more complex system, in which there is a thermal coupling of streams between distillation columns, is also performed. With this purpose the dynamic simulation was used as a way of assessing the adopted control structure, having been found that the adopted control strategy has proved to be effective in responding to the several disturbances introduced.

Keywords: ethanol, heterogeneous azeotropic distillation, Aspen HYSYS, steady state, total annual cost, optimization, experimental design, analysis of variance, dynamic simulation.

ÍNDICE

1	INTRODUÇÃO.....	1
1.1	ENQUADRAMENTO.....	1
1.2	OBJETIVO.....	3
1.3	ESTRUTURA.....	4
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1	DESTILAÇÃO.....	5
2.1.1	PERSPETIVA HISTÓRICA.....	6
2.1.2	FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	7
2.1.3	DESTILAÇÃO AVANÇADA.....	16
2.2	COLUNAS COM ACOPLAMENTO TÉRMICO (TCDC-SS) E COLUNAS DE PAREDE DIVISÓRIA (DWC)	21
2.3	SIMULAÇÃO DE PROCESSOS.....	24
3	IMPLEMENTAÇÃO E SIMULAÇÃO EM ESTADO ESTACIONÁRIO.....	26
3.1	IMPLEMENTAÇÃO DO SISTEMA CONVENCIONAL (SC).....	27
3.2	IMPLEMENTAÇÃO DO SISTEMA DE COLUNAS COM ACOPLAMENTO TÉRMICO (TCDC-SS).....	30
4	OTIMIZAÇÃO E SIMULAÇÃO EM ESTADO ESTACIONÁRIO.....	34
4.1	OTIMIZAÇÃO DOS SISTEMAS SC E TCDC-SS.....	42
4.1.1	OTIMIZAÇÃO DO SISTEMA CONVENCIONAL (SC).....	47
4.1.2	OTIMIZAÇÃO DO SISTEMA DE COLUNAS COM ACOPLAMENTO TÉRMICO (TCDC-SS).....	59
4.2	COMPARAÇÃO ENTRE OS SISTEMAS SC E TCDC-SS.....	80
5	CONTROLO E SIMULAÇÃO EM MODO DINÂMICO.....	84
5.1	ADAPTAÇÃO DO DIAGRAMA PROCESSUAL PARA SIMULAÇÃO DINÂMICA.....	87
5.2	DIMENSIONAMENTO DO EQUIPAMENTO.....	89
5.3	DEFINIÇÃO DA ESTRATÉGIA DE CONTROLO.....	90
5.3.1	DEFINIÇÃO DA ESTRUTURA DE CONTROLO.....	90
5.3.2	DEFINIÇÃO DA ESTRUTURA DOS CONTROLADORES.....	92

5.3.3	INTRODUÇÃO DE UNIDADES PROCESSUAIS	93
5.3.4	IMPLEMENTAÇÃO DAS MALHAS DE CONTROLO.....	94
5.3.5	PASSAGEM PARA MODO DINÂMICO	98
5.3.6	INICIALIZAÇÃO DA SIMULAÇÃO.....	100
5.3.7	ESTABILIZAÇÃO E SINTONIZAÇÃO DOS CONTROLADORES.....	100
5.4	RESPOSTA DO SISTEMA FACE A PERTURBAÇÕES	109
5.4.1	VARIAÇÃO DO CAUDAL DA ALIMENTAÇÃO	109
5.4.2	VARIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO DE ETANOL NA ALIMENTAÇÃO.....	111
6	CONCLUSÕES.....	114
7	REFERÊNCIAS.....	117

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros para implementação do sistema convencional (SC)27

Tabela 2 - Características das correntes do sistema convencional (SC)29

Tabela 3 - Especificações das colunas de destilação do sistema convencional (SC)30

Tabela 4 - Parâmetros para implementação do sistema de colunas com acoplamento térmico (TCDC-SS).....30

Tabela 5 - Características das correntes do sistema de colunas com acoplamento térmico (TCDC-SS)32

Tabela 6 - Especificações das colunas do sistema de colunas com acoplamento térmico (TCDC-SS)33

Tabela 7 - Variáveis de otimização do sistema SC49

Tabela 8 - Geradores utilizados na 1ª Série de Simulações (Sistema SC)50

Tabela 9 - Níveis dos fatores do processo referentes à 1ª série de simulações (Sistema SC)50

Tabela 10 - Matriz do planeamento fatorial fracionado $2_{IV}^{(8-4)}$ para a 1ª série de simulações (Sistema SC)50

Tabela 11 - Resultados da 1ª série de simulações (Sistema SC).....51

Tabela 12 - Resultados da análise ANOVA à 1ª série de simulações: Efeitos e interações principais (Sistema SC)52

Tabela 13 - Custos médios em função do nível e correspondente valor para cada fator da 1ª série de simulações (Sistema SC).....53

Tabela 14 - Níveis dos fatores do processo referentes à 2ª série de simulações (Sistema SC)54

Tabela 15 - Matriz do planeamento fatorial completo 2^4 para a 2ª série de simulações (sistema SC)55

Tabela 16 - Resultados da 2ª série de simulações (Sistema SC).....55

Tabela 17 - Resultados da análise ANOVA à 2ª série de simulações: Efeito principal (Sistema SC)56

Tabela 18 - Custo médio em função do nível e correspondente valor para cada fator da 2ª série de simulações (Sistema SC).....57

Tabela 19 - Valores ótimos para os diversos fatores do sistema SC58

Tabela 20 - Variáveis de otimização do sistema TCDC-SS61

Tabela 21 - Geradores utilizados na 1ª Série de Simulações (Sistema TCDC-SS)62

Tabela 22 - Níveis dos fatores do processo referentes à 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)62

Tabela 23 - Matriz do planeamento fatorial fracionado $2_{IV}^{(12-7)}$ da 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....63

Tabela 24 - Resultados da 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	64
Tabela 25 - Resultados da análise ANOVA à 1ª série de simulações: Efeitos e interações principais (Sistema TCDC-SS).....	65
Tabela 26 - Custo médio em função do nível e correspondente valor para cada fator da 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	67
Tabela 27 - Níveis dos fatores / variáveis do processo referentes à 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	68
Tabela 28 - Matriz do planeamento fatorial completo 2^4 da 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	69
Tabela 29 - Resultados da 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	69
Tabela 30 - Resultados da análise ANOVA à 2ª série de simulações: Efeitos e interações principais (Sistema TCDC-SS).....	70
Tabela 31 - Custo médio em função do nível e correspondente valor para cada fator da 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	71
Tabela 32 - Níveis dos fatores do processo referentes à 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	72
Tabela 33 - Matriz do planeamento fatorial completo 2^3 da 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	73
Tabela 34 - Resultados da 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	73
Tabela 35 - Resultados da análise ANOVA à 3ª série de simulações: Efeitos principais (Sistema TCDC-SS).....	74
Tabela 36 - Custo médio em função do nível e correspondente valor para cada fator da 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	75
Tabela 37 - Níveis dos fatores referentes à 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	76
Tabela 38 - Matriz do planeamento fatorial completo 2_{IV}^2 da 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	76
Tabela 39 - Resultados da 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	76
Tabela 40 - Resultados da análise ANOVA referente à 4ª série de simulações: Efeito principal (Sistema TCDC-SS).....	77
Tabela 41 - Custo médio em função do nível e correspondente valor para cada fator da 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	78
Tabela 42 - Valores ótimos para os diversos fatores do sistema TCDC-SS.....	79
Tabela 43 - Estrutura de custos relativos ao sistema TCDC-SS.....	80

Tabela 44 - Estrutura de custos referente aos sistemas SC e TCDC-SS (depois da otimização)	80
Tabela 45 - Estrutura de custos referente aos sistemas SC e TCDC-SS (antes da otimização)	81
Tabela 46 - Estrutura de custos referente ao sistema SC (antes e depois da otimização).....	81
Tabela 47 - Estrutura de custos referente ao sistema TCDC-SS (antes e depois da otimização)	81
Tabela 48 - Energias dos ebulidores das colunas associadas à implementação dos sistemas SC e TCDC-SS (Aspen HYSYS vs. Aspen PLUS).....	82
Tabela 49 - Balanço energético relativo a ambos os sistemas (depois da otimização).....	82
Tabela 50 - Balanço energético relativo a ambos os sistemas (antes da otimização).....	83
Tabela 51 - Dimensionamento dos reservatórios do sistema TCDC-SS	89
Tabela 52 - Dimensionamento das colunas do sistema TCDC-SS	90
Tabela 53 - Variáveis controladas (CV) do sistema TCDC-SS	91
Tabela 54 - Variáveis manipuladas (MV) do sistema TCDC-SS	92
Tabela 55 - Esquema do emparelhamento de variáveis do sistema TCDC-SS	93
Tabela 56 - Estrutura dos controladores do sistema TCDC-SS para inicialização (Controlo Regulatório)	96
Tabela 57 - Estrutura dos controladores do sistema TCDC-SS para inicialização (Controlo Operatório).....	97
Tabela 58 - Gamas dos parâmetros de ajuste da função <i>Autotuner</i>	106
Tabela 59 - Parâmetros do <i>Autotuner</i> para sintonização dos controladores	107
Tabela 60 - Estrutura dos controladores do sistema TCDC-SS após sintonização (Controlo Regulatório)	108
Tabela 61 - Estrutura dos controladores do sistema TCDC-SS após sintonização (Controlo Operatório).....	108

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Equipamento de destilação e retificação	6
Figura 2 - Esquema de uma coluna de destilação: operação em modo contínuo	8
Figura 3 - Diagrama xy para os sistemas Benzeno / Tolueno e Benzeno / O-Xileno (P=1 bar)	10
Figura 4 - Diagrama xy para o sistema etanol-água (P=1 bar; P=2bar).....	11
Figura 5 - Diagrama Txy para o sistema etanol-água (P= 1 bar).....	11
Figura 6 - Fluxos dos componentes num determinado estágio de contacto	13
(Fonte: Albright's Chemical engineering Handbook (Albright, 2008))	13
Figura 7 - Diagrama de curvas de resíduos-RCM (esquerda) e diagrama ternário (direita) para o sistema Etanol / Água / n-Pentano (P = 1 bar).....	19
Figura 8 - Diagrama conceptual do sistema convencional (SC).....	29
Figura 9 - Diagrama conceptual do sistema de colunas com acoplamento térmico (TCDC-SS)	32
Figura 10 - Custo de capital / Custo operativo / Custo total em função de f (dimensão do equipamento).....	34
Figura 11 - Procedimento do planeamento experimental	38
Figura 12 - Diagrama adaptado à otimização do sistema SC	48
Figura 13 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 1ª série de simulações (Sistema SC) .	52
Figura 14 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 1ª série de simulações (Sistema SC)	53
Figura 15 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 2ª série de simulações (Sistema SC) .	56
Figura 16 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 2ª série de simulações (Sistema SC)	57
Figura 17 - Representação do custo total em função do caudal de n-pentano (Sistema SC).....	58
Figura 18 - Diagrama adaptado à otimização do sistema TCDC-SS.....	60
Figura 19 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	65
Figura 20 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	66
Figura 21 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	70
Figura 22 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	71

Figura 23 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	73
Figura 24 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	74
Figura 25 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	77
Figura 26 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS).....	77
Figura 27 - Representação do custo total em função do caudal de n-pentano (Sistema TCDC-SS) ..	78
Figura 28 - Diagrama adaptado à simulação dinâmica do sistema TCDC-SS (sem malhas de controlo).....	88
Figura 29 - Diagrama adaptado à simulação dinâmica do sistema TCDC-SS (com malhas de controlo).....	95
Figura 30 - Janela do <i>Dynamics Assistant</i> com indicações gerais de falhas / incompatibilidades	98
Figura 31 - Janela do <i>Dynamics Assistant</i> com indicação de inexistência de quaisquer problemas ..	99
Figura 32 - <i>Face Plate</i> (a) e <i>Strip Chart</i> (b) da malha do controlo de nível da coluna SS.....	100
Figura 33 - Saída $u(t)$ em função do erro $e(t)$ do relé para uma amplitude d e uma histerese h	105
Figura 34 - Sintonização da malha de controlo de composição do etanol (XIC-ETANOL).....	107
Figura 35 - Variação do caudal de alimentação de 100 kmol/h para 95 kmol/h (redução de 5%) ...	110
Figura 36 - Variação do caudal de alimentação de 100 kmol/h para 105 kmol/h (aumento de 5%)	110
Figura 37 - Variação da composição molar de etanol na alimentação de 0,85 para 0,84 (redução de 1%).....	111
Figura 38 - Variação da composição molar de etanol na alimentação de 0,85 para 0,86 (aumento de 1%).....	112
Figura 39 - Variação da composição molar de etanol na alimentação de 0,85 para 0,83 (redução de 2%).....	112
Figura 40 - Variação da composição molar de etanol na alimentação de 0,85 para 0,87 (aumento de 2%).....	113

NOMENCLATURA

TCDC	Coluna de destilação termicamente acoplada (<i>Thermally Coupled Distillation Column</i>)
SS	Pósfracionador (<i>Side Stripper</i>)
SC	Sistema convencional de colunas de destilação
P	Pressão
F	Caudal
L	Nível
V	Volume
rR	Razão de refluxo
T	Temperatura
Q	Calor
x	Composição
L1	Corrente de interligação líquida coluna principal (TCDC)/pósfracionador (SS)
V1	Corrente de interligação gasosa pósfracionador (SS)/coluna principal (TCDC)
f.m.	Fração mássica
t _R	Tempo de retenção
N	Número de pratos de uma coluna de destilação
NP	Número do prato de alimentação / extração de uma corrente de uma coluna
D	Corrente de Destilado
rR	Corrente de Resíduo
f	Fração de abertura de válvula
CV	Variável controlada (<i>Controlled Variable</i>)
MV	Variável manipulada (<i>Manipulated Variable</i>)
PV	Variável do processo (<i>Process Variable source object</i>)
SP	Valor de referência (<i>SetPoint</i>) da variável controlada
OP	Valor de saída para o processo (<i>Output to Process target object</i>)
PIC	Indicador e controlador de pressão
FIC	Indicador e controlador de caudal
LIC	Indicador e controlador de nível
XIC	Indicador e controlador de composição
PID	Controlador com os modos proporcional, integral e derivativo
K _c	Ganho proporcional de um controlador PID
T _i	Tempo integral de um controlador PID
T _d	Tempo derivativo de um controlador PID

1 INTRODUÇÃO

1.1 ENQUADRAMENTO

Em termos globais, os principais objetivos da atual política ecológica incluem a redução do consumo energético nas diversas atividades económicas e desenvolvimento de novas áreas relacionadas com fontes de energia renováveis, onde se incluem a energia produzida a partir de biomassa, a eólica, a geotérmica, a hidráulica e a solar. As fontes de energia renováveis possibilitam a melhoria da proteção ambiental e constituem um importante elemento de desenvolvimento sustentável.

É expectável que, de futuro, a tendência seja de um aumento progressivo da contribuição das energias renováveis relativamente ao balanço energético mundial, sendo que, inclusivamente, se perspectiva, de acordo com informação do Conselho Mundial de Energia (WEC-*World Energy Council*), que essa contribuição ronde os 60% em 2070 (Kaminsky *et al.*, 2008). Este fenómeno deriva principalmente do facto de, por um lado, se ter vindo a verificar uma crescente diminuição das fontes de energia tradicionais, como os combustíveis fósseis, e em simultâneo pelo facto de existir elevada disponibilidade de fontes de energia não convencionais. Acresce ao referido que o recurso às fontes de energia renováveis, permite uma melhoria significativa em termos de proteção ambiental devido à redução de emissões de carbono, enxofre e azoto, e também à minimização da quantidade de resíduos produzidos.

Dos diversos biocombustíveis, o etanol é considerado como sendo o mais promissor, devido principalmente ao seu elevado valor energético. Atualmente é utilizado na indústria dos combustíveis como aditivo da gasolina sendo que, a sua utilização tem vindo a ser cada vez mais frequente e em maior escala (Kaminsky *et al.*, 2008; Kiss and Suszwalak, 2012)

Uma das vantagens de maior relevo do bioetanol relativamente a outras alternativas, como por exemplo o hidrogénio, reside no facto de poder ser facilmente incorporado na gasolina em proporções que podem atingir os 85 %, sem a necessidade de realizar qualquer modificação nos motores existentes. O teor mais elevado em oxigénio permite uma combustão mais eficaz reduzindo a sua pegada ecológica (*carbon footprint*).

Existem diversos processos utilizados à escala industrial para a obtenção do bio-etanol, sendo que o mais vulgar é o fermentativo recorrendo a matérias-primas como o milho, a cana de açúcar e a madeira), não dependendo, portanto, dos cada vez mais escassos combustíveis fósseis. Como resultado destes processos são tipicamente obtidas concentrações em etanol na gama dos 5 a 12 % (m/m), existindo pois a necessidade de concentrar este composto de modo a que possa

cumprir com o imposto pelas normas aplicáveis em cada zona geográfica. Na Europa, aplica-se o disposto na norma EN 15376, que estabelece que o etanol poderá conter um teor em água que não deverá exceder os 0,2 % (v/v), enquanto que nos Estados Unidos da América o teor máximo é de 1,0 % (v/v), conforme imposto pela norma ASTM D 4806 (Kiss and Suszwalak, 2012).

A única limitação atual para a aplicação mais ampla, no que se refere à produção de etanol com as características referidas, prende-se com os elevados custos de produção. Apesar das limitações impostas pelos custos elevados, o mercado relativo à produção de etanol para incorporação nos combustíveis tem vindo a registar um aumento considerável à escala global (Kaminsky *et al.*, 2008).

Nos dias de hoje em que se encara a crise energética global, para além da constante procura de poupança energética e de novos métodos de produção de energia, principalmente a partir de fontes renováveis, é levada a cabo diversa pesquisa com o intuito de redução de custos no processo de desidratação do etanol através de técnicas tradicionais.

No que se refere à concentração do etanol, a destilação é a técnica mais utilizada atualmente, sendo realizada em dois estágios extremamente exigentes em termos do consumo energético, de modo a obter-se a pureza necessária, principalmente devido à ocorrência do conhecido azeótropo etanol-água, com uma concentração de etanol de 95,63 % (m/m). O primeiro estágio, usualmente designado por estágio de pré-concentração, permite obter etanol com uma concentração próxima dos 94% (m/m), enquanto que o segundo estágio possui maior complexidade e constitui um desafio pois possibilita obter etanol com concentrações superiores às do azeótropo (Kiss and Suszwalak, 2012).

Existem diversas alternativas relativamente ao segundo estágio referido anteriormente como sendo a pervaporação, adsorção, destilação com variação de pressão (*Pressure Swing Distillation*), destilação extrativa e destilação azeotrópica. Todos os processos referidos possuem naturalmente vantagens e desvantagens, embora a destilação quer extrativa, quer azeotrópica se destaquem pelo facto de serem mais comumente utilizados, pois possibilitam a produção, em larga escala, de etanol concentrado, apesar dos custos energéticos associados a ambas as técnicas serem comparativamente mais elevados. Destacando estes dois tipos de processos de separação, o grande desafio será a investigação de formas e métodos de reduzir ou minimizar tanto quanto possível os respetivos custos associados (Zereshki, 2012).

1.2 OBJETIVO

A concepção e dimensionamento de estruturas adequadas à destilação azeotrópica constitui um desafio, sendo possível recorrer a diversas opções para realizar a separação dos constituintes de um determinado sistema azeotrópico. Neste âmbito, o presente estudo compreende diversos objetivos.

Numa primeira fase, pretende-se selecionar um sistema com reconhecido interesse industrial e estudar as alternativas em termos das soluções normalmente empregues para a realização da separação dos componentes desse sistema, com especial enfoque nas alternativas de destilação azeotrópica.

Com os elementos obtidos anteriormente, o objetivo seguinte abrange a implementação e simulação, em estado estacionário, de algumas das possibilidades consideradas mais vantajosas. A fase subsequente, que constitui o objetivo central deste estudo, consiste na realização da otimização, em termos da redução do custo, das alternativas escolhidas, recorrendo, para o efeito, a técnicas estatísticas como o planeamento experimental e a análise de variância, de forma a determinar quais as variáveis mais adequadas e, assim, obter uma estrutura e configurações mais apropriadas, atendendo à minimização do custo envolvido.

Por fim, numa última fase, constitui também um objetivo realizar a análise de controlabilidade de uma das configurações, recorrendo a simulação dinâmica, para aferir da viabilidade da sua implementação.

1.3 ESTRUTURA

Este trabalho está organizado sob a forma de secções e correspondentes subsecções.

Na primeira secção, é realizado um enquadramento geral relativo ao âmbito do presente estudo, sendo também definidos os principais objetivos e apresentada a estrutura adotada.

Na segunda secção, como resultado de pesquisa realizada, é apresentada informação geral sobre temas como destilação (história, fundamentos teóricos e processos de destilação avançada), colunas de acoplamento térmico / colunas de parede divisória e simulação de processos.

Na secção 3 apresenta-se a descrição geral relativa à implementação, no simulador de processos *Aspen HYSYS*, de dois sistemas de destilação azeotrópica heterogénea: o primeiro designado por sistema convencional composto por duas colunas de destilação interligadas na sequência indireta, e um segundo sistema constituído por uma coluna de destilação principal ligada a outra coluna, também na sequência indireta, mas neste caso existindo um acoplamento térmico de correntes.

Na secção 4 são apresentados alguns conceitos gerais associados à otimização, procedendo-se ainda à otimização de ambos os sistemas implementados, com recurso à simulação dos processos, obtenção dos resultados em termos de custos e ao seu devido tratamento utilizando técnicas estatísticas, como o planeamento experimental, análise de variância, de entre outras.

Na quinta secção, é selecionado um dos sistemas estudados nas secções anteriores e procede-se à sua simulação em modo dinâmico, sendo definida uma estratégia de controlo e analisada a sua controlabilidade.

Na secção 6 são apresentadas as conclusões gerais do presente estudo e as sugestões para trabalhos a realizar futuramente.

Na secção 7 é apresentada a lista de referências que foram utilizadas para a elaboração desta tese.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 DESTILAÇÃO

A destilação é provavelmente a operação unitária mais estudada na história da engenharia química. Efetivamente sempre houve uma pesquisa muito ampla relativamente a esta operação pelo facto da mesma ter sido e continuar a ser a técnica de separação mais vastamente utilizada quer a nível laboratorial quer industrial (Caballero and Grossmann, 2006).

A principal diferença consiste no facto de que a nível laboratorial a destilação é habitualmente efetuada por lotes enquanto que a nível industrial normalmente é realizada de forma contínua. Numa destilação por lotes, as composições do lote (alimentação), do vapor e do destilado variam durante a destilação, enquanto que numa destilação em contínuo essas mesmas composições deverão ser mantidas constantes, através dos constantes fornecimento de alimentação e remoção de vapor e de líquido do sistema.

Em termos de aplicação industrial, são utilizadas, em larga escala, quer destilação por lotes quer contínua fracionada, por vácuo, azeotrópica, extrativa, reativa e por arraste de vapor.

A destilação industrial é tipicamente realizada em colunas cilíndricas verticais designadas por torres de destilação ou colunas de destilação, possuindo diâmetros que podem variar entre 65 cm e 16 m e alturas que podem ir desde os 6 m aos 90 m ou mais (Maloney, 2008).

O projeto e operação de uma coluna de destilação dependem das características da alimentação e dos produtos desejados. Considerando uma alimentação constituída por uma mistura binária, podem ser utilizados métodos analíticos como o método de McCabe-Thiele ou a equação de Fenske, para efeitos de determinação das características e dimensionamento das colunas de destilação. Para sistemas mais complexos, em que por exemplo a alimentação é composta por multicomponentes, normalmente recorre-se a ferramentas de simulação, quer na fase de projeto quer de operação (Kister, 1992).

2.1.1 PERSPETIVA HISTÓRICA

A destilação é um método de separação extremamente antigo. A sua primeira utilização remonta ao primeiro século A.D. em Alexandria. Por volta do Século XI, a destilação foi usada pela primeira vez no norte de Itália para produzir bebidas alcoólicas. O desenvolvimento do equipamento de destilação foi, indubitavelmente, influenciado por esta área de aplicação. O equipamento apresentado na figura 1, retirado de *Andreas Libavius: Die Alchemie des Andreas Libavius, ein Lehrbuch der Chemie aus dem Jahre 1597, Verlag Chemie, Weinheim 1964* de 1597, era utilizado para a destilação alcoólica realizada por lotes. O calor era fornecido ao líquido contido no ebulidor (a) construído sobre o forno (b), e o vapor formado era liquefeito em dois condensadores. A água de refrigeração era mudada periodicamente. O único processo visível era o fluxo de condensado para o recipiente de recolha (d). Por esse motivo esta técnica foi designada pela palavra latina *destillare*, que significa pingar ou gotejar. Mesmo no primeiros tempos, era conhecido que um conteúdo alcoólico mais elevado era possível recorrendo a um segundo estágio de destilação. No equipamento apresentado na figura referida era possível realizar duas destilações em simultâneo. O condensado proveniente da primeira destilação era refluxado para a secção superior do ebulidor, designado na altura por *Rectificatorium* e que era vaporizado com o vapor proveniente do ebulidor. O vapor então produzido era novamente liquefeito em dois condensadores, sendo o líquido resultante, com um teor alcoólico superior, recolhido num segundo recipiente.

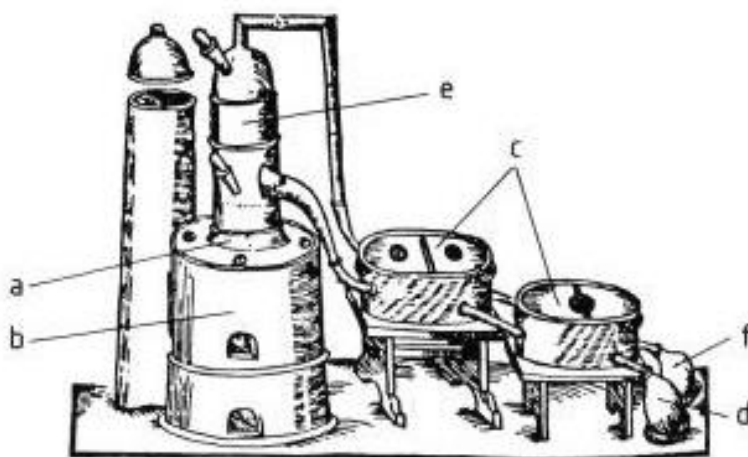


Figura 1 - Equipamento de destilação e retificação

(Adaptado de “*Andreas Libavius: Die Alchemie des Andreas Libavius, ein Lehrbuch der Chemie aus dem Jahre 1597, Verlag Chemie, Weinheim 1964*”, 1597 (a – Ebulidor; b – Forno; c – Condensadores; d – Recipiente de recolha; e – Secção superior do ebulidor; f – Recipiente de recolha))

O termo retificação é derivado deste processo o qual, especialmente na Europa, é utilizado para descrever uma destilação multiestágios. As palavras latinas *recte facere* significam retificar ou melhorar. Efetivamente, até aos dias de hoje, retificação refere-se a um processo através do qual uma concentração superior é obtida após o primeiro estágio de evaporação (Stichlmair, 2005).

A destilação na sua forma mais rudimentar já é praticada há cerca de 2000 anos, tendo sido inicialmente aplicada na concentração de bebidas alcoólicas, como já referido anteriormente. Desde então, este processo emergiu como sendo o principal para a separação de misturas nos processos químicos e indústrias associadas, devido à sua versatilidade, simplicidade e economia. Como mencionado, as primeiras destilações realizadas foram do tipo destilações por lote (*batch*), por vezes designadas por destilações simples ou diferenciais. Atualmente, a maioria das destilações são do tipo multiestágio com retificação, operadas de modo contínuo ou por lote (Albright, 2008).

2.1.2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

A destilação é um processo físico que permite a separação de uma mistura líquida nos seus constituintes. Quando essa mistura é parcialmente vaporizada, o vapor normalmente possui uma composição diferente da composição do líquido residual. Implicitamente a este método existe a condensação do vapor de forma a originar um produto líquido, designado por destilado (*Distillate*), sendo que o líquido residual é designado por resíduo (*Bottoms*).

As destilações são realizadas em reservatórios verticais (colunas de destilação) com dispositivos de contacto internos, usualmente pratos / tabuleiros (*trays*) ou enchimentos, que permitem um contacto íntimo entre o vapor e o líquido. Quando operadas em contínuo, usualmente o modo preferido, as colunas são normalmente alimentadas com uma mistura líquida aproximadamente no centro da coluna, definindo conseqüentemente uma secção de esgotamento (*stripping zone*) abaixo do ponto de alimentação e uma zona de retificação (*rectifying zone* ou *enriching zone*) acima desse mesmo ponto. Os componentes mais voláteis saem pelo topo da coluna enquanto que os menos voláteis saem pelo fundo. As torres de destilação industriais utilizam uma corrente de refluxo, introduzida no topo da coluna e constituída por uma fração líquida do produto obtido no topo (após condensação). Esta corrente, possuindo um fluxo descendente dentro da coluna irá arrefecer e condensar os vapores, que circulam no sentido ascendente, permitindo uma separação mais eficaz dos componentes e assim aumentando a eficiência da coluna. Por regra, quanto

maior for o caudal desta corrente melhor será a separação, sendo possível a redução do número de pratos teóricos para uma dada separação (Maloney, 2008).

Um diagrama típico de uma coluna de destilação é apresentado na figura 2.

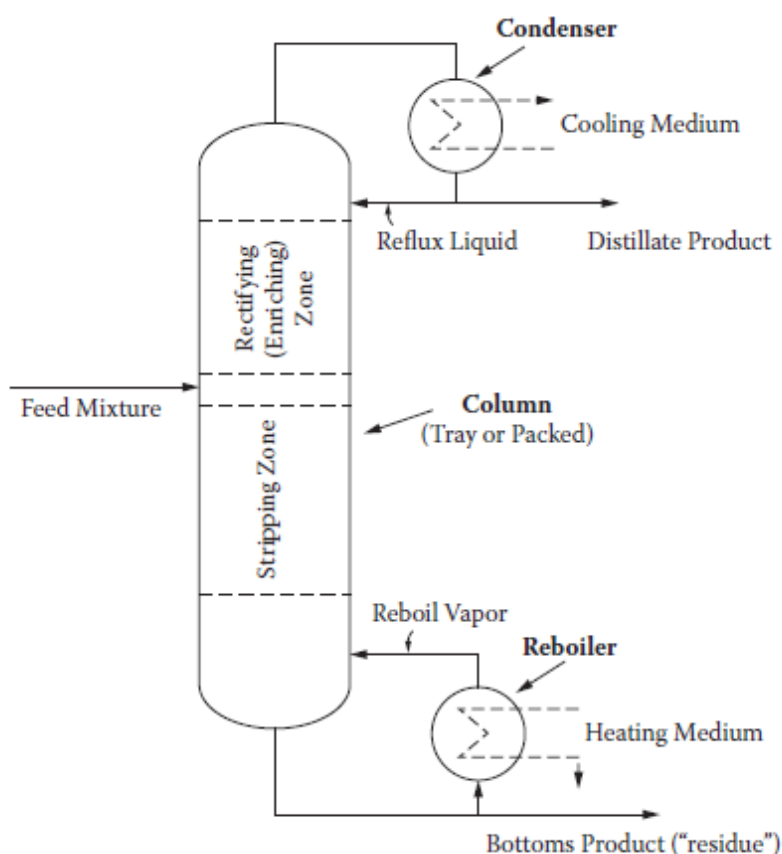


Figura 2 - Esquema de uma coluna de destilação: operação em modo contínuo

(Fonte: *Albright's Chemical engineering Handbook* (Albright, 2008))

O calor é fornecido na base da coluna por uma corrente de vapor proveniente do ebulidor, sendo removido pelo topo da coluna por um condensador originando um produto destilado. Uma fração desse destilado retorna à coluna por uma corrente de refluxo líquida, conforme referido anteriormente (Albright, 2008).

EQUILÍBRIO LÍQUIDO-VAPOR

O princípio fundamental da destilação consiste no equilíbrio físico entre as fases líquidas e de vapor de um determinado sistema. O equilíbrio é a condição alcançada após um determinado período de contacto entre as fases. Na prática, os sistemas líquido-vapor normalmente atingem um estado próximo do equilíbrio num intervalo de tempo comparativamente reduzido. No

equilíbrio, a composição na fase de vapor é usualmente diferente da composição da fase líquida, excetuando os casos em que existem azeótropos. A relação das concentrações de equilíbrio entre as duas fases, de um certo componente, é dado pela constante de equilíbrio (k) ou volatilidade (α), constituindo uma medida da tendência para vaporizar, de um determinado componente.

A constante de equilíbrio (k) relativa a um determinado componente i , é dada pela relação:

$$K_i = \frac{y_i^*}{x_i} \quad (1)$$

onde

K_i = Constante de equilíbrio do componente i

y_i^* = Fração molar do componente i em equilíbrio na fase de vapor

x_i = Fração molar do componente i na fase líquida

As constantes de equilíbrio dos dois componentes do sistema podem ser comparadas, nas mesmas condições, através da volatilidade relativa definida pela relação:

$$\alpha_{ij} = \frac{K_i}{K_j} \quad (2)$$

onde

α_{ij} = volatilidade relativa de i em relação a j .

Frequentemente a volatilidade relativa é expressa como o quociente entre o mais volátil e o menos volátil, pelo que o valor numérico de α_{ij} será superior à unidade. A volatilidade relativa é uma excelente ferramenta que permite retirar conclusões relativas à exequibilidade e facilidade de realização de uma dada separação por destilação. Geralmente, quanto maior a volatilidade relativa entre os dois componentes, mais fácil e menos dispendiosa será a separação. No exemplo da figura 3 é possível verificar que a volatilidade relativa do sistema Benzeno / o-Xileno é superior à volatilidade relativa do sistema Benzeno / Tolueno pois a linha de equilíbrio encontra-se mais afastada da reta diagonal do diagrama.

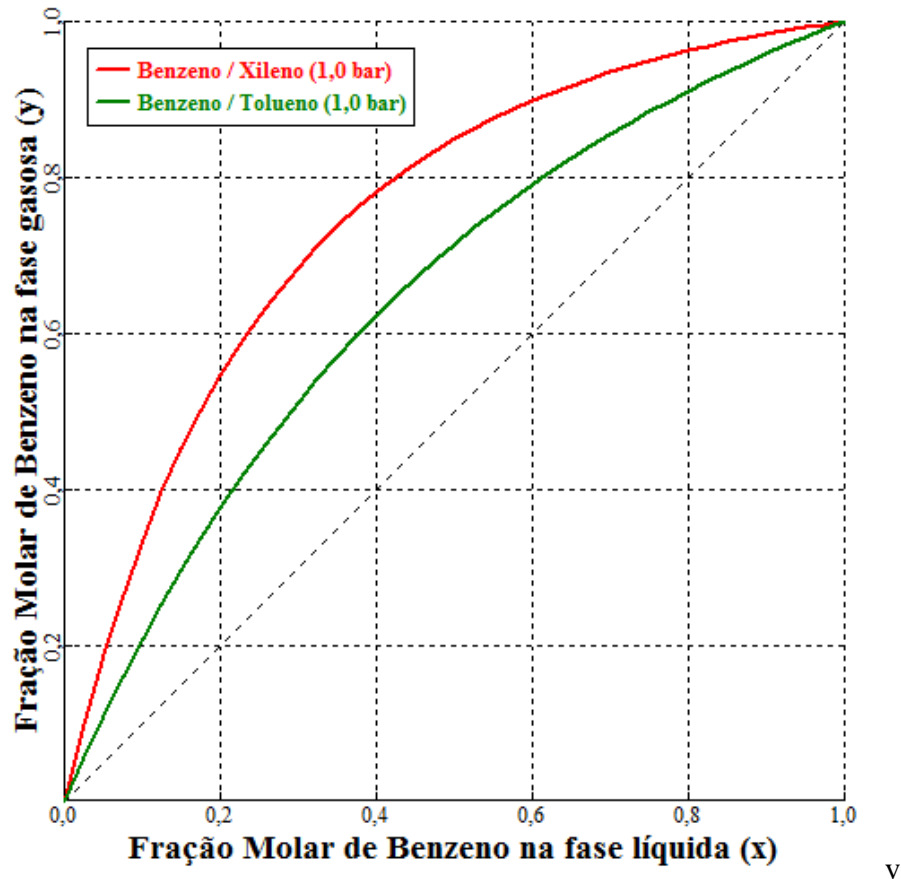


Figura 3 - Diagrama xy para os sistemas Benzeno / Tolueno e Benzeno / O-Xileno (P=1 bar)
(Fonte: Aspen Plus V 7.3)

Se a volatilidade relativa for unitária, como sucede no caso dos azeótropos, a separação por destilação convencional é impossível (Albright, 2008).

Existem diversos diagramas que permitem também retirar algumas conclusões relativas à viabilidade de uma dada separação por destilação, sendo que os mais vulgares são apresentados nas figuras 4 e 5, relativamente ao sistema Etanol-Água.

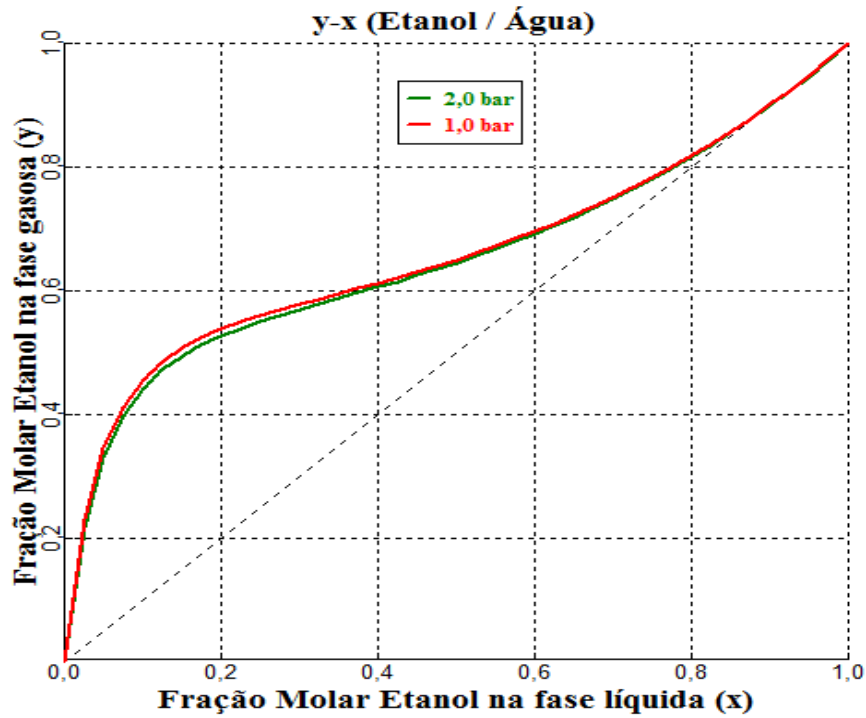


Figura 4 - Diagrama xy para o sistema etanol-água (P=1 bar; P=2bar)

(Fonte: Aspen Plus V 7.3)

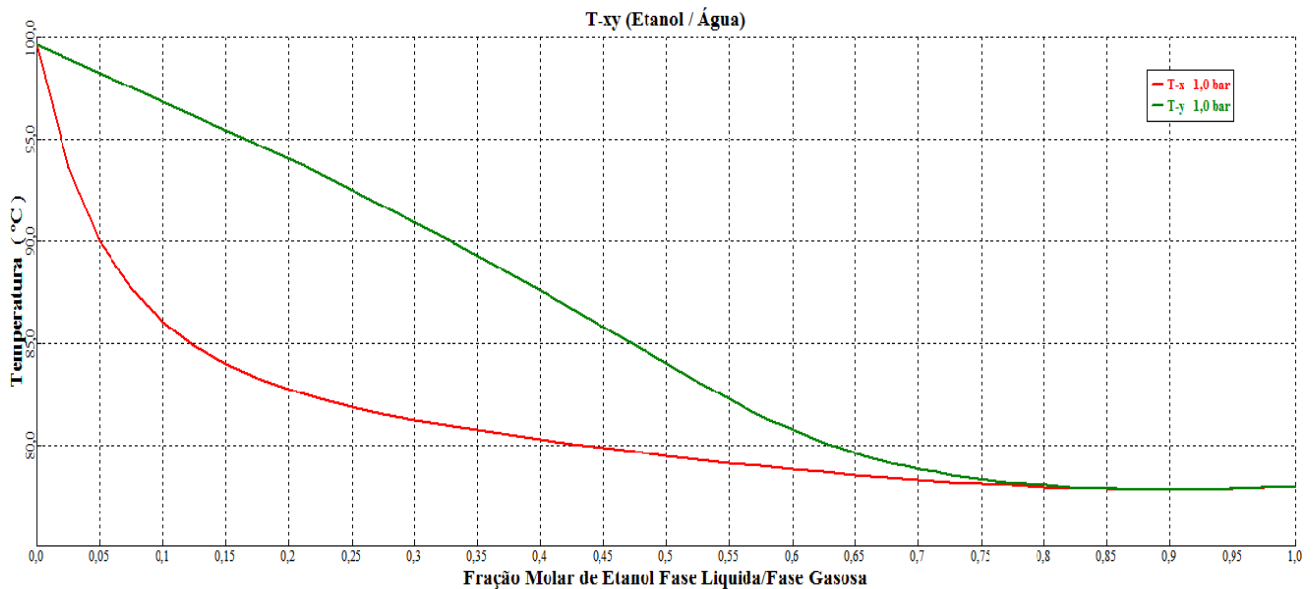


Figura 5 - Diagrama Txy para o sistema etanol-água (P= 1 bar)

(Fonte: Aspen Plus V 7.3)

O sistema envolvido num processo de destilação pode ser binário ou multicomponente e ideal ou não-ideal. No caso das figuras 4 e 5, trata-se de um sistema binário e não ideal, pois a água é uma molécula polar enquanto que o etanol é essencialmente apolar (possuindo alguma

polaridade apenas no extremo da cadeia), sendo ainda possível verificar, na figura 4, a presença de um azeótropo, pelo cruzamento da linha de equilíbrio com a reta diagonal do diagrama.

Existem diversos métodos para a previsão dos dados de equilíbrio baseados na aplicação dos fundamentos da termodinâmica, a cada fase, encontrando-se estes métodos devidamente descritos na literatura (*vide* Walas (1985) e Reid *et al.* (1987)). Para sistemas multicomponente, a abordagem usual consiste na obtenção dos dados de equilíbrio para cada par de espécies do sistema e posteriormente combiná-los de modo adequado afim de se obterem os respetivos dados de equilíbrio para todos os componentes. Existem, atualmente, muitos programas de simulação que possuem os dados do equilíbrio líquido-vapor incorporados nos mesmos, o que facilita bastante a sua obtenção.

Nos sistemas ideais é aplicável a *lei de Raoult*, na fase líquida:

$$y_i^* \cdot P = x_i \cdot p_i^{sat}(T) \quad (3)$$

onde a pressão de vapor saturado do componente i , p_i^{sat} , é variável com a temperatura, sendo normalmente representada pela *equação de Antoine*:

$$\ln p_i^{sat}(T) = A + \frac{B}{T + C} \quad (4)$$

onde as constantes A , B e C foram determinadas para vários elementos e compostos. Caso seja aplicável a *lei de Dalton*:

$$y_i^* = \frac{p_i}{P} \quad (5)$$

Combinando as expressões 3, 4 e 5 obtém-se a equação 6 que define os valores de determinado equilíbrio líquido-vapor, relativamente a um sistema ideal.

$$y_i^* \cdot P = x_i \cdot p_i^{sat}(T) \quad (6)$$

No entanto, a maioria dos sistemas não se misturam de forma ideal na fase líquida, sendo portanto aplicável a *lei de Raoult* modificada, apresentada na equação 7.

$$y_i^* \cdot P = \gamma_i^L(T, x) \cdot x_i \cdot p_i^{sat} \quad (7)$$

Onde o termo γ_i^L , dependente da temperatura e composição, representa o coeficiente de atividade da espécie i na fase líquida, também designado por vezes como *fator de correção da lei de Raoult*. A equação anterior é aplicável quer a misturas ideais, quer não ideais, sendo que no primeiro caso o termo γ_i^L assume o valor de um.

ESTÁGIOS DE CONTACTO

A unidade mais elementar duma destilação multiestágio é cada estágio de contacto considerado individualmente, conforme ilustrado na forma de diagrama de blocos, na figura 6. Cada estágio de contacto recebe líquido a partir da estágio superior e vapor a partir do estágio inferior. Também poderá receber uma alimentação a partir do exterior e/ou produzir uma corrente de saída lateral de líquido, vapor, ou ambos.

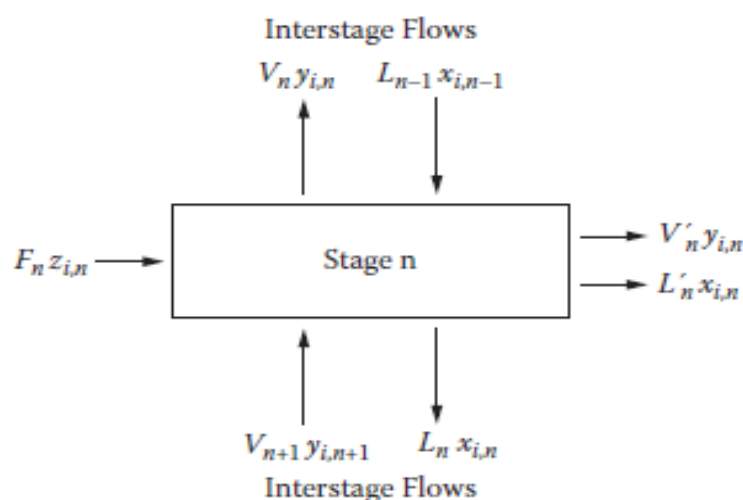


Figura 6 - Fluxos dos componentes num determinado estágio de contacto

(Fonte: Albright's Chemical engineering Handbook (Albright, 2008))

Se ocorrer uma reação num dos estágios de contacto, como sucede, na destilação reativa, as concentrações nesse estágio devem refletir a conversão obtida nesse estágio à temperatura e pressão do mesmo.

MÚLTIPLOS ESTÁGIOS

O estágio de contacto ilustrado na figura 6 pode ser combinado com outros estágios de contacto formando um processo em cascata de múltiplos estágios. Este esquema constitui a coluna de

destilação descrita anteriormente. Em esquemas mais complexos, a coluna de destilação pode possuir múltiplas alimentações e diversas correntes laterais de saída, podendo ainda ser integrada com outras colunas de destilação, dando origem a uma sequência de destilação composta por várias colunas.

PROJETO DE UM PROCESSO DE DESTILAÇÃO

Tipicamente, o desenvolvimento do projeto de um sistema de destilação é realizado em três etapas, o projeto conceptual, o projeto preliminar e o projeto de detalhe.

1. Projeto conceptual

O objetivo final desta etapa é a obtenção de um diagrama para o processo onde constem todos os equipamentos, as ligações e características de todas as correntes e as condições operatórias. Normalmente são conhecidas as características da mistura a separar (componentes: número, nome e composição, pressão e temperatura) bem como as características dos produtos resultantes (normalmente o grau de pureza). Podem ser consideradas diversas abordagens e metodologias em combinação com determinadas heurísticas para a conceção da sequência de destilação mais adequada a cada caso, devendo ser considerados diversos aspetos como as características da mistura (número de componentes, composição dos componentes, idealidade ou não-idealidade, formação ou não de azeótropos e tipos de azeótropos, pressão, temperatura, de entre outros). Desta análise é possível obter-se diversas sequências de destilação viáveis para a separação pretendida, que podem ser do tipo simples (sequência direta ou sequência indireta) ou do tipo complexo (colunas com acoplamento térmico de correntes, com integração energética entre colunas, com saídas laterais, de entre outras) (Doherty and Malone, 2001).

2. Projeto Preliminar

Nesta fase é realizado um dimensionamento e determinação das colunas de destilação de modo a que possam ser cumpridas as especificações requeridas para os produtos. Neste âmbito, enquadram-se duas abordagens:

- i. A **abordagem abreviada** (*shortcut*) que se baseia método FUGK (*Fenske-Underwood-Gilliland-Kirkbridge*). Conhecendo as condições da corrente de alimentação (Temperatura, Pressão e Composição) e estabelecendo as composições dos produtos, através de cálculos baseados nas equações de Fenske e de Underwood, obtem-se o número mínimo de pratos e a razão de refluxo mínima, respetivamente.

Atendendo a determinadas heurísticas baseadas nos estudos de Fair e de Bolles (1968), pode determinar-se a razão de refluxo pretendida (15 a 25 % superior à razão de refluxo mínima (Luyben, 2006)) e obter-se ainda, a posição ótima do prato de alimentação (através da relação de Kirkbridge), bem como o número de pratos adequado para essa razão de refluxo, através da correlação empírica de Gilliland (normalmente duas vezes superior ao número mínimo de pratos);

- ii. A **abordagem rigorosa** que se traduz na resolução, relativamente a cada estágio, das equações MESH (*Material balance equation, Equilibrium equations, Summation or Stoichiometric equations, Heat or enthalpy or energy equations*). Estas equações descrevem totalmente uma coluna de destilação, definem os balanços materiais totais, balanços energéticos totais e composições totais. Descrevem, ainda, para cada estágio, as condições de equilíbrio, balanços mássicos para cada componente e para todos os componentes, e balanços energéticos (Kister, 1992).

3. Projeto de Detalhe

A etapa final consiste no projeto de detalhe, em que são especificados rigorosamente todos os equipamentos e características respetivas. No caso da destilação destacam-se: os tipos de estágios, número de furos dos pratos (no caso de pratos perfurados), tipo de enchimento, número de unidades de transferência e altura de cada unidade de transferência (no caso de colunas com enchimento), características da tubagem diversa, dimensão e tipo de bombas, áreas dos permutadores de calor, dimensão e tipo de válvulas, de entre outros.

A sequência típica associada ao projeto de uma coluna de destilação é a seguinte:

1. Determinar a composição da alimentação incluindo todos os componentes, ainda que minoritários;
2. Estabelecer o grau de separação pretendido, incluindo purezas dos produtos chave, bem como as frações de determinados componentes a recuperar, eventualmente, nas correntes;
3. Obter propriedades físicas importantes dos componentes envolvidos, incluindo sobretudo composições referentes ao equilíbrio líquido-vapor, temperaturas e gamas de pressão da separação. Em grande parte dos casos, determinadas ferramentas ou

aplicações informáticas permitem a previsão de propriedades físicas como dados de equilíbrio, densidades, viscosidades, tensões superficiais e coeficientes de difusão;

4. Calcular o índice de separação apropriado (usualmente pratos teóricos mas por vezes números de unidades de transferência) para a separação pretendida;
5. Especificar o equipamento necessário para o processo. Embora o enfoque se encontre na coluna de destilação, os permutadores de calor, as bombas, os sistemas de controlo, entre outros, devem também ser contemplados. Este passo inclui a determinação do número de pratos em função do número de pratos teóricos, ou a altura da zona de contacto em função das unidades de transferência (Luyben, 2006).

2.1.3 DESTILAÇÃO AVANÇADA

AZEOTROPIA

A palavra azeótropo deriva de uma palavra grega que designa “inalterado na ebulição”.

É possível encontrar na literatura diversas formas de definir o conceito de azeótropo, sendo que apenas uma delas é suficientemente geral para contemplar todas as situações. Para misturas homogéneas de vapor-líquido, todas as definições são aplicáveis. No entanto, o mesmo não sucede relativamente a sistemas de equilíbrio mais complexos como por exemplo, quando estão presentes múltiplas fases líquidas ou reações químicas.

De uma forma geral, um estado azeotrópico é definido como um estado em que ocorre a transferência de massa entre as fases, enquanto que a composição de cada fase se mantém constante, mas não necessariamente igual.

De facto, um azeótropo pode ser definido como uma mistura de dois ou mais componentes que quando é levada à ebulição origina um vapor com a mesma composição do líquido, implicando a impossibilidade de posterior separação dos componentes por destilação simples.

Em sistemas que exibem um comportamento ideal na fase líquida, conforme já referido anteriormente, aplica-se a lei de Raoult e não há ocorrência de azeótropos. Quando estamos perante um comportamento não-ideal, os sistemas dizem-se apresentar desvios negativos à lei de Raoult, se o coeficiente de atividade das espécies, γ_{iL} , for inferior a um e desvios positivos se esse coeficiente tiver um valor superior a um. Se esse valor se afastar suficientemente do valor um poderemos ter a possibilidade de formação de um azeótropo. No entanto, os desvios à lei de Raoult não são por si só suficientes para que haja ocorrência de um azeótropo, os pontos de ebulição dos componentes deverão também ser suficientemente próximos para permitir a

formação de um azeótropo, sendo que a formação de um azeótropo dificilmente ocorrerá entre compostos cujos pontos de ebulição difiram em mais de 30 °C (Albright, 2008).

Cada azeótropo tem um ponto de ebulição característico que é fixo, podendo ser superior ou inferior ao dos constituintes puros da mistura, sendo designados por azeótropos de máximo e de mínimo ponto de ebulição, respetivamente.

Um azeótropo pode ainda ser homogéneo ou heterogéneo, consoante as fases líquidas dos seus componentes sejam ou não miscíveis.

Em operações de destilação, as separações resultam das diferenças de composição entre as fases líquidas e de vapor resultantes da vaporização parcial da mistura líquida ou da condensação parcial da mistura de vapor. A fase de vapor é enriquecida com os componentes mais voláteis enquanto que a fase líquida é empobrecida nesses mesmos componentes. Em muitas situações, no entanto, as diferenças de composição entre as fases líquidas e de vapor no equilíbrio são bastante reduzidas (condições de ponto de estrangulamento - *pinched conditions*), sendo necessárias sucessivas vaporizações e condensações para que se consiga obter a separação pretendida. Para além disso, conforme anteriormente abordado, pode mesmo chegar-se a uma situação em que as composições nas duas fases são idênticas, formando-se um azeótropo, tornando a separação por destilação simples impossível. No caso de se pretender separar os componentes de uma mistura que forme um azeótropo, acima da composição azeotrópica, é necessário recorrer a técnicas de destilação avançada (Maloney, 2008).

Diversas técnicas baseadas em destilação foram desenvolvidas para sistemas de baixa volatilidade relativa (normalmente $< 1,10$) ou que exibam um comportamento azeotrópico. Essas técnicas assentam em determinados mecanismos que permitam alterar o comportamento do equilíbrio líquido-vapor dos componentes principais da mistura (Seader *et al.*, 2011). Podem destacar-se as seguintes:

1. Destilação Extrativa

Neste tipo de destilação é utilizada uma quantidade elevada de um solvente com um ponto de ebulição relativamente elevado provocando uma alteração dos coeficientes de atividade de modo a que a volatilidade dos componentes principais se torne mais favorável. Tipicamente, o solvente é adicionado á coluna de destilação junto ao topo da coluna, saindo pelo fundo sem ocorrer a formação de azeótropos. Se a alimentação da coluna possuir um azeótropo, a adição do solvente irá quebrá-lo, podendo ainda ocorrer inversão de volatilidades dos componentes.

2. Destilação Salina

Este tipo de destilação constitui uma variante da destilação extrativa, em que é adicionado um sal não iónico e solúvel na corrente de refluxo, provocando uma alteração das volatilidades dos componentes. Este sal mantém-se sempre na fase líquida à medida que atravessa a coluna.

3. Destilação com Variação de Pressão

É normalmente utilizada para separar uma mistura que forma um azeótropo sensível à pressão. Utiliza duas colunas em sequência que operam a diferentes pressões.

4. Destilação Azeotrópica Homogénea

Permite a separação dos componentes de uma mistura através da adição de um arrastador que forma um azeótropo de mínimo ou de máximo pontos de ebulição com um dos componentes da mistura. O ponto de adição do arrastador dependerá do local de onde será removido o azeótropo formado. Assim, se o azeótropo formado for de ponto de ebulição mínimo deverá ser adicionado no topo da coluna, se por outro lado, o azeótropo for de ponto de ebulição máximo deverá ser adicionado no fundo.

5. Destilação Azeotrópica Heterogénea

Neste tipo de destilação é formado um azeótropo de ponto de ebulição mínimo, após adição do agente mássico (*entrainer*) apropriado. Esse azeótropo distribui-se por duas fases líquidas no condensador. Uma das fases líquidas formadas no condensador é enviada novamente à coluna por uma corrente de refluxo, sendo que a outra fase líquida é enviada para uma nova etapa de separação ou constitui um produto final.

6. Destilação Reativa

Trata-se de um caso especial em que ocorre, num mesmo equipamento, uma reação química em simultâneo com uma destilação.

Neste caso é adicionado um produto químico que reage de modo seletivo e irreversível com um dos componentes da mistura, sendo o produto da reação separado por destilação dos restantes componentes que não reagiram. A reação é posteriormente revertida para recuperar o agente de separação (reagente). Esta operação, muitas vezes designada por destilação catalítica, se for utilizado um catalisador, é particularmente adequada para reações limitadas por restrições de equilíbrio, uma vez que o produto vai sendo separado de forma contínua.

Para destilações multicomponente convencionais, a determinação de uma sequência de destilação viável, bem como o projeto da coluna e a sua otimização são relativamente simples. Em contraste, a determinação e otimização de sequências de destilação avançada são consideravelmente mais difíceis. Os cálculos referentes a destilações avançadas são frequentemente mal sucedidos devido à não-idealidade das soluções líquidas e/ou à dificuldade de especificar separações exequíveis. De modo a diminuir a possibilidade de insucesso dos cálculos referidos são comumente e previamente utilizados diagramas ternários e soluções gráficas neles baseados, que fornecem informação relativa às sequências viáveis de destilação avançada, antes de se proceder à realização dos cálculos rigorosos associados (Seader *et al.*, 2011).

MAPAS DE CURVAS DE RESÍDUOS

Quando se adiciona um agente mássico a uma mistura binária, obtem-se uma mistura ternária, sendo necessário considerar o equilíbrio de fases da nova mistura formada, bem como prever as gamas de composições de destilado e resíduo possíveis. Diagramas triangulares são frequentemente utilizados para descrever as relações de equilíbrio de misturas ternárias, sendo que especialmente importantes são os diagramas de curvas de resíduos e os diagramas ternários. Um exemplo destes diagramas referentes ao sistema Etanol / Água / n-Pentano é apresentado na figura 7.

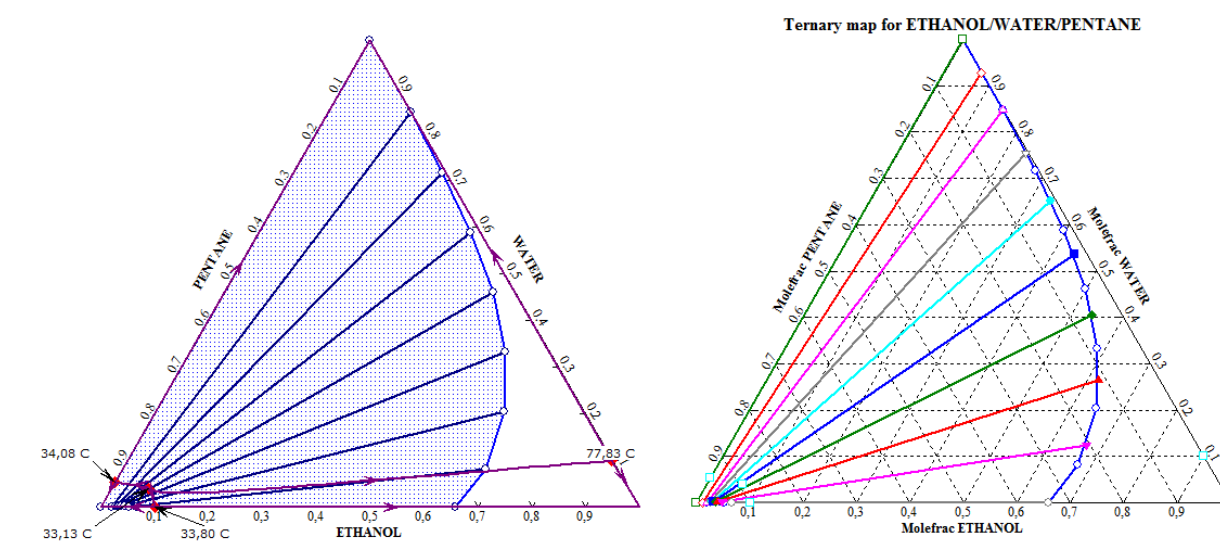


Figura 7 - Diagrama de curvas de resíduos-RCM (esquerda) e diagrama ternário (direita) para o sistema Etanol / Água / n-Pentano (P = 1 bar)

(Fonte: Aspen Plus V 7.3)

Uma curva de resíduo descreve a alteração da composição da fase líquida de uma mistura durante a evaporação contínua nas condições do equilíbrio líquido-vapor. Múltiplas curvas de resíduo para um determinado sistema, representadas num diagrama triangular constituem um mapa de curvas de resíduo. Estes mapas permitem aferir da exequibilidade de separação de uma mistura, por destilação, e por esse motivo constituem uma ferramenta muito importante no projeto de um processo destilativo. Os mapas de curvas de resíduos são tipicamente utilizados para análise de misturas ternárias cuja separação é difícil, devido à formação de azeótropos, ou quando existem baixos valores de volatilidade relativa.

As curvas de resíduos começam a ser traçadas a partir da composição da alimentação e dirigem-se para os componentes puros ou para os pontos azeotrópicos. Os pontos azeotrópicos podem originar regiões de destilação criadas pelo traçado de linhas de fronteira, entre os pontos de composição relativos a cada azeótropo. Caso a composição da alimentação esteja situada dentro de uma determinada região de destilação, não é possível traçar uma curva de resíduo que atravesse uma linha de fronteira. Numa coluna de destilação, isto implica que não é possível obter simultaneamente componentes puros nas suas correntes de topo e de fundo, ou seja, pelo menos numa dessas correntes terá de obter-se uma mistura azeotrópica. Dois componentes puros que estejam presentes em regiões diferentes, não poderão ser separados por destilação convencional.

Os pontos que representam os componentes puros e os pontos azeotrópicos são designados por nodos, sendo que é possível existirem 3 tipos de nodos:

1.Nodo estável

Representam os componentes puros ou os pontos azeotrópicos com o ponto de ebulição mais baixo, sendo que todas as curvas de resíduo terminam em nodos estáveis.

2.Nodo instável

Representam os componentes puros ou os pontos azeotrópicos com o ponto de ebulição mais elevado. Normalmente as curvas de resíduos são iniciadas nestes nodos, nunca terminando num deles.

3.Ponto de sela

Representam os componentes puros ou os pontos azeotrópicos com ponto de ebulição intermédio, sendo que as curvas de resíduo são traçadas em direção a estes pontos e afastam-se

dos mesmos, nunca sendo os mesmos pontos terminais. Apenas as linhas fronteira são iniciadas ou terminam em pontos de sela (Maloney, 2008; Seader, 2011).

2.2 COLUNAS COM ACOPLAMENTO TÉRMICO (TCDC-SS) E COLUNAS DE PAREDE DIVISÓRIA (DWC)

A principal desvantagem da destilação reside no facto de requerer um elevado consumo energético. Realmente, as sequências de separação utilizando colunas convencionais (alimentação única, duas saídas de produtos, um condensador e um ebulidor) possuem uma ineficiência intrínseca causada pela irreversibilidade termodinâmica introduzida pela mistura das correntes de alimentação, do topo e do fundo da coluna. Esta mistura é inerente a qualquer separação que envolva um componente com um ponto de ebulição intermédio podendo ser generalizada para uma mistura de n componentes.

Atendendo ao referido, nos últimos anos, tem vindo a ser estudadas diversas alternativas, com o intuito de reduzir o consumo energético associado aos processos de destilação. De entre essas alternativas, são de destacar as seguintes:

1. Sistemas de colunas com acoplamento térmico de correntes

Estes sistemas aplicados geralmente na separação de misturas constituídas por três componentes, podem ser de 3 tipos:

- I. Sistema com acoplamento integral de correntes, usualmente designado por *Fully Thermally Coupled Distillation Column* (FTCDC) ou coluna de *Petlyuk*. A configuração típica consiste numa coluna principal ligada termicamente por quatro correntes (duas líquidas e duas de vapor) a uma outra coluna, situada lateralmente, onde ocorre uma pré-separação dos constituintes. Neste caso, aplicam-se um ebulidor e um condensador;
- II. Sistema com acoplamento parcial de correntes, constituído por uma coluna termicamente acoplada a coluna de retificação lateral, vulgarmente designado por *Thermally Coupled Distillation Column with Side Rectifier* (TCDC-SR). A configuração típica consiste numa coluna principal ligada termicamente por duas correntes (uma líquida e uma de vapor) a uma outra coluna, situada lateralmente, onde ocorre a retificação. Neste caso, aplicam-se um ebulidor e dois condensadores;
- III. Sistema com acoplamento parcial de correntes, constituído por uma coluna termicamente acoplada a coluna de esgotamento lateral, vulgarmente designado por *Thermally Coupled Distillation Column with Side Stripper* (TCDC-SS). A configuração típica consiste numa

coluna principal ligada termicamente por duas correntes (uma líquida e uma de vapor) a uma outra coluna, situada lateralmente onde ocorre o esgotamento. Neste caso, aplicam-se dois ebulidores e um condensador.

As correntes de interligação entre as colunas, referidas anteriormente, quando introduzidas no topo ou fundo de uma coluna, constituem (ainda que parcialmente) uma corrente de refluxo ou uma corrente de vapor de ebulição a essa mesma coluna, consoante se trate de uma corrente de líquido ou de vapor, respetivamente.

De entre os três sistemas descritos anteriormente, os sistemas com acoplamento parcial de correntes (II e III) constituem frequentemente configurações mais eficientes do que o sistema com acoplamento integral de correntes (I) (Agrawal and Fidkowski, 1998).

Estudos teóricos reportados por Petlyuk *et al.* (1965) demonstraram que a ineficiência energética associada às configurações convencionais de destilação, pode ser melhorada através da exclusão de permutadores de calor (condensadores e ebulidores) e introdução de correntes de acoplamento térmico entre colunas. Se um permutador de calor for removido, o refluxo líquido ou a carga de vapor, consoante o caso, são fornecidos por uma nova corrente proveniente da outra coluna. Desta forma, é possível reduzir os custos energéticos e, em alguns casos, também os custos de capital.

Estudos diversos realizados por vários investigadores (Rudd, 1992; Fidkowsky and Agrawal, 2001) revelaram que as configurações com acoplamento térmico podem implicar reduções no consumo energético na ordem dos 30 %, quando comparados com os sistemas convencionais (Caballero and Grossmann, 2006).

Neste enquadramento, tem vindo a crescer, nos últimos anos, o interesse em sistemas de acoplamento térmico e colunas de parede divisória para separação dos constituintes de misturas ternárias. O desenvolvimento de sistemas termicamente acoplados resultou das tentativas de encontrar alternativas menos dispendiosas para a separação de misturas de multicomponentes, geralmente três. Uma das primeiras aplicações foi a configuração com coluna de retificação lateral, seguindo-se naturalmente a configuração com a coluna de esgotamento lateral e posteriormente a coluna com préfracionador, ou coluna de Petlyuk (Maloney, 2008).

2. Sistemas com colunas termicamente integradas

Neste tipo de sistemas a integração térmica é normalmente realizada recorrendo a permutadores de calor.

3. Sistemas com colunas assistidas por bombas de calor

As bombas de calor convencionais são normalmente de acionamento elétrico do tipo de recompressão de vapor. O funcionamento destas bombas baseia-se no princípio de que um líquido entra em ebulição a uma temperatura mais elevada no caso de ser aumentada a sua pressão. Deste modo, um líquido de baixa pressão passa através de um evaporador, onde recebe calor provocando a ebulição do líquido a uma temperatura inferior. O vapor de baixa pressão gerado passa por um compressor sendo comprimido até uma pressão superior. O vapor de alta pressão resultante entra então num condensador, onde se dá a sua condensação e consequentemente a transferência do seu calor latente a uma temperatura superior, antes de sofrer expansão, passando novamente a um líquido de baixa pressão. As bombas de calor podem ser ligadas a colunas de destilação de três formas. A forma mais simples consiste em substituir o vapor e a água de refrigeração por um fluido refrigerante (sistema fechado). As restantes formas de bombas de calor utilizam os fluídos das colunas como refrigerantes. Assim, quando o destilado é um bom fluido refrigerante, a recompressão de vapor pode ser usada. Por outro lado, se o resíduo for um bom fluido refrigerante, a sua evaporação parcial pode ser utilizada (Zereshki, 2012).

Relativamente aos sistemas constituídos por colunas com acoplamento térmico de correntes assumem um papel extremamente relevante, os sistemas termodinamicamente equivalentes, conhecidos como colunas de parede divisória, ou mais vulgarmente por *Dividing-Wall Columns* (DWC) ou colunas *Kaibel*. Tratando-se de misturas ternárias, estes sistemas, são normalmente constituídos por uma única coluna em que é instalada uma parede divisória disposta de uma determinada forma, consoante o sistema em questão. Conforme já referido, as colunas *Kaibel* e os sistemas com acoplamento térmico de correntes, são termodinamicamente equivalentes, desde que a parede interna instalada nas primeiras possua isolamento térmico (Lestak *et al.*, 1994), pelo que, em termos dos custos energéticos, eles deverão ser equivalentes. No entanto, as colunas DWC oferecem benefícios adicionais relativamente à redução dos custos de investimento, sendo que os valores típicos rondam os 30%.

Diversos estudos teóricos e experimentais realizados por Abdul Mutalib e Smith (1998) demonstraram que as colunas do tipo DWC podem ser operadas e controladas com sucesso, da mesma forma com o que sucede relativamente às colunas com acoplamento térmico de correntes. (Amminudin *et al.*, 2001)

2.3 SIMULAÇÃO DE PROCESSOS

Atualmente, na maioria dos casos, os cálculos referentes aos diversos processos são realizados recorrendo a simuladores comerciais. Estes programas contêm modelos para a generalidade das operações unitárias, bem como modelos de propriedades físicas e termodinâmicas.

Os programas de simulação de processos podem ser divididos em duas categorias principais:

1. Programas de sequência modular

Neste tipo de programas as equações que descrevem cada operação unitária são resolvidas módulo a módulo de modo faseado, sendo utilizadas técnicas iterativas para a resolução de problemas resultantes da informação dos reciclos;

2. Programas simultâneos

Neste caso, todo o processo é descrito por um conjunto de equações, sendo que essas equações são resolvidas de forma simultânea e não de forma faseada como sucede com os programas baseados numa abordagem sequencial. Os programas simultâneos permitem a simulação de processos e equipamentos em estado não estacionário e permitem uma convergência mais célere no caso de existirem múltiplos reciclos.

No passado, a maioria dos programas de simulação eram do tipo de sequência modular. Esses programas eram mais simples de desenvolver e requeriam menores desempenhos, na perspetiva computacional. As maiores dificuldades advinham da realização dos métodos iterativos para resolução dos problemas dos reciclos e obter convergência. A principal limitação deste tipo de programas consistia na incapacidade de simular o comportamento dinâmico, dependente do tempo, de um determinado processo. Efetivamente, os simuladores dinâmicos requerem uma consideravelmente superior capacidade computacional comparativamente aos simuladores de estado estacionário, de modo a resolver as milhares de equações diferenciais necessárias à descrição de um dado processo. Com o advento de computadores mais desenvolvidos, atualmente, não existe qualquer restrição ao recurso a simuladores dinâmicos. Pelas sua natureza, os programas simultâneos não possuem os problemas de convergência dos reciclos característicos dos simuladores sequenciais. No entanto, como a temperatura, a pressão, e o caudal não são estabelecidos e os valores de entrada numa unidade não são determinados pelos valores de saída calculados pela unidade precedente da sequência, os programas simultâneos requerem um tempo de simulação superior. Este facto conduziu ao desenvolvimento de

programas híbridos em que o estado estacionário é utilizado para gerar as condições iniciais da simulação dinâmica, baseada em equações. A principal vantagem dos simuladores simultâneos e dinâmicos é a sua capacidade de simular as condições de estados não estacionários que ocorrem no arranque e nas falhas de um processo. Pelos motivos referidos, os simuladores dinâmicos têm vindo a ser utilizados de forma cada vez mais frequente no projeto de sistemas de controlo.

Como exemplos de simuladores com as características dos referidos anteriormente, destacam-se o *Aspen HYSYS*, o *Aspen Plus*, o *Chemcad*, o *Design II*, o *PRO/II* e *DYNSIM* e o *UniSim Design* (Towler and Sinnott, 2008).

ESPECIFICAÇÃO DOS COMPONENTES E MODELOS DE PROPRIEDADES FÍSICAS

O primeiro passo na elaboração da simulação de um processo consiste no estabelecimento da base química do modelo, selecionando os componentes a incluir no balanço de massas e os modelos a usar na previsão de propriedades físicas e de equilíbrio de fases.

Os simuladores comerciais contêm uma vasta base de dados de componentes puros, sendo que os mais comuns são os compostos orgânicos, mas existindo também diversos compostos inorgânicos e eletrólitos. A seleção dos componentes deverá ser bastante criteriosa, atendendo aos componentes que poderão ter um maior impacto relativamente ao projeto do processo, operação e aspetos económicos. Também no que concerne à seleção dos modelos de previsão de propriedades, os mais comuns integram a generalidade dos simuladores comerciais, devendo a sua seleção obedecer a considerável rigor atendendo às características das espécies envolvidas, de modo a que se obtenha uma representação cabal do sistema em causa (Towler and Sinnott, 2008).

3 IMPLEMENTAÇÃO E SIMULAÇÃO EM ESTADO ESTACIONÁRIO

Normalmente, para a implementação de um sistema de destilação nos simuladores comerciais é necessário determinar, ainda que de forma aproximada, a estrutura do sistema, como o número de pratos das colunas e posição dos pratos de alimentação, bem como determinadas condições operatórias, como razões de refluxo, especificações quer da alimentação quer dos produtos, de entre outros. Neste âmbito, o presente trabalho foi desenvolvido tendo como referência o estudo realizado por Kiss e Suszwalak (2012) relativamente à destilação azeotrópica de uma mistura de etanol e água a partir de uma composição ligeiramente inferior à do conhecido azeótropo binário formado entre os dois componentes (89,47% mol EtOH). Na realidade, o estudo referido constitui o ponto de partida que permitiu começar a esboçar os esquemas e sequências mais adequados a este trabalho, fornecendo diversos dados estruturais e condições operatórias, que possibilitaram a sua inicialização. Considerando o mencionado, foram implementados no simulador de processos *Aspen HYSYS* dois sistemas:

1. Um sistema constituído por duas colunas convencionais, na sequência inversa, adiante designado por SC (Sistema Convencional);
2. Outro sistema constituído por uma coluna principal e uma coluna de esgotamento lateral, em que as duas colunas são acopladas termicamente por intermédio de duas correntes, uma de líquido e outra de vapor, sendo este sistema designado por TCDC-SS (*Thermally Coupled Distillation Column with Side Stripper*).

Relativamente ao sistema referido no ponto 1 poderia realizar-se a determinação de alguns parâmetros e condições, recorrendo à ferramenta *Shortcut Distillation Column* incorporada no *Aspen HYSYS*, conforme procedimento descrito na secção 2. No entanto, havendo informação experimental disponível, optou-se por utilizá-la em detrimento daquela que seria possível obter, por aquela via, facilitando a implementação.

Para ambos os sistemas foi adotado o pacote de previsão de propriedades *UNIQUAC*, incorporado no *Aspen HYSYS*, que permitiu a previsão das propriedades termodinâmicas dos componentes envolvidos, nomeadamente os respetivos coeficientes de atividade.

O agente mássico utilizado foi o n-pentano. De acordo com o estudo realizado por Kiss e Suszwalak (2012) a utilização do n-pentano representa uma redução do custo energético de cerca de 35 % quando comparado, por exemplo, com a utilização de ciclohexano, conforme estudo realizado por Sun *et al.* (2011).

Considerando o sistema constituído (Etanol / Água / n-Pentano) e para aferir da viabilidade de separação dos seus 3 constituintes, foram obtidos através do *Aspen Plus*, os diagramas ternários

e as curvas de mapas de resíduos à pressão de 1 e 2 bar (*vide* anexos C e D). Em todos os casos é possível verificar que, para o sistema em questão, é possível uma separação precisa (*sharp split*), através de duas colunas dispostas na sequência indirecta, sendo que a composição da alimentação pode ser ajustada para separar na primeira coluna o etanol (como resíduo) do azeótropo ternário, de ponto de ebulição mínimo, formado (como destilado). O destilado, após condensação, sendo constituído por duas fases imiscíveis (essencialmente água e n-pentano) é separado por gravidade no condensador, sendo que a fase orgânica (n-pentano principalmente) é recirculada à primeira coluna e a fase aquosa (principalmente água e algum etanol) é enviada para a segunda coluna para separação dos dois componentes. Desta forma, o processo geral perfigura um esquema de destilação azeotrópica heterogénea (Bastidas *et al.*, 2010).

3.1 IMPLEMENTAÇÃO DO SISTEMA CONVENCIONAL (SC)

Atendendo ao referido na secção 3 foram considerados os dados do artigo mencionado (Kiss and Suszwalak, 2012), sendo que os respetivos valores são apresentados na tabela 1.

Tabela 1 - Parâmetros para implementação do sistema convencional (SC)

Parâmetro	Valor	Unidade
Razão de refluxo da coluna C1	0,12	kmol/kmol
Número de estágios da coluna C1	25	NA
Número do prato de alimentação da mistura etanol / água	11	NA
Número do prato de alimentação do agente mássico (OD2) à coluna C1	9	NA
Número do prato de alimentação da corrente D22 à coluna C1	8	NA
Razão de refluxo da coluna C2	2,14	kmol/kmol
Número de estágios da coluna C2	29	NA
Caudal de alimentação de etanol (A) à coluna C1	85	kmol/h
Caudal de alimentação de água (A) à coluna C2	15	kmol/h
Caudal de alimentação de agente mássico (OD2) à coluna C1	751,57	kmol/h
Pressão de operação da coluna C1	1	bar
Pressão de operação da coluna C2	1	bar
Pureza do etanol (corrente R1)	99,70	% (mol)
Pureza da água (corrente R2)	98,50	% (mol)

Para a construção do diagrama deste processo, apresentado na figura 8, descreve-se de uma forma sucinta, os passos e aspetos considerados mais relevantes:

1. Foi introduzida uma primeira coluna (C1) convencional, tendo sido selecionado um condensador do tipo total, introduzidas as pressões e o número de pratos respetivo;

2. Foi criada a corrente de alimentação, introduzidas as suas características e ligação à coluna C1 no prato respetivo;
3. Foram criadas três novas correntes: uma corrente de saída lateral a partir do condensador (AD) e as típicas correntes de destilado (OD) e resíduo (R1);
4. Para esta coluna (C1), foram criadas as especificações apresentadas na tabela 3;
5. Foi introduzida uma segunda coluna (C2) convencional, sendo também selecionado um condensador total, introduzidas as pressões de operação e o número de pratos;
6. Foi criada uma corrente de alimentação (AD1), sendo ligada no prato respetivo, e duas correntes de saída: destilado (D2) e resíduo (R2);
7. Relativamente a esta coluna foram introduzidas as especificações constantes da tabela 3;
8. Foram criadas as correntes de reciclo da fase orgânica (OD2) e do destilado da coluna C2 (D21), tendo sido ligadas à coluna C1 nos pratos respetivos (Nota: O pentano foi inicialmente adicionado na corrente OD2, sendo que este componente circula em circuito fechado, pois sendo utilizado na coluna C1 é separado e recirculado novamente a essa coluna);
9. Não havendo informação relativa às correntes OD2, D21, AD1, foi necessário introduzir sucessivamente alguns valores (composições, pressão, temperatura) nessas correntes até que se conseguisse obter convergência de ambas as colunas, consideradas individualmente;
10. Em simultâneo foram introduzidas 3 operações lógicas de reciclo para efetuar, posteriormente, a ligação entre as correntes OD1/OD2, AD/AD1 e D2/D21;
11. A interligação destas correntes constituiu a maior dificuldade na implementação desta sequência, pois as diversas características dos pares de correntes tinham de ser muito próximas de modo a que se conseguisse fechar o circuito, realizando a ligação aos correspondentes reciclos e obter convergência global do sistema. Este facto acarretou a necessidade de realizar, de forma iterativa, a introdução de vários valores de acordo com o descrito no ponto 9;
12. No final foi ainda acrescentada uma corrente designada por RP para realizar a reposição de pentano, considerando eventuais perdas nas correntes de resíduo (R1 e R2) das colunas C1 e C2, tendo o cálculo respetivo sido efetuado na *spreadsheet* designada por 'Controlo'.

As características principais das correntes deste processo são apresentadas na tabela 2.

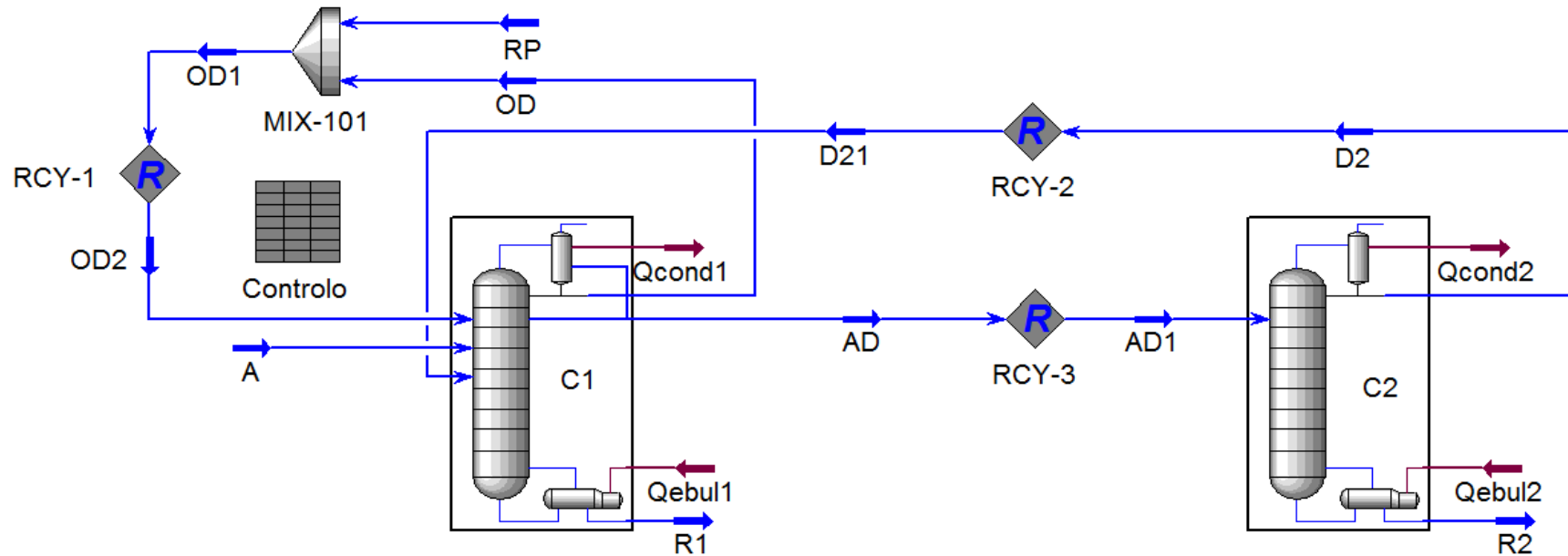


Figura 8 - Diagrama conceptual do sistema convencional (SC)

Tabela 2 - Características das correntes do sistema convencional (SC)

CARACTERÍSTICA / CORRENTE	A	R1	R2	D2	AD	OD	OD1	RP
Temperatura (°C)	25,00	81,43	101,25	51,51	34,04	34,04	34,04	35,00
Pressão (bar)	1,000	1,216	1,214	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
Caudal Molar (kmol/h)	100,00	85,02	15,23	16,96	32,19	818,65	818,91	0,26
Fração Molar Etanol	0,850	0,997	0,015	0,651	0,350	0,076	0,076	0,000
Fração Molar Água	0,150	0,000	0,985	0,311	0,630	0,006	0,006	0,000
Fração Molar n-Pentano	0,000	0,003	0,000	0,038	0,020	0,918	0,918	1,000

Tabela 3 - Especificações das colunas de destilação do sistema convencional (SC)

Coluna	Especificação	Valor
C1	Razão de refluxo	0,12
	Fração molar de etanol no resíduo (corrente R1)	0,9970
C2	Razão de refluxo	2,14
	Fração molar de água no resíduo (corrente R2)	0,9850

3.2 IMPLEMENTAÇÃO DO SISTEMA DE COLUNAS COM ACOPLAMENTO TÉRMICO (TCDC-SS)

Relativamente à implementação do sistema TCDC-SS, foram considerados os dados constantes da tabela 4, obtidos do artigo anteriormente mencionado (Kiss and Suszwalak, 2012).

Tabela 4 - Parâmetros para implementação do sistema de colunas com acoplamento térmico (TCDC-SS)

Parâmetro	Valor	Unidade
Número de estágios do pós-fraccionador (SS)	25	NA
Número do prato de alimentação do pós-fraccionador (SS)	10	NA
Razão de refluxo da coluna principal (TCDC)	0,93	kmol/kmol
Número de estágios da coluna principal (TCDC)	35	NA
Número do prato de alimentação do agente mássico (OD2) à coluna principal (TCDC)	15	NA
Número do prato de alimentação da mistura etanol / água à coluna principal (TCDC)	15	NA
Número do prato de extração do líquido (L1) da coluna principal	10	NA
Número do prato de alimentação do vapor (V2) à coluna principal	10	NA
Caudal da corrente da corrente de interligação de líquido (L1)	116,1	kmol/h
Caudal da corrente da corrente de interligação de vapor (V1)	156,6	kmol/h
Caudal de alimentação de etanol (A) à coluna TCDC	85	kmol/h
Caudal de alimentação de água (A) à coluna TCDC	15	kmol/h
Caudal de alimentação de agente mássico (OD2) à coluna TCDC	851,9	kmol/h
Pressão de operação da coluna TCDC	1	bar
Pressão de operação do pós-fraccionador (SS)	1	bar
Pureza do etanol (corrente R)	99,70	% (mol)
Pureza da água (corrente R1)	97,40	% (mol)

A elaboração do diagrama correspondente ao sistema TCDC-SS, apresentado na figura 9, foi realizada de acordo com os passos descritos em seguida, sendo salientados alguns aspetos considerados mais importantes:

1. Foi introduzida uma primeira coluna (TCDC) convencional, tendo sido selecionado um condensador do tipo total, introduzidas as pressões e o número de pratos respetivo;

2. Foi criada a corrente de alimentação, introduzidas as suas características e ligação à coluna TCDC no prato respetivo;
3. Foram criadas quatro novas correntes: uma corrente de saída lateral a partir do condensador (AD), outra corrente de saída lateral a partir do prato 10 (L1), e as típicas correntes de destilado (OD) e resíduo (R);
4. Para esta coluna (TCDC), foram criadas as especificações apresentadas na tabela 6;
5. Foi introduzida uma segunda coluna (SS) sem condensador, introduzidas as pressões de operação e o número de pratos;
6. Foi criada uma corrente de alimentação (AD1), sendo ligada no prato respetivo, uma corrente de alimentação (L2) ligada ao prato 1 e duas correntes de saída: vapor (V1) e resíduo (R1);
7. Relativamente a esta coluna foi introduzida a especificação constante da tabela 6;
8. Foram criadas as correntes de reciclo da fase orgânica (OD2) e de vapor (V2), tendo sido ligadas à coluna TCDC nos pratos respetivos (Nota: O pentano foi inicialmente adicionado na corrente OD2, sendo que este componente circula em circuito fechado, pois sendo utilizado na coluna TCDC é separado e recirculado novamente a essa coluna);
9. Não havendo informação relativa às correntes OD2 e AD1, foi necessário introduzir sucessivamente alguns valores (composições, pressão, temperatura) nessas correntes até que se conseguisse obter convergência de ambas as colunas, consideradas individualmente;
10. Em simultâneo foram introduzidas 4 operações lógicas de reciclo para efetuar, posteriormente, a ligação entre as correntes OD1/OD2, L1/L2, V1/V2 e AD/AD1;
11. A interligação destas correntes constituiu a maior dificuldade na implementação deste sistema, pois as diversas características dos pares de correntes tinham de ser muito próximas de modo a que se conseguisse fechar o circuito, realizando a ligação aos correspondentes reciclos e obter convergência global do sistema. Isto obrigou a realizar, de forma iterativa, a introdução de vários valores de acordo com o descrito no ponto 9;
12. No final foi ainda acrescentada uma corrente designada por RP para realizar a reposição de pentano, considerando eventuais perdas nas correntes de resíduo (R e R1) das colunas TCDC e SS, tendo o cálculo respetivo sido efetuado na *spreadsheet* designada por 'Controlo'.

As características principais das correntes referentes a este processo são apresentadas na tabela 5.

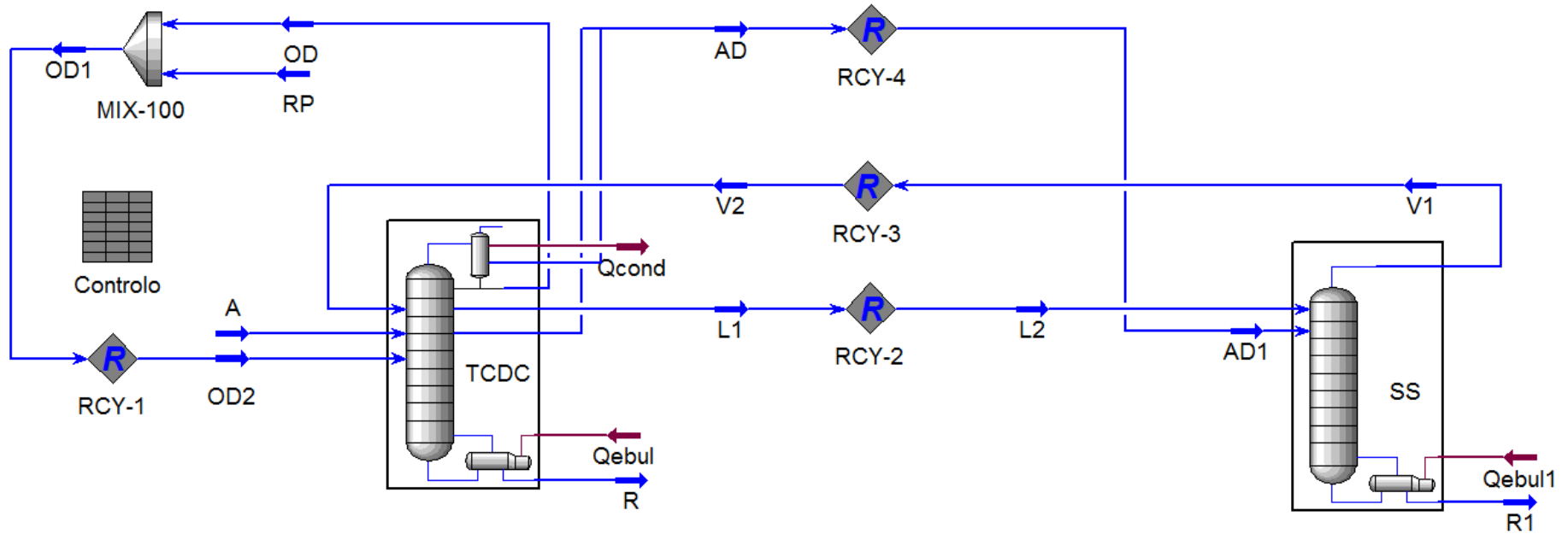


Figura 9 - Diagrama conceptual do sistema de colunas com acoplamento térmico (TCDC-SS)

Tabela 5 - Características das correntes do sistema de colunas com acoplamento térmico (TCDC-SS)

CARACTERÍSTICA / CORRENTE	A	R	OD	RP	L1	V1	R1	OD1	AD
Temperatura (°C)	35,00	81,53	33,98	35,00	36,05	63,35	105,22	33,98	33,98
Pressão (bar)	0,987	1,204	0,987	1,184	1,039	1,086	1,201	0,987	0,987
Caudal Molar (kmol/h)	100,00	85,26	911,66	0,26	116,10	156,60	15,00	911,91	55,50
Fração Molar Etanol	0,850	0,997	0,061	0,000	0,153	0,185	0,000	0,061	0,202
Fração Molar Água	0,150	0,000	0,005	0,000	0,010	0,192	1,000	0,005	0,792
Fração Molar n-Pentano	0,000	0,003	0,933	1,000	0,837	0,623	0,000	0,933	0,005

Tabela 6 - Especificações das colunas do sistema de colunas com acoplamento térmico (TCDC-SS)

Coluna	Especificação	Valor
TCDC	Razão de refluxo	0,93
	Fração molar de etanol no resíduo (corrente R1)	0,9740
	Caudal da corrente L1	116,1 kmol/h
SS	Caudal da corrente V1	156,6 kmol/h

4 OTIMIZAÇÃO E SIMULAÇÃO EM ESTADO ESTACIONÁRIO

Numa perspetiva generalista, a otimização pode ser definida como a utilização de métodos específicos com o objetivo de maximizar ou minimizar uma função composta por diversas variáveis, sendo determinados os valores para os quais a função assume um valor máximo ou mínimo, respetivamente.

A otimização é um processo frequentemente utilizado a nível industrial e empresarial como suporte à decisão, sendo aplicada recorrentemente em variadíssimas áreas, desde a ciência, à engenharia e aos negócios. Um vasto leque de problemas de projeto, construção, operação e análise de instalações industriais podem ser solucionados recorrendo à otimização.

A otimização na indústria de processos químicos refere-se à seleção do equipamento e condições operatórias para a produção de um determinado composto, de modo a que o lucro seja máximo, salvaguardando-se naturalmente os aspetos relacionados com a qualidade e a segurança. Nesta ótica, trata-se portanto de determinar a solução mais eficiente e a melhor relação custo-benefício para um dado problema ou para o projeto de um processo. Normalmente, este objetivo pode ser atingido considerando duas perspetivas: o aumento da produção mantendo o custo, ou a diminuição do custo para uma dada produção. No primeiro caso, trata-se nitidamente de um problema matemático de avaliação dos valores apropriados para uma série de variáveis de modo a maximizar uma variável dependente, enquanto que no último caso trata-se de um problema de encontrar um valor mínimo, sendo que em termos do lucro ambos são considerados problemas de maximização e a solução de ambos é normalmente obtida através de um balanço económico entre o custo de capital e o custo operacional. Este balanço pode ser representado como mostra a figura 10 (Babu, 2004).

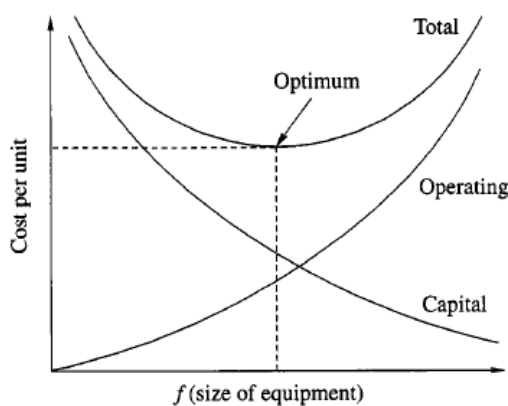


Figura 10 - Custo de capital / Custo operatório / Custo total em função de f (dimensão do equipamento)

(Fonte: Babu, B.V., “Process Plant Simulation”, 2004)

ESTIMATIVA DE CUSTOS POR COMPUTADOR

Nos dias de hoje, com a disponibilidade e fácil acessibilidade a computadores pessoais e programas bastante avançados é possível realizar a estimativa de custos de uma forma célere e fiável. Numerosas ferramentas de simulação foram desenvolvidas nas duas últimas décadas, sendo exemplo dessas ferramentas as produzidas pela *ASPEN*, *ICARUS*, *CHEMCAD*, *SUPERPRO*, *PRO II*, *HYSYS*, de entre outros. No entanto essas ferramentas não incorporavam quaisquer pacotes de estimativa de custos. Entretanto, a *ICARUS* desenvolveu um pacote de estimativa de custos e de avaliação económica que designou por *Questimate*, que incorporava os custos relativos a equipamentos, construção (instalação), tubagem, edifícios, equipamento elétrico, instrumentação, mão-de obra, etc. Com a aquisição da *ICARUS* pela *ASPEN* em 2000, a ferramenta referida, foi desenvolvida e incorporada nos diversos programas de simulação da *ASPEN*, sendo possível desta forma a quantificação dos custos referidos a partir das estruturas criadas nos simuladores (*HYSYS* e *Plus*) (Maloney, 2008).

OTIMIZAÇÃO BASEADA EM SIMULAÇÃO

A otimização de um modelo de um processo é intrinsecamente difícil, sobretudo no que se refere a formulação da função objetivo, sendo que normalmente em projetos industriais, essa função objetivo é uma medida do desempenho económico do processo. Um alargado número de fatores com origem em aplicações práticas, que desempenham um importante papel no mundo atual industrializado, têm vindo a estimular a pesquisa levada a cabo em otimização baseada em simulação. O fator com maior relevo relaciona-se com a crescente complexidade dos sistemas que carecem de otimização.

Atendendo ao facto de que se tornou viável a análise de sistemas recorrendo a computadores, foram incessantemente procurados os meios para otimizar esses mesmos sistemas recorrendo a modelos de simulação. No entanto, na prática, apenas num passado relativamente recente foi possível atingir esse objetivo. Diversos trabalhos de ponta nas áreas de pesquisa de operações computacionais, incluindo programação não linear, programação dinâmica e teoria dos jogos, tornou possível a utilização de simulação em combinação com técnicas de otimização. Como resultado, a simulação obteve uma dimensão em termos de relevância significativamente superior.

Efetivamente, as ferramentas tradicionais de otimização estocástica baseadas em modelos matemáticos explícitos, como os métodos de programação não linear e os algoritmos clássicos

em programação dinâmica estocástica, tem vindo a ser preteridos relativamente à otimização baseada em simulação, devido fundamentalmente à maior complexidade dos sistemas atuais. Atualmente a otimização baseada em simulação constitui a técnica de ponta em otimização, devido a muito trabalho pioneiro de pesquisa que tem vindo a ser desenvolvido. Embora esta técnica tenha como suporte rigorosos modelos matemáticos, incorporados nos respetivos programas de simulação, a abordagem é principalmente intuitiva na componente da simulação, sendo extensivamente utilizadas simulações em computador para representar sistemas reais e avaliar as suas respostas (Gosavi, 2003).

Os parâmetros de projeto calculados pelo programa de simulação podem ser utilizados para obter uma boa estimativa do custo do equipamento, mas tipicamente revela-se necessário a exportação desses parâmetros para um programa de estimativa de custos especializado (e.g. *Aspen ICARUS*, *Aspen Economic Evaluation*) (Towler and Sinnott, 2008).

A otimização baseada em simulação pode ser dividida em duas categorias: a otimização paramétrica e a otimização de controlo.

1.Otimização Paramétrica

Na otimização paramétrica o objetivo prende-se com a determinação dos parâmetros ou conjunto de parâmetros que otimizam uma determinada medida de desempenho de um sistema (minimizar um custo ou maximizar um rendimento). Esta forma de otimização é frequentemente designada por otimização estática porque a sua solução é constituída por um conjunto de parâmetros para todos os estados.

Em estado estacionário, a otimização consiste no estabelecimento, das condições mais adequadas para um dado processo, nomeadamente, a dimensão do equipamento, níveis de produção, temperaturas, pressões e caudais. Através da definição de um modelo matemático que represente cabalmente o processo, após variação das variáveis manipuladas consideradas significativas e posterior otimização dessas mesmas variáveis, recorrendo a uma técnica adequada, conseguem obter-se as condições mais favoráveis para o processo em análise.

2.Otimização de Controlo

Neste tipo de otimização o objetivo é determinar um controlo ótimo para todos os estados de um determinado sistema, ou seja, trata-se de encontrar uma série de configurações para um dado sistema de modo a otimizar, para cada estado, uma medida de desempenho selecionada.

A otimização de controlo é vulgarmente conhecida como otimização dinâmica, uma vez que a sua solução depende do estado considerado. Como normalmente o estado de um determinado sistema vai sendo alterado ao longo do tempo, também a solução será modificada correspondentemente (Babu, 2004).

PLANEAMENTO EXPERIMENTAL (PE)

Com os modernos avanços tecnológicos, os produtos e processos tem vindo a tornar-se extremamente complexos, de modo que é cada vez mais difícil a investigação dos numerosos fatores que afetam esses processos utilizando métodos de tentativa e erro. Revela-se, por isso, importante recorrer a técnicas que permitam identificar os fatores mais relevantes e consequentemente incorporar no processo os valores mais adequados atendendo à melhoria da qualidade, aumento da produtividade ou diminuição do custo.

Muito do conhecimento sobre produtos e processos nas áreas científicas e de engenharia é proveniente da experimentação. Uma experiência é definida como uma série de testes realizados de forma sistemática de modo a possibilitar a compreensão de um determinado processo ou para permitir o desenvolvimento de um novo produto ou processo.

A generalidade das experiências realizadas com o intuito de projetar e melhorar um determinado processo envolvem frequentemente diversas variáveis. Nessas situações é vulgar recorrer-se ao planeamento experimental utilizando métodos do tipo fatorial ou variantes do mesmo.

O planeamento experimental (PE), vulgarmente conhecido como DOE (*Design Of Experiments*), permite definir uma estratégia de experimentação com o intuito de maximizar a aprendizagem sobre um determinado processo utilizando o mínimo de recursos. Esta técnica é amplamente utilizada em diversas áreas por engenheiros e cientistas, envolvidos na otimização de processos produtivos, como forma de aumentar o rendimento, diminuir a variabilidade ou reduzir o custo. Frequentemente, os engenheiros trabalham com produtos e processos onde não são aplicáveis quaisquer teorias científicas ou princípios científicos. Nestes casos, o planeamento experimental assume um caráter de extrema importância, no desenvolvimento de novos produtos e processos e também na melhoria de produtos e processos já existentes, de forma rentável e fiável.

O planeamento experimental constitui uma abordagem extremamente eficiente na perspetiva de melhoria de um processo, sendo que para a sua utilização é importante ter antecipadamente uma ideia concreta do objetivo da realização da experiência, determinar exatamente quais os fatores a serem alvo de estudo, definir a forma de conduzir a experiência, e possuir pelo menos um conhecimento qualitativo da forma como serão analisados os dados obtidos. Os passos

característicos do planeamento de uma experiência são apresentados na figura 11 (Montgomery, 2009).



Figura 11 - Procedimento do planeamento experimental

1. Formulação do Problema

Este passo é de extrema relevância uma vez que a formulação clara de um dado problema e dos objetivos da experiência, contribui substancialmente para uma melhor compreensão do processo e para uma eventual solução desse problema.

2. Escolha de Fatores e Níveis

Nesta fase é necessário selecionar os fatores que serão variados e especificar os valores correspondentes, sendo fulcral um conhecimento relativamente profundo do processo, aliando a experiência prática aos conceitos teóricos. Efetivamente, para que uma experiência seja bem sucedida é requerido o conhecimento dos fatores mais relevantes, as gamas de variação desses fatores e o número apropriado de níveis a usar. Geralmente, não é conhecida a resposta rigorosa

às questões anteriores, sendo que elas vão-se tornando mais óbvias à medida que o processo vai decorrendo. Por vezes, à medida que um programa de experimentação progride, é frequente ignorar certas variáveis, adicionar outras, alterar a região de exploração de alguns fatores ou mesmo acrescentar novas variáveis de resposta.

3. Seleção da Variável de Resposta

Nesta etapa é importante garantir que a variável de resposta a selecionar fornece informação útil relativamente ao processo em estudo. Em grande parte dos casos como variável de resposta é selecionada a média ou o desvio padrão da variável medida.

Nota: Conforme mencionado no diagrama da figura 11, as etapas de 1 a 3 são habitualmente designadas por planeamento pré-experimental, sendo crucial que sejam realizadas com o maior rigor possível de modo a que o procedimento experimental seja bem sucedido. Nesta fase é fulcral ter em atenção algumas considerações: garantia da existência de um objetivo completo e preciso para a realização da análise, avaliação do tempo e recursos disponíveis e necessidade de integração no procedimento da experimentação, do conhecimento do processo adquirido previamente. Experiências cuidadosamente planeadas conduzem a uma melhor compreensão do produto ou do processo, sendo também mais simples de realizar e analisar. Por outro lado, experiências mal planeadas podem originar resultados inconclusivos e impossíveis de analisar ainda que recorrendo às melhores ferramentas estatísticas disponíveis.

4. Escolha do Método Experimental

A escolha do método experimental atende a diversos aspetos como sendo o número de fatores e de réplicas, a seleção de uma ordem de simulação e a determinação da eventual existência de restrições de aleatoriedade .

De entre os planos mais comuns são de destacar as técnicas de planeamento fatorial e as suas variantes, que constituem métodos extremamente eficientes para atingir os objetivos do planeamento de experiências, sendo, inquestionavelmente, muito mais eficientes que a experimentação com recurso à clássica avaliação paramétrica (*OFAT-One-Factor-At-a-Time*). Esta técnica envolve a alteração de um fator de cada vez de modo a estudar o respetivo efeito no produto ou processo. Embora, esta técnica seja mais simples de entender, não permite analisar o impacto da alteração desse fator relativamente aos restantes fatores, ou seja, não permite perceber o efeito da interação entre fatores, sendo que ocorre frequentemente que o efeito da

interação entre dois ou mais fatores é mais significativa do que o efeito dos fatores considerados individualmente. Este fenómeno está relacionado com o facto do ambiente de aplicação do produto ou processo incluir diversos fatores em conjunto em vez de ocorrências de um fator em momentos distintos.

O planeamento fatorial garante que todos os fatores e respetivas interações são analisadas de modo sistemático, tendo como consequência que a informação obtida é muito mais fiável e completa do que aquela obtida através da metodologia OFAT que ignora as interações e pode conduzir a conclusões erróneas (Allen, 2006).

O planeamento fatorial pode ser dividido em duas categorias principais, o completo e o fracionado. Normalmente utiliza-se um planeamento fatorial fracionado numa fase inicial de triagem quando os fatores considerados são em número elevado e se pretende obter informação relativa aos fatores mais relevantes de um determinado sistema. Quando o objetivo é a realização de uma triagem dos fatores ou a caracterização do processo é usual escolher um número reduzido de níveis, sendo tipicamente escolhidos apenas dois níveis para cada fator. Os passos 2 e 3 são frequentemente realizados em simultâneo, havendo ainda casos em que o passo 3 é realizado antes do passo 2. Experiências de triagem são utilizadas para a identificação dos fatores mais significativos a partir de um lote de fatores potenciais. Estas experiências são efetuadas de forma integrada com o conhecimento prévio do processo, considerando o pressuposto de que esse conhecimento permitirá desprezar algumas das variáveis consideradas menos significativas e focar a análise nos fatores-chave que requerem uma análise mais detalhada. Este tipo de experiências é geralmente eficiente e requer poucos ensaios, sendo que o foco não se encontra nas interações mas sim na identificação dos principais fatores.

Por outro lado, tipicamente recorre-se a um planeamento fatorial completo, em fases mais avançadas de determinado estudo ou quando os fatores envolvidos são em número relativamente reduzido, com o objetivo de analisar não apenas os fatores mais significativos como também as interações mais significativas. Após identificação dos fatores mais importantes do processo, o propósito nesta fase é a determinação da combinação destes fatores que permite atingir o objetivo pretendido. Dependendo do produto ou processo em estudo, esse objetivo pode ser, quer aumentar o rendimento, quer diminuir a variabilidade, quer reduzir o custo ou até mesmo atingir todos os objetivos simultaneamente.

No que se refere ao planeamento fatorial fracionado é importante destacar o conceito de resolução, como sendo uma característica importante deste tipo de planeamento pois uma

determinada resolução tem implicações em termos da estrutura de efeitos confundidos que é produzida. Desta forma, apresentam-se as resoluções mais comuns e particularmente importantes associadas a este tipo de planeamento:

1) Resolução III

Nos planeamentos com este tipo de resolução nenhum efeito principal é confundido com outro efeito principal, mas os efeitos principais são confundidos com interações entre dois ou mais fatores e as interações entre dois fatores são confundidas entre si;

2) Resolução IV

Nestes casos nenhum efeito principal é confundido com outro efeito principal nem com interações entre dois fatores, mas os efeitos principais são confundidos com interações entre três ou mais fatores;

3) Resolução V

Com resoluções deste tipo, nenhum efeito principal ou interação entre dois fatores é confundido com outro efeito principal ou interação entre dois fatores, mas interações entre dois fatores são confundidas com interações entre três fatores.

As resoluções do tipo III e IV são extremamente úteis em planeamentos de triagem de fatores, sendo que normalmente a resolução IV fornece muito boa informação sobre os efeitos principais e também alguma informação sobre as interações entre dois fatores (Montgomery, 2009).

5. Realização da Experiência

Durante o decorrer da experiência é vital acompanhar cuidadosamente o processo de modo a garantir que tudo está a ser realizado em conformidade com o planeado. Caso ocorram alguns erros durante esta fase podem comprometer a validade dos resultados.

6. Análise dos Resultados

Nesta fase recorre-se normalmente a métodos estatísticos para análise dos dados obtidos de modo a que as conclusões possam ser fundamentalmente objetivas. Se a experiência tiver sido projetada corretamente e realizada de acordo com o planeamento, então o método estatístico não necessitará de ser muito elaborado. É normalmente importante realizar a análise dos resíduos e a confirmação da validade dos modelos obtidos, sendo que a análise de variância (ANOVA)

constitui uma ferramenta muito importante, podendo ser aplicada aos resultados obtidos de uma experiência baseada no método fatorial de dois níveis.

7. Conclusões e Recomendações

Depois de analisados os dados obtidos é importante retirar conclusões de carácter prático sobre os resultados e recomendar um plano de ação subsequente.

Ao longo do processo descrito anteriormente, é relevante destacar que a experimentação constitui uma parte importante relativamente à aprendizagem referente a um determinado processo, sendo formuladas hipóteses sobre um sistema, realizadas experiências para investigação dessas hipóteses, e com base na análise dos resultados formuladas novas hipóteses, assumindo portanto todo este processo um carácter iterativo (Montgomery, 2009).

4.1 OTIMIZAÇÃO DOS SISTEMAS SC E TCDC-SS

No presente estudo, considerando o enquadramento geral referido na secção 4, relativamente à otimização dos sistemas SC e TCDC-SS, foi adotada uma estratégia de otimização baseada em simulação. Em termos de simulação foram implementados no simulador *Aspen HYSYS* os diagramas correspondentes aos dois sistemas, com as características mencionadas adiante, consoante o sistema em questão.

No que se refere à otimização, recorreu-se em ambos os sistemas implementados, a uma abordagem baseada no planeamento experimental ou *design of experiments*, sendo que os passos não foram seguidos exatamente de acordo com a sequência do procedimento da figura 11.

Assim, em termos de formulação do problema define-se como o objetivo de minimização do custo total anual associado a cada um dos sistemas, sendo que a variável de resposta selecionada foi o custo total anual (TAC- *Total Annual Cost*) correspondente à soma das seguintes parcelas: Custo de Investimento e Custos Operatórios. Para efeitos de determinação dos custos referidos, recorreu-se à ferramenta *Aspen Economic Evaluation V 7.3* que funciona de modo integrado com o simulador de processos *Aspen HYSYS*.

A parcela respeitante aos custos de capital / investimento engloba os custos associados com o investimento em equipamentos, infraestruturas e respetiva instalação. Relativamente a esta parcela, concluiu-se, após análise, que o período mais razoável para a amortização do investimento seria de 5 anos, tendo em consideração que, desta forma a contribuição deste custo,

numa base anual, seria aproximadamente equivalente à contribuição dos custos operatórios. Entendeu-se, portanto, que para efeitos de otimização seria importante atribuir uma importância significativa equivalente entre ambas as parcelas.

Na parcela referente aos custos operatórios são contabilizados todos os custos associados à operação, incluindo os custos referentes às utilidades necessárias ao processo e uma pequena parcela relativa aos custos de reposição de agente mássico.

Relativamente à escolha do método experimental de partida, para as primeiras séries de simulações, em ambos os sistemas, foram tidos em consideração diversos aspetos, como o tipo de sistema em causa e os fatores envolvidos em cada um deles, conforme é possível verificar nas secções 4.1.1 e 4.1.2, tendo-se optado por realizar, para ambos os sistemas, uma triagem inicial, recorrendo a planeamentos fatoriais fracionados, em que as respetivas matrizes de planeamento foram obtidas recorrendo ao programa MINITAB 16. No que se refere aos níveis optou-se por considerar apenas 2 níveis (alto e baixo), sendo que para o nível alto foi adotada a designação de 1 e para o nível baixo a designação de -1. Partindo dos valores definidos para cada variável / fator constantes do artigo de Kiss e Suszwalak (2012) foram estabelecidos os valores correspondentes para os níveis alto e baixo, para cada sistema, por variação da mesma amplitude relativamente aos valores de referência e atendendo aos conhecimentos gerais sobre os processos de destilação e em particular no que se refere aos sistemas alvo de estudo.

A realização das experiências consistiu na simulação em estado estacionário, das várias sequências de valores dos fatores, definidas pelas matrizes de planeamento mencionadas anteriormente, tendo sido quantificados os custos respetivos. De uma forma resumida, apresentam-se os principais passos envolvidos no que concerne à realização das experiências, ou mais concretamente para este caso, das diversas séries de simulações:

1. Introdução nos diagramas do simulador de processos, dos diversos valores correspondentes aos níveis dos fatores, consoante o sistema, a série e o tipo de planeamento em questão;
2. Obtenção da convergência em cada caso;
3. Realização do dimensionamento das duas colunas através da ferramenta *Tray Sizing*, disponível no *Aspen HYSYS*, mantendo a parametrização inicial do simulador (espaçamento entre pratos de 0,6 m e número de vias de fluxo de 0,15) e selecionando pratos perfurados (*sieve*) como o enchimento das colunas;
4. Exportação para o processo, dos perfis de pressões obtidos;
5. Obtenção de convergência;
6. Ativação da ferramenta *Economic Evaluation* a partir do *Aspen HYSYS*;

7. Realização em sequência das seguintes ações:
 - *Load Simulation Data*;
 - *Map conceptual Unit Operation Models to Equipment Models*;
 - *Sizing*;
 - *Evaluate Costs*;
 - *View/Edit Equipment Data Summary*.
8. Cópia dos valores obtidos para um ficheiro Excel para tratamento subsequente.

Em termos da análise dos resultados, relativamente aos casos em que se recorreu a experiências baseadas em métodos fatoriais, foi adotado o procedimento constituído pelos seguintes passos:

1. **Estimativa dos efeitos dos fatores**
2. **Criação do modelo preliminar**
3. **Teste em termos de significância dos efeitos dos fatores**
4. **Análise de resíduos**
5. **Adaptação do modelo (caso necessário)**
6. **Interpretação dos resultados**

Neste estudo, seguindo o procedimento anteriormente descrito, após obtenção dos dados das várias séries de simulações, realizou-se o cálculo dos efeitos de cada um dos fatores e das interações entre fatores, sendo estes calculados com base na equação 8, para os métodos fatoriais completos e com base na equação 9 para os métodos fatoriais fracionados.

$$Efeito_i = \frac{(Contraste_i)}{n \cdot 2^{(k-1)}} \quad (8)$$

$$Efeito_i = \frac{(Contraste_i)}{n \cdot 2^{(k-p)-1}} \quad (9)$$

onde

Contraste_i = somatório de cada efeito / interação i do produto do sinal de cada efeito / interação i pelo Custo Total Anual da simulação k de cada série de simulações, de acordo com a equação 10

n = número de ensaios de cada simulação, assumindo em todos os casos o valor de um (sem réplicas)

k = número de fatores da série de simulações

p = número de geradores da série de simulações (aplicável aos métodos fatoriais fracionados)

$$\text{Contraste}_i = \sum_i \left(\prod_k \text{Sinal}_{ik} \cdot \text{Custo Total Anual}_k \right) \quad (10)$$

Em simulação não é usual serem realizadas réplicas, uma vez que não é expectável a existência de erros experimentais, sendo que desta forma não é viável o cálculo do erro associado a cada experiência. Considerando o referido, como forma de determinar o erro recorre-se à representação gráfica da probabilidade normal padronizada dos efeitos e respectiva interpretação, sendo deste modo efetuada uma análise prévia dos efeitos e interações potencialmente significativos, correspondentes aos pontos com desvios relativamente à distribuição normal.

A determinação mais concreta do erro baseia-se na análise de variância ANOVA. Desta forma, calcula-se a soma dos quadrados (SQ) e o desvio quadrático médio (DQM) relativamente a todos os fatores e interações de cada série de simulações, de acordo com as equações 11 (SQ para fatoriais completos), 12 (SQ para fatoriais fracionados) e 13 (DQM).

$$SQ_i = \frac{(\text{Contraste}_i)^2}{n \cdot 2^k} \quad (11)$$

$$SQ_i = \frac{(\text{Contraste}_i)^2}{n \cdot 2^{(k-p)}} \quad (12)$$

$$DQM_i = \frac{SQ_i}{GL_i} \quad (13)$$

onde

GL_i = número de graus de liberdade do efeito / interação i (um em todos os casos)

A soma dos quadrados do erro obtém-se pelo somatório da soma dos quadrados de todos os efeitos / interações considerados não significativos, como resultado da análise da probabilidade normal dos efeitos / interações. A avaliação da significância é realizada recorrendo ao teste de F em que se compara para cada fator / interação o quociente entre o seu DQM e o DQM do erro com o valor obtido para o inverso da distribuição de F, considerando um grau de confiança de 95 %. Deste modo, são calculados os valores de F_0 respeitantes aos fatores / interações, pelo

quociente entre o DQM dos fatores / interações e o DQM do erro, de acordo com a equação 14. Os valores assim calculados que sejam inferiores ao valor de F anteriormente mencionado, dirão respeito a fatores / interações considerados não significativos.

$$F_{0_i} = \frac{DQM_i}{DQM_E} \quad (14)$$

A criação do modelo preliminar é realizada por ajuste da resposta, em função dos fatores e interações significativos, a uma equação de 1ª ordem, usualmente designada por modelo de resposta de superfície de 1ª ordem (*First Order RSM-Response Surface Model*), de acordo com a equação 15.

$$\hat{c} = \beta_0 + \sum_i \beta_i \cdot x_i \quad (15)$$

onde

β_0 = valor médio das respostas (custo total anual) obtidas nas várias simulações

β_i = metade do valor do efeito correspondente a cada fator / interação

x_i = nível do fator i, sendo que no caso das interações corresponde ao produto dos níveis dos níveis que as constituem

Os valores dos resíduos (ε) são obtidos pela diferença entre o valores da variável de resposta (c – custo total anual real) e o custos calculados com base nos modelos criados (\hat{c} – custo total anual estimado) de acordo com a equação 16.

$$\varepsilon = c - \hat{c} \quad (16)$$

Após os diversos cálculos dos resíduos, representa-se graficamente a probabilidade normal padronizada dos resíduos. Obtendo-se uma relação linear ou não se verificando discrepâncias significativas relativas à reta de tendência, é possível constatar que o modelo criado é representativo da série em análise.

Posteriormente, em função da análise dos resultados das primeiras séries de simulações, foram excluídos alguns dos fatores iniciais, centrando-se os estudos subsequentes nos fatores mais significativos, sendo definidos novos métodos experimentais, novas matrizes de planeamento, (também com recurso à ferramenta MINITAB 16), novas séries de simulações, exclusão de

fatores considerados como não significativos ou que tivessem entretanto sido considerados como devidamente otimizados. Relativamente à definição dos valores dos fatores de cada nova série de simulações foi seguida a metodologia do passo descendente (*Steepest Descent*), ou seja, considerou-se para os vários fatores o melhor valor (que implica um custo mais baixo) e foram definidos novos valores no sentido da melhoria (diminuição do custo), com gamas de variação sempre idênticas às dos estudos iniciais.

4.1.1 OTIMIZAÇÃO DO SISTEMA CONVENCIONAL (SC)

Para efeitos de otimização deste sistema, de acordo com a metodologia descrita na secção 4, foi necessário proceder a algumas alterações no diagrama processual anteriormente construído no *Aspen HYSYS*. Deste modo, destacam-se as principais alterações:

1. Introdução de diversas operações lógicas do tipo *SET*, por forma a estabelecer que a pressão das diversas correntes de entrada da cada coluna fosse sempre igual à pressão da corrente de resíduo da respetiva coluna, garantindo em qualquer das sequências da simulação, que essa pressão é sempre superior à do prato de entrada de cada corrente;
2. Inclusão de equipamento de ajuste de pressão (apenas bombas neste caso) para cumprimento das condições referidas no ponto anterior;
3. Seleção de água de refrigeração (*Cooling water*) como utilidade fria a ser usada em ambos os condensadores;
4. Seleção de vapor de baixa pressão (*LP Steam*) como utilidade quente a ser usada em ambos os ebulidores.

O diagrama processual alterado em conformidade com o referido anteriormente e que serviu de base aos estudos subsequentes apresenta-se na figura 12.

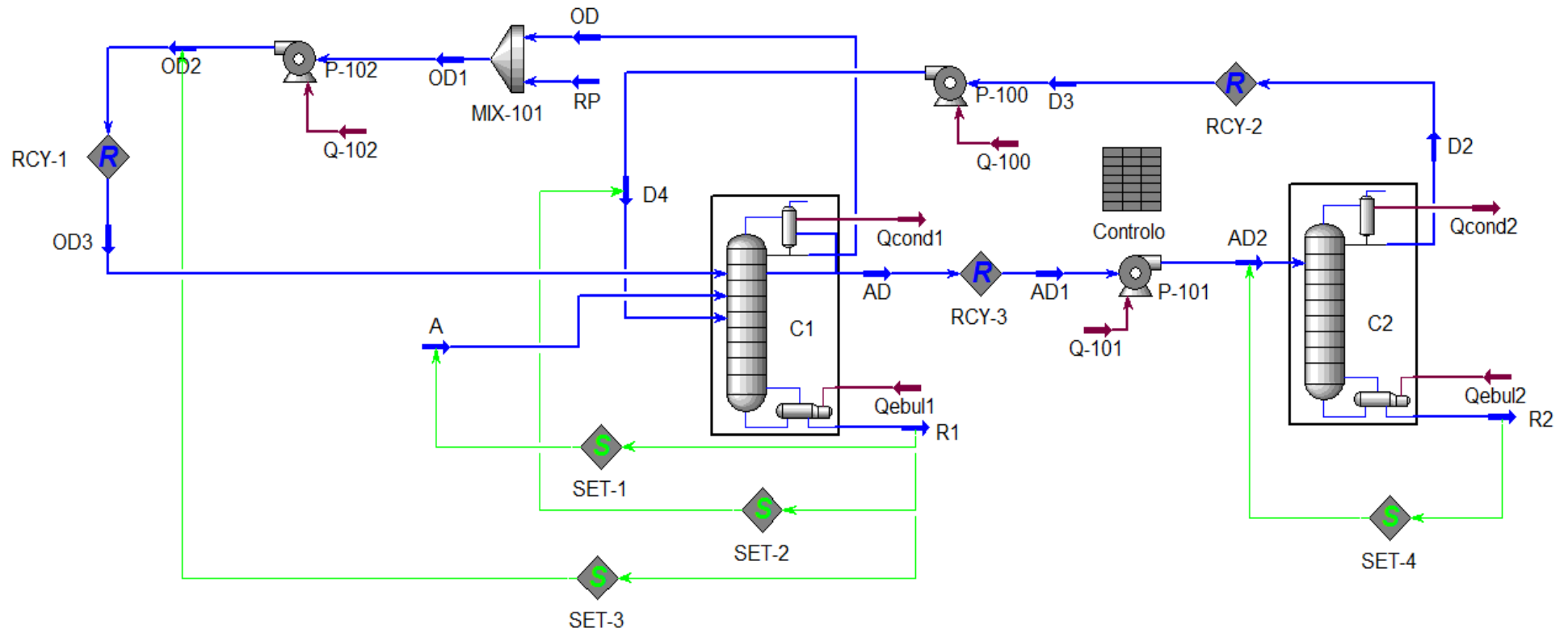


Figura 12 - Diagrama adaptado à otimização do sistema SC

Relativamente a este sistema, considerando o conhecimento sobre processos de destilação azeotrópica heterogénea, adquirido em diversas fontes literárias (Seader *et al.*, 2011; Maloney, 2008; Luyben and Chien, 2010), foram consideradas as variáveis constantes da tabela 7.

Tabela 7 - Variáveis de otimização do sistema SC

Tipo de Variáveis	Variável (Processo)	Fator	Descrição
Variáveis Estruturais	N_{C1}	A	Número de pratos da primeira coluna (C1)
	NP_{AMC1}	B	Número do prato de alimentação de mistura à coluna 1
	NP_{ACRC1}	C	Número do prato de alimentação de correntes de reciclo à coluna 1
	N_{C2}	D	Número de pratos da segunda coluna (C2)
	NP_{AC2}	E	Número do prato de alimentação da coluna 2
Variáveis Operatórias	rR_{C1}	F	Razão de refluxo da primeira coluna (C1)
	rR_{C2}	G	Razão de refluxo da segunda coluna (C2)
	F_P	H	Caudal de n-pentano em circulação

Os valores dos fatores correspondentes aos níveis altos e baixos foram obtidos considerando uma variação de aproximadamente 10 % relativamente aos valores do artigo de referência.

1ª SÉRIE DE SIMULAÇÕES – PLANEAMENTO FATORIAL FRACIONADO

Embora não fosse expectável a existência de interações entre as variáveis, podendo por esse motivo ter sido efetuado um estudo paramétrico (OFAT), optou-se ainda assim por realizar um estudo baseado no planeamento experimental, mais completo. Considerando as oito variáveis definidas, caso fosse considerado um estudo baseado num planeamento fatorial completo a 2 níveis, haveria a necessidade de realizar 256 simulações, o que implicaria uma enorme dispêndio de tempo em simulação. Com o intuito de minimizar o número de simulações, considerando todos os fatores, optou-se por realizar um estudo recorrendo ao planeamento fatorial fracionado do tipo $2^{(k-p)}$, em que k representa o número total de fatores e p o número de geradores, sendo que para se conseguir uma resolução do tipo IV, foram necessários 4 geradores para as variáveis E, F, G e H, conforme se apresenta na tabela 8, sendo os níveis dos fatores apresentados na tabela 9.

Tabela 8 - Geradores utilizados na 1ª Série de Simulações (Sistema SC)

E	BCD
F	ACD
G	ABC
H	ABD

Tabela 9 - Níveis dos fatores do processo referentes à 1ª série de simulações (Sistema SC)

Designação	Variável do processo	Referência	Nível baixo (-)	Nível alto (+)
A	N_{C1}	25	22	28
B	NP_{AC1}	7	6	8
C	NP_{ACRC1}	8	7	9
D	N_{C2}	26	23	29
E	NP_{AC2}	2	1	3
F	rR_{C1}	0,12	0,11	0,13
G	rR_{C2}	2,14	1,93	2,35
H	F_P (kmol/h)	750	675	825

A 1ª série de simulações é realizada de acordo com a matriz de planeamento da tabela 10, obtida com recurso ao programa MINITAB 16.

 Tabela 10 - Matriz do planeamento fatorial fracionado $2_{IV}^{(8-4)}$ para a 1ª série de simulações (Sistema SC)

Ordem de Simulação	Ordem padrão	A	B	C	D	E	F	G	H
1	abc	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1
2	d	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1
3	abcd	1	1	1	1	1	1	1	1
4	c	-1	-1	1	-1	1	1	1	-1
5	cd	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1
6	bc	-1	1	1	-1	-1	1	-1	1
7	ac	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1
8	a	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1
9	bcd	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1
10	abd	1	1	-1	1	-1	-1	-1	1
11	acd	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1
12	ad	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1
13	b	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1
14	bd	-1	1	-1	1	-1	1	1	-1
15	(1)	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1
16	ab	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1

Após realização das simulações e quantificação dos custos respeitantes a cada uma delas, de acordo com o procedimento descrito na secção 4.1, obtêm-se os resultados apresentados na tabela 11.

Tabela 11 - Resultados da 1ª série de simulações (Sistema SC)

Ordem padrão	A	B	C	D	E	F	G	H	Custo Total (€/ano)
(1)	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	3.191.556
a	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	3.478.370
b	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	3.377.678
ab	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	3.234.016
c	-1	-1	1	-1	1	1	1	-1	3.205.980
ac	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	3.440.298
bc	-1	1	1	-1	-1	1	-1	1	3.434.178
abc	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	3.260.042
d	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	3.490.558
ad	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	3.315.182
bd	-1	1	-1	1	-1	1	1	-1	3.283.992
abd	1	1	-1	1	-1	-1	-1	1	3.512.530
cd	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	3.488.570
acd	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	3.332.876
bcd	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	3.262.924
abcd	1	1	1	1	1	1	1	1	3.528.624

Considerando os resultados obtidos e após o devido tratamento efetuou-se o traçado do gráfico da probabilidade normal padronizada dos efeitos conforme apresentado na figura 13.

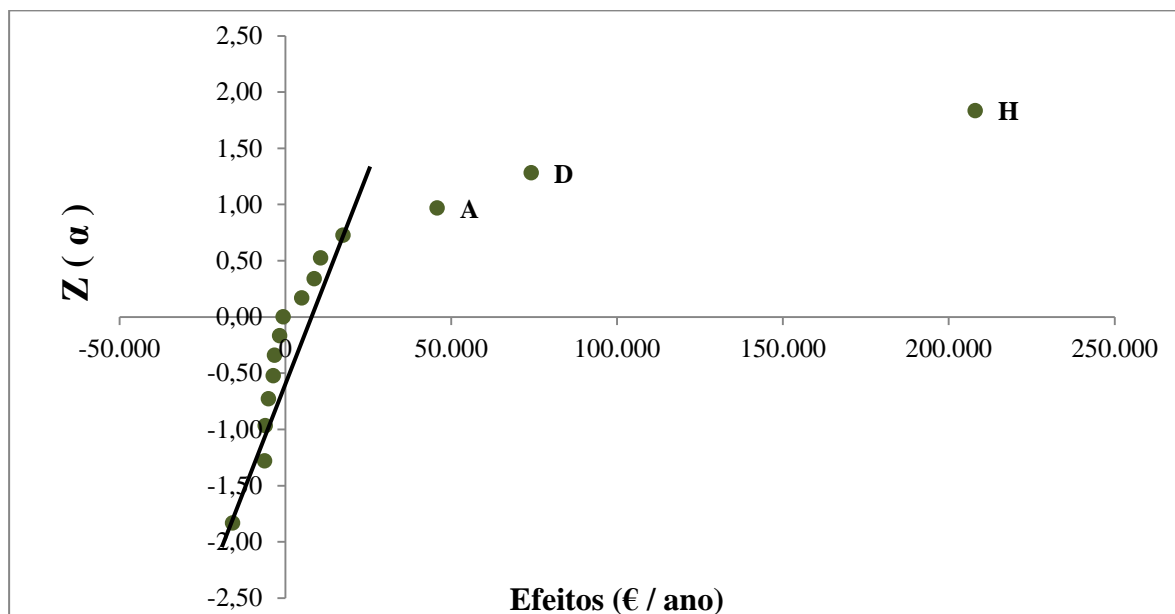


Figura 13 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 1ª série de simulações (Sistema SC)

De seguida foi efetuada a análise de variância relativamente aos valores obtidos e análise da estrutura dos efeitos confundidos (apresentada no anexo E), verificando-se que se obtêm como significativos os fatores e interações apresentados na tabela 12.

Tabela 12 - Resultados da análise ANOVA à 1ª série de simulações: Efeitos e interações principais (Sistema SC)

Fonte de Variação	Contraste	Efeito	SQ	GL	DQM	F ₀
A	366.502	45.813	8.395.232.250	1	8.395.232.250	28,059
D	593.138	74.142	21.988.292.940	1	21.988.292.940	73,489
ABD=H	1.664.238	208.030	173.105.507.540	1	173.105.507.540	578,554
Erro			3.590.441.785	12	299.203.482	
Total				15	F.INV	4,747

Atendendo aos resultados da tabela 12 foi realizada a análise dos resíduos para aferir da adequabilidade do modelo resultante da análise de variância realizada. Para o efeito foi realizada uma regressão de 1ª ordem aos resultados, obtendo-se a equação 17, calculada de acordo a equação genérica 15. Na sequência, foi complementarmente traçado um gráfico da probabilidade normal padronizada dos resíduos, conforme apresentado na figura 14.

$$\hat{c} = 3\,364\,836 + 22\,906 \times \kappa_A + 37\,071 \times \kappa_D + 104\,015 \times \kappa_H \quad (17)$$

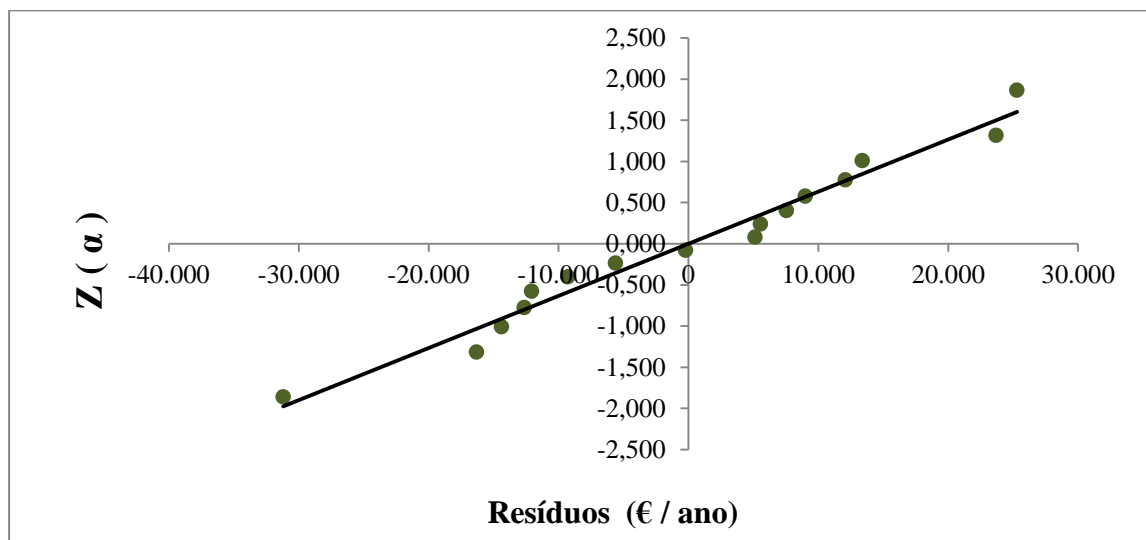


Figura 14 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 1ª série de simulações (Sistema SC)

A análise da figura 14 revela que não existem desvios significativos dos dados relativamente à reta traçada, pelo que se considera o modelo adotado como sendo válido.

De seguida foram quantificados os custos médios em função do nível e correspondentes a cada fator, sendo apresentados na tabela 13.

Tabela 13 - Custos médios em função do nível e correspondente valor para cada fator da 1ª série de simulações (Sistema SC)

Fator	Nível	Custo médio (€/ano)	Valores
A	-1	3.371.809	23
	1	3.392.996	27
B	-1	3.397.915	6
	1	3.392.996	8
C	-1	3.390.748	7
	1	3.400.163	11
D	-1	3.374.990	27
	1	3.415.921	31
E	-1	3.402.567	1
	1	3.388.344	3
F	-1	3.367.494	0,1
	1	3.423.417	0,14
G	-1	3.404.928	1,93
	1	3.385.983	2,35
H	-1	3.246.312	650
	1	3.544.599	850

Pela análise das tabelas 12 e 13, constata-se que:

1. As variáveis não significativas B, C, E, F e G devem ser mantidas nos seus melhores níveis, ou seja, que representem o menor custo. No caso das variáveis B, E e G os valores corresponderão ao nível alto, enquanto que no caso dos fator C e F os valores corresponderão ao nível baixo (cf. tabela 11).
2. No que se refere às variáveis A, D e H deverão ser alvo de posterior otimização, devendo os valores dos fatores ser alterados no sentido da redução do custo associado.

Atendendo ao referido, prossegue o estudo, sendo realizado um planeamento fatorial completo do tipo 2^3 , considerando os fatores A, D e H.

2ª SÉRIE DE SIMULAÇÕES – PLANEAMENTO FATORIAL COMPLETO

Tendo em atenção a análise da 1ª série de simulações o estudo prossegue sendo realizado um planeamento fatorial completo, do tipo 2^k , em que k representa os fatores a considerar, que neste caso são 3 (A, D e H), resultando numa série de 8 simulações, cuja matriz de planeamento, obtida com recurso à aplicação MINITAB 16, é apresentada na tabela 15. Considerou-se para todos estes fatores, a redução dos seus valores (cf. tabela 14), sendo o nível alto desta série o correspondente ao nível baixo da série anterior. A amplitude da variação foi idêntica à da série precedente.

Tabela 14 - Níveis dos fatores do processo referentes à 2ª série de simulações (Sistema SC)

Fator	Variável do processo	Referência	Nível baixo (-)	Nível alto (+)
A	N_{C1}	25	19	22
B	NP_{AC1}	7	-	8
C	NP_{ACRC1}	9	7	-
D	N_{C2}	29	20	23
E	NP_{AC2}	1	-	3
F	rR_{C1}	0,12	0,11	-
G	rR_{C2}	2,14	1,93	-
H	F_P (kmol/h)	750	625	675

Tabela 15 - Matriz do planeamento fatorial completo 2^4 para a 2ª série de simulações (sistema SC)

Ordem de Simulação	Ordem padrão	A	D	H
1	h	-1	-1	1
2	ah	1	-1	1
3	a	1	-1	-1
4	dh	-1	1	1
5	ad	1	1	-1
6	adh	1	1	1
7	(1)	-1	-1	-1
8	d	-1	1	-1

Após realização das simulações e quantificação dos custos respeitantes a cada uma delas, de acordo com o procedimento descrito na secção 4.1, obtêm-se os resultados apresentados na tabela 16.

Tabela 16 - Resultados da 2ª série de simulações (Sistema SC)

Ordem padrão	A	D	H	Custo Total (€/ano)
(1)	-1	-1	-1	3.061.512
a	1	-1	-1	3.072.054
d	-1	1	-1	3.087.174
ad	1	1	-1	3.098.328
f	-1	-1	-1	3.134.250
af	1	-1	-1	3.149.448
df	-1	1	-1	3.161.892
adf	1	1	-1	3.175.980

Considerando os resultados obtidos e após o devido tratamento efetuou-se o traçado do gráfico da probabilidade normal padronizada dos efeitos conforme apresentado na figura 15.

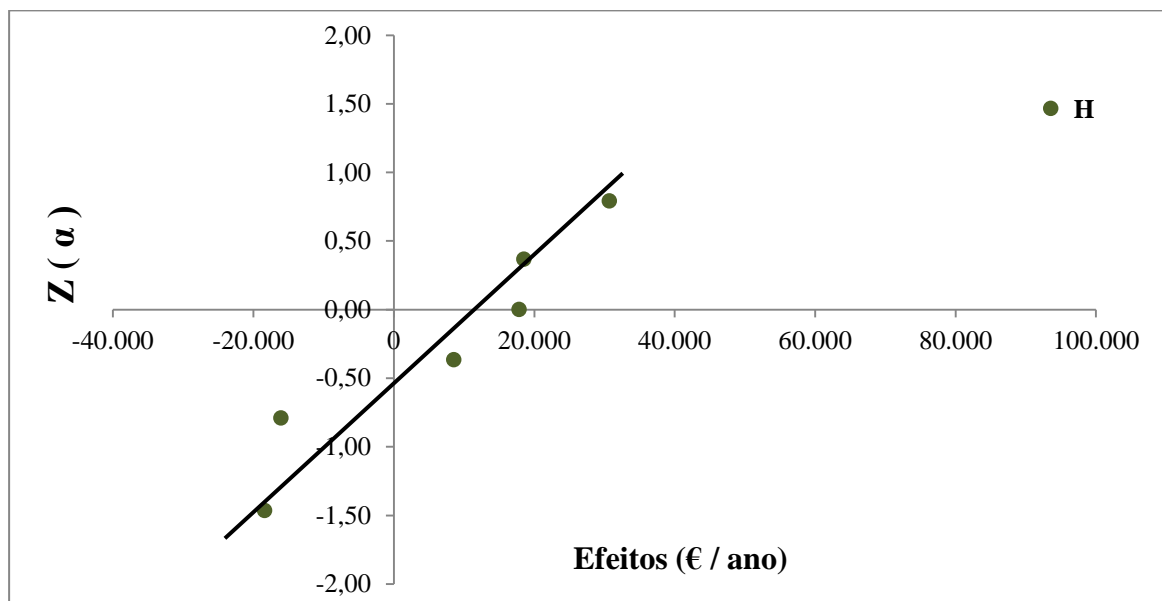


Figura 15 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 2ª série de simulações (Sistema SC)

De seguida foi efetuada a análise de variância relativamente aos valores obtidos apresentando-se os respetivos resultados na tabela 17.

Tabela 17 - Resultados da análise ANOVA à 2ª série de simulações: Efeito principal (Sistema SC)

Fonte de Variação	Contraste	Efeito	SQ	GL	DQM	F0
H	302.502	75.626	11.438.432.501	1	11.438.432.501	39,268
Erro			1.747.741.820	6	291.290.303	
Total				7	F.INV	5,987

Atendendo aos resultados da tabela 17 foi realizada a análise dos resíduos para aferir da adequabilidade do modelo resultante da análise de variância realizada. Para o efeito foi realizada uma regressão de 1ª ordem aos resultados, obtendo-se a equação 18, calculada de acordo a equação genérica 15. Na sequência foi, complementarmente traçado um gráfico da probabilidade normal padronizada dos resíduos, conforme apresentado na figura 16.

$$\hat{c} = 3\,117\,580 + 37\,813 \times \kappa_H \tag{18}$$

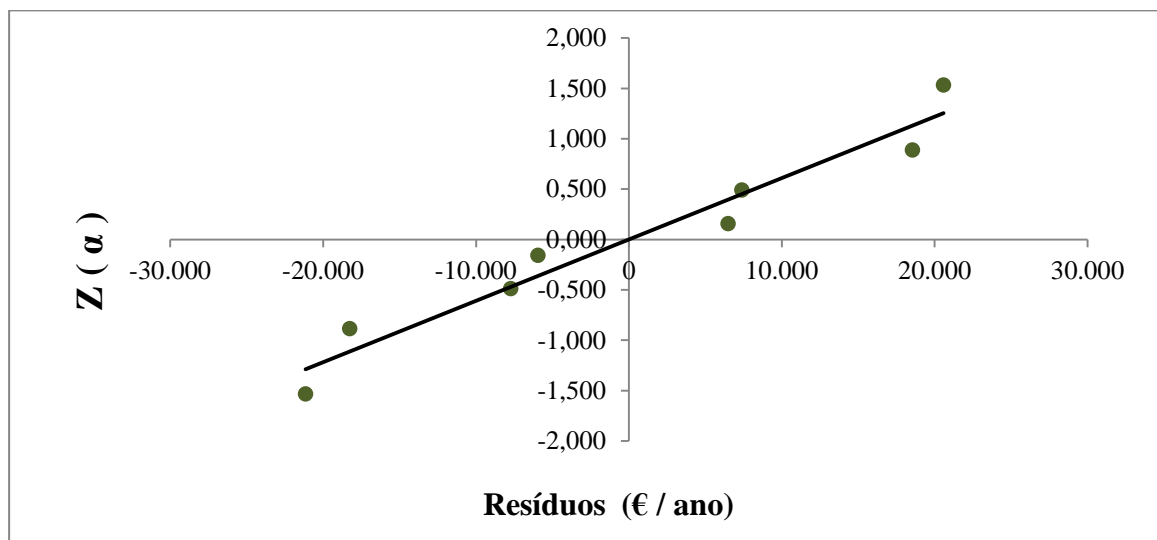


Figura 16 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 2ª série de simulações (Sistema SC)

A análise da figura 16 revela que não existem desvios significativos dos dados relativamente à reta traçada, pelo que se considera o modelo adotado como sendo válido.

De seguida foram quantificados os custos médios em função do nível e correspondentes a cada fator, sendo apresentados na tabela 18.

Tabela 18 - Custo médio em função do nível e correspondente valor para cada fator da 2ª série de simulações (Sistema SC)

Fator	Nível	Custo médio (€/ano)	Valores
A	-1	3.111.207	19
	1	3.123.953	22
D	-1	3.104.316	20
	1	3.130.844	23
H	-1	3.079.767	625
	1	3.155.393	675

Face ao verificado, os fatores A e D consideram-se otimizados pois constata-se da 2ª série de simulações que não são significativos. No que se refere ao fator H, o estudo prossegue com uma análise paramétrica no sentido do seu melhor nível, ou seja, reduzindo o seu valor.

3ª SÉRIE DE SIMULAÇÕES – ANÁLISE PARAMÉTRICA

Atendendo aos resultados anteriores realiza-se uma nova série de simulações mediante uma análise paramétrica ao fator H no sentido da redução do custo respetivo. Desta forma, foram

realizadas variações de 100 kmol/h para o caudal de n-pentano em circulação. Os resultados obtidos, de acordo com o procedimento descrito na secção 4.1, podem ser observados na figura 17.

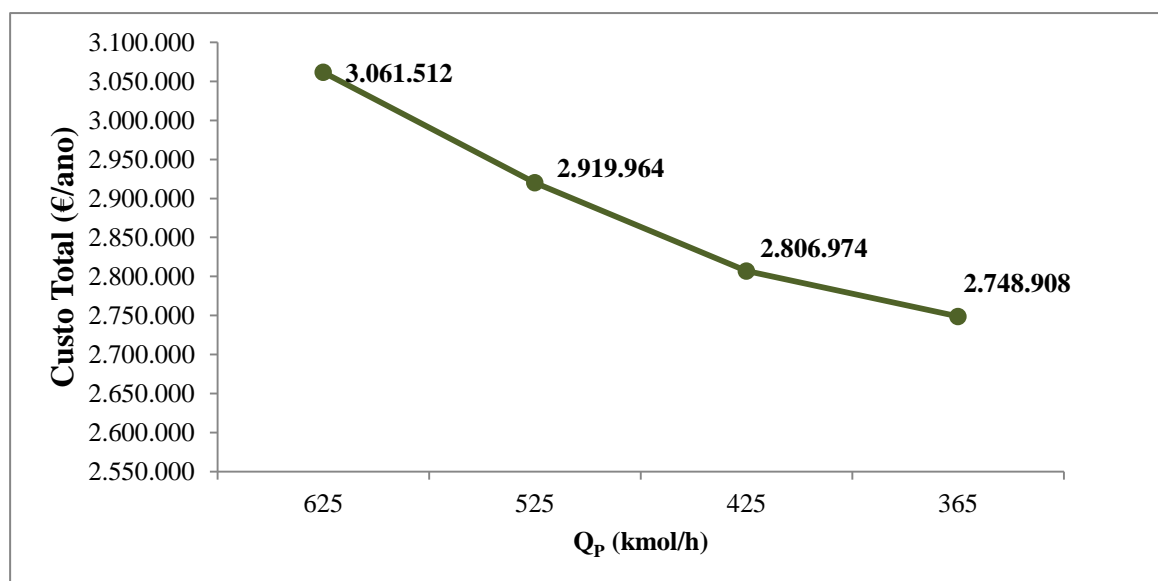


Figura 17 - Representação do custo total em função do caudal de n-pentano (Sistema SC)

Constatou-se que para valores inferiores o sistema não consegue obter convergência, tendo sido assumido, portanto, que 365 kmol/h seria o caudal mínimo de n-pentano que possibilita as separações pretendidas. Assim, considerou-se que este seria o valor ótimo para o fator H.

Depois dos estudos anteriores considera-se que o sistema SC foi devidamente otimizado em termos da redução do custo sendo os valores ótimos para os diversos fatores apresentados na tabela 19.

Tabela 19 - Valores ótimos para os diversos fatores do sistema SC

Tipo de Variáveis	Variável (Processo)	Designação	Fator	Valor Ótimo
Variáveis Estruturais	N _{C1}	Número de pratos da primeira coluna (C1)	A	19
	NP _{AMC1}	Número do prato de alimentação de mistura à coluna 1	B	8
	NP _{ACRC1}	Número do prato de alimentação de correntes de reciclo à coluna 1	C	7
	N _{C2}	Número de pratos da segunda coluna (C2)	D	20
	NP _{AC2}	Número do prato de alimentação da coluna 2	E	3
Variáveis Operatórias	r _{RC1}	Razão de refluxo da primeira coluna (C1)	F	0,11
	r _{RC2}	Razão de refluxo da segunda coluna (C2)	G	1,93
	F _p	Caudal de n-pentano em circulação	H	365

4.1.2 OTIMIZAÇÃO DO SISTEMA DE COLUNAS COM ACOPLAMENTO TÉRMICO (TCDC-SS)

De forma análoga ao realizado relativamente ao sistema convencional também no que se refere à otimização do sistema TCDC-SS, foi necessário proceder a algumas alterações no diagrama processual anteriormente construído no *Aspen HYSYS*. Deste modo, destacam-se as principais alterações:

1. Introdução de diversas operações lógicas do tipo *SET*, por forma a estabelecer que a pressão das diversas correntes de entrada da cada coluna fosse sempre igual à pressão da corrente de resíduo da respetiva coluna, garantindo em qualquer das sequências da simulação, que essa pressão é sempre superior à do prato de entrada de cada corrente;
2. Inclusão de equipamento de ajuste de pressão (bombas e compressor¹) para cumprimento das condições referidas no ponto anterior;
3. Seleção de água de refrigeração (*Cooling water*) como utilidade fria a ser usada em ambos os condensadores;
4. Seleção de vapor de baixa pressão (*LP Steam*) como utilidade quente a ser usada em ambos os ebulidores.

O diagrama processual alterado em conformidade com o referido anteriormente e que serviu de base aos estudos subsequentes apresenta-se na figura 18.

¹ Os custos relativos ao compressor, quer energéticos, quer de investimento, foram excluídos da estrutura de custo em cada simulação, porque sendo muito elevados, poderiam afetar os resultados do estudo em termos da determinação dos fatores e interações mais relevantes. Na realidade, conforme se verá adiante, bastará realizar pequenas alterações em termos da pressão de funcionamento das colunas, para garantir o adequado funcionamento deste sistema.

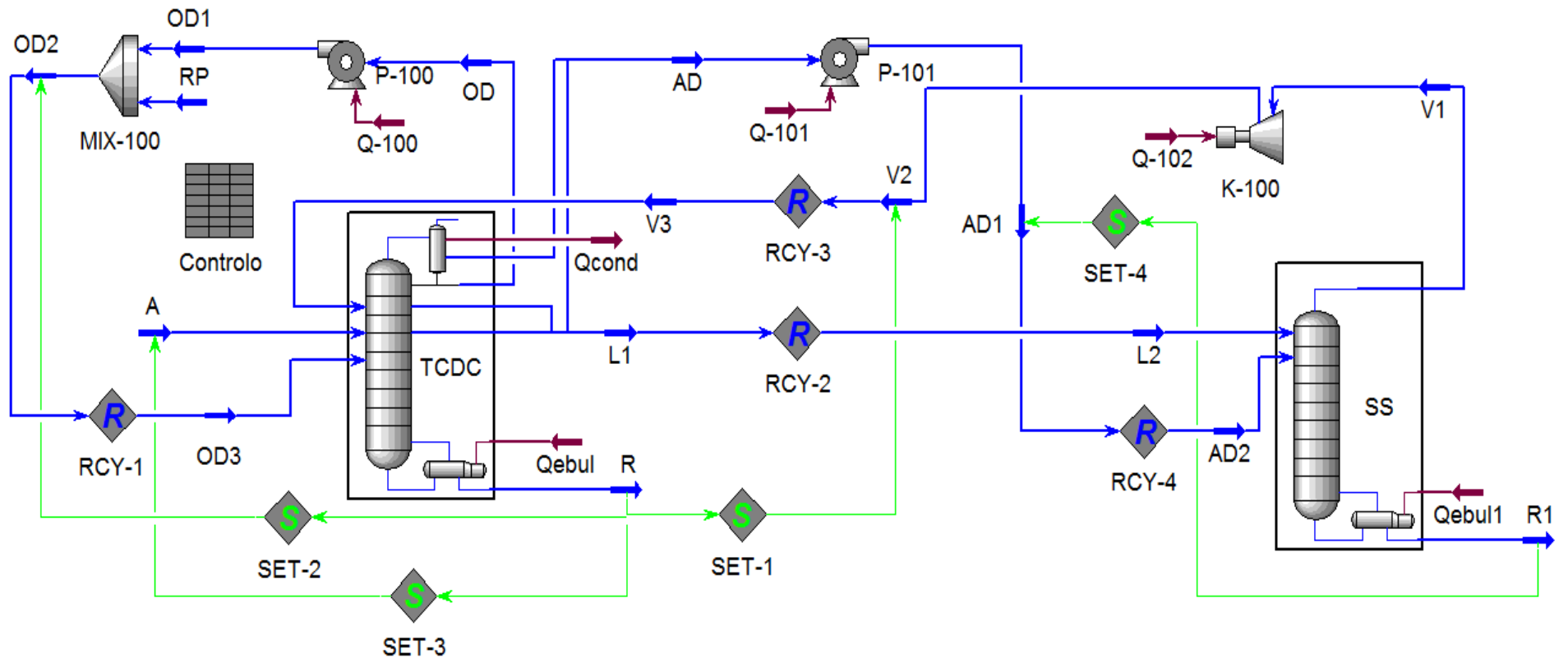


Figura 18 - Diagrama adaptado à otimização do sistema TCDC-SS

Na otimização deste sistema, atendendo ao conhecimento sobre processos de destilação azeotrópica heterogénea, adquirido em diversas fontes literárias (Seader *et al.*, 2011; Maloney, 2008; Luyben and Chien, 2010), foram consideradas, numa primeira abordagem, as variáveis, consideradas como sendo mais relevantes na perspetiva do custo, constantes da tabela 20.

Tabela 20 - Variáveis de otimização do sistema TCDC-SS

Tipo de Variáveis	Variável (Processo)	Fator	Designação
Variáveis Estruturais	N_{TCDC}	A	Número de pratos da coluna principal
	NP_{AM}	B	Número do prato de alimentação da mistura à coluna principal
	NP_{AAM}	C	Número do prato de alimentação do agente mássico à coluna principal
	NP_{EL1}	D	Número do prato de extração do líquido (L1) da coluna principal
	NP_{AV1}	E	Número do prato de alimentação do vapor (V1) à coluna principal
	N_{SS}	F	Número de pratos do pósfracionador
	NP_{AL2}	G	Número do prato de alimentação (L2) do pósfracionador
Variáveis Operatórias	L1	H	Caudal da corrente de interligação de líquido (L1)
	V1	J	Caudal da corrente de interligação de vapor (V1)
	$P_{TCDC/SS}$	K	Pressão da coluna principal / pósfracionador-topo
	F_P	L	Caudal de n-pentano em circulação
	rR_{CP}	M	Razão de refluxo da coluna principal

Os valores dos fatores utilizados no estudo do sistema TCDC-SS, correspondentes aos níveis altos e baixos, foram obtidos por variação da mesma amplitude para o nível baixo e alto relativamente aos valores do artigo de referência (Kiss and Suszwalak, 2012). A amplitude de variação atendeu ao conhecimento do processo, expressa em várias fontes literárias (Seader *et al.*, 2011; Maloney, 2008, Luyben and Chien, 2010) e foi distinta consoante o tipo de fator em causa, sendo que se aproximou dos 10%.

1ª SÉRIE DE SIMULAÇÕES – PLANEAMENTO FATORIAL FRACIONADO

Considerando o elevado número de fatores envolvidos e o facto de ser previsível, para este sistema, a interação entre os diversos fatores, optou-se por realizar um estudo recorrendo ao planeamento experimental.

Encarando a possibilidade de realizar um estudo baseado num planeamento fatorial completo a dois níveis e os doze fatores considerados, implicaria a realização de uma série de 4096

simulações, o que acarretaria um elevadíssimo tempo dispendido em simulação, revelando-se uma opção de todo impraticável. Face a esta constatação e atendendo à necessidade de considerar todos os fatores, optou-se por recorrer a um planeamento fatorial fracionado do tipo $2^{(k-p)}$, em que k representa o número total de fatores e p o número de geradores, sendo que para se conseguir uma resolução do tipo IV, foram necessários 7 geradores para as variáveis F, G, H, J, K, L e M, conforme ilustrado na tabela 21.

Tabela 21 - Geradores utilizados na 1ª Série de Simulações (Sistema TCDC-SS)

F	ACE
G	ACD
H	ABD
J	ABE
K	CDE
L	ABCDE
M	ADE

Relativamente a esta série de simulações os valores dos fatores para os níveis altos e baixos são apresentados na tabela 22.

Tabela 22 - Níveis dos fatores do processo referentes à 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Fator	Variável do processo	Referência	Nível baixo (-)	Nível alto (+)
A	N_{TCDC}	35	33	37
B	NP_{AM}	15	13	17
C	NP_{AAM}	15	13	17
D	NP_{EL1}	10	8	12
E	NP_{AV1}	10	8	12
F	N_{SS}	25	23	27
G	NP_{AL2}	10	8	12
H	F_{L1} (kmol/h)	120	108	132
J	F_{V1} (kmol/h)	160	144	176
K	$P_{TCDC/SS}$ (bar)	1,0	1,1	1,3
L	F_P (kmol/h)	850	750	950
M	rR_{TCDC}	0,93	0,88	0,98

A 1ª série de simulações é realizada de acordo com a matriz de planeamento da tabela 23, obtida com recurso ao programa MINITAB 16.

Tabela 23 - Matriz do planeamento fatorial fracionado $2_{IV}^{(12-7)}$ da 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Ordem de Simulação	Ordem Padrão	A	B	C	D	E	F	G	H	J	K	L	M
1	bd	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1
2	abd	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	-1
3	abcde	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
4	abc	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1
5	bce	-1	1	1	-1	1	-1	1	1	-1	-1	1	1
6	ad	1	-1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1
7	d	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	1
8	a	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	1	1
9	bcde	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	-1
10	abe	1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	-1
11	cde	-1	-1	1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	-1
12	bcd	-1	1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1
13	ab	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1
14	ae	1	-1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1
15	(1)	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1
16	bc	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	1	-1	-1
17	ace	1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1
18	cd	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	-1	1
19	acd	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1
20	b	-1	1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	-1	1	-1
21	ac	1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1
22	e	-1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1
23	ade	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1
24	ce	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1
25	abde	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1
26	abce	1	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1
27	abcd	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1
28	acde	1	-1	1	1	1	1	1	-1	-1	1	-1	1
29	c	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1
30	de	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	-1
31	be	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1
32	bde	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1

Após realização das simulações e quantificação dos custos respeitantes a cada uma delas, de acordo com o procedimento descrito na secção 4.1, obtêm-se os resultados apresentados na tabela 24.

Tabela 24 - Resultados da 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Ordem Padrão	A	B	C	D	E	F	G	H	J	K	L	M	Custo Total (€/ano)
(1)	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	3.957.380
a	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	1	1	4.544.334
b	-1	1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	4.410.554
ab	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	4.118.190
c	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	4.188.336
ac	1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	4.175.886
bc	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	1	-1	-1	4.099.528
abc	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	4.610.950
d	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	1	4.463.482
ad	1	-1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	4.148.908
bd	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	4.186.488
abd	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	-1	4.435.022
cd	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	-1	1	4.364.468
acd	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	4.487.170
bcd	-1	1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	4.522.408
abcd	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	4.079.490
e	-1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	4.671.250
ae	1	-1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	3.982.424
be	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	4.032.238
abe	1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	-1	4.601.390
ce	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	4.115.918
ace	1	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	4.364.468
bce	-1	1	1	-1	1	-1	1	1	-1	-1	1	1	4.431.602
abce	1	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	4.110.164
de	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	-1	4.514.220
ade	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	4.507.546
bde	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	4.032.238
abde	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	4.186.488
cde	-1	-1	1	1	1	-1	-1	1	1	1	1	-1	4.493.048
acde	1	-1	1	1	1	1	1	-1	-1	1	-1	1	4.003.112
bcde	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	-1	4.066.922
abcde	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	4.673.400

Considerando os resultados obtidos e após o devido tratamento efetuou-se o traçado do gráfico da distribuição normal padronizada dos efeitos, conforme apresentado na figura 19.

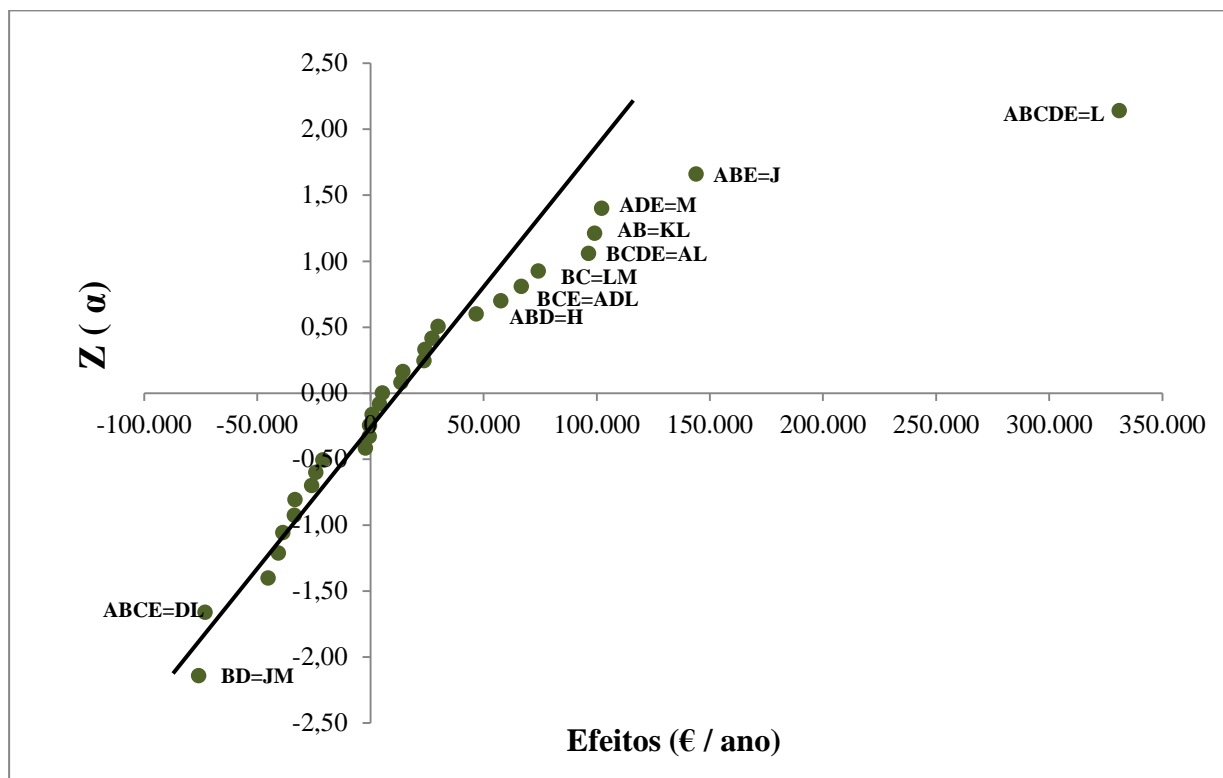


Figura 19 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

De seguida foi efetuada a análise de variância relativamente aos valores obtidos e a análise da estrutura dos efeitos confundidos (apresentada no anexo F), verificando-se que se obtêm como significativos os fatores e interações apresentados na tabela 25.

Tabela 25 - Resultados da análise ANOVA à 1ª série de simulações: Efeitos e interações principais (Sistema TCDC-SS)

Fonte de Variação	Contraste	Efeito	SQ	GL	DQM	F ₀
AB=KL	1.587.370	99.211	78.741.984.903	1	78.741.984.903	14,212
BC=LM	1.188.994	74.312	44.178.335.376	1	44.178.335.376	7,974
BD=JM	-1.214.118	-75.882	46.065.078.685	1	46.065.078.685	8,314
ABD=H	922.282	57.643	26.581.377.735	1	26.581.377.735	4,798
ABE=J	2.303.286	143.955	165.785.199.931	1	165.785.199.931	29,923
BCE=ADL	1.068.262	66.766	35.661.990.645	1	35.661.990.645	6,437
ABCE=DL	-1.166.938	-72.934	42.554.509.245	1	42.554.509.245	7,681
ADE=M	1.636.498	102.281	83.691.428.250	1	83.691.428.250	15,105
BCDE=AL	1.543.862	96.491	74.484.683.595	1	74.484.683.595	13,444
ABCDE=L	5.295.374	330.961	876.280.806.246	1	876.280.806.246	158,160
Erro			116.349.865.354	21	5.540.469.779	
Total				31	F.INV	4,325

Face aos resultados obtidos procedeu-se à análise dos resíduos para aferir da adequabilidade do modelo resultante da análise de variância realizada. Para o efeito foi realizada uma regressão de 1ª ordem aos resultados, obtendo-se a equação 19, calculada de acordo a equação genérica 15. Na sequência, foi complementarmente traçado um gráfico da probabilidade normal padronizada dos resíduos, conforme apresentado na figura 20.

$$\begin{aligned} \hat{c} = & 4\,299\,344 + 28\,821 \times \kappa_H + 71\,978 \times \kappa_J + 165\,480 \times \kappa_L \\ & + 51\,141 \times \kappa_M - 37\,941 \times \kappa_{JM} + 49\,605 \times \kappa_{KL} - 37\,156 \\ & \times \kappa_{LM} - 36\,467 \times \kappa_{DL} - 48\,246 \times \kappa_{AL} + 33\,3833 \times \kappa_{ADL} \end{aligned} \quad (19)$$

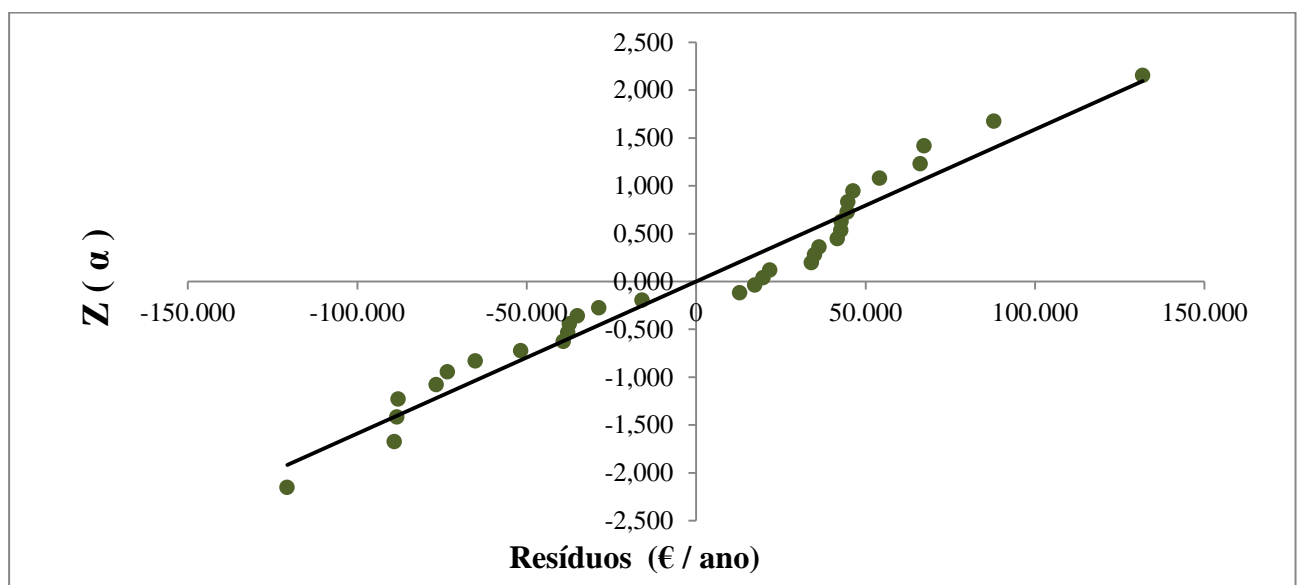


Figura 20 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

A análise da figura 20 revela que não existem desvios significativos dos dados relativamente à reta traçada, pelo que se considera o modelo adotado como sendo adequado.

Face à verificação do mencionado no último parágrafo prossegue o estudo. Assim, atendendo aos resultados da tabela 25 verifica-se que o efeito dos fatores individuais são mais significativos do que aqueles resultantes das interações entre esses fatores, pelo que deverão ser considerados os mesmos em detrimento das interações.

Seguidamente, foram quantificados os custos médios em função do nível e correspondentes a cada fator, sendo apresentados na tabela 26.

Tabela 26 - Custo médio em função do nível e correspondente valor para cada fator da 1ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Fator	Nível	Custo médio (€/ano)	Valores
A	-1	4.284.380	33
	1	4.314.309	37
B	-1	4.311.372	13
	1	4.287.317	17
C	-1	4.299.510	13
	1	4.299.179	17
D	-1	4.275.913	8
	1	4.322.776	12
E	-1	4.299.537	8
	1	4.299.152	12
F	-1	4.297.296	23
	1	4.301.393	27
G	-1	4.316.106	8
	1	4.282.583	12
H	-1	4.270.523	108
	1	4.328.166	132
J	-1	4.227.367	144
	1	4.371.322	176
K	-1	4.296.665	1,1
	1	4.302.024	1,3
L	-1	4.133.864	750
	1	4.464.825	950
M	-1	4.248.204	0,88
	1	4.350.485	0,98

Pela análise das tabelas 25 e 26, constata-se que:

- Os fatores não significativos A, B, C, D, E, F, G e K devem ser mantidas nos seus melhores níveis, ou seja, que representem o menor custo. Deste modo, os fatores A, D, F, K devem ser mantidos no nível baixo, enquanto que os restantes, B, C, E e G devem ser mantidos no nível alto (cf. tabela 24).
- No que se refere aos fatores H, J, L e M deverão ser alvo de posterior otimização, devendo os seus valores ser alterados no sentido da redução do custo associado.

2ª SÉRIE DE SIMULAÇÕES – PLANEAMENTO FATORIAL COMPLETO

Tendo em atenção a análise da 1ª série de simulações o estudo prossegue sendo realizado um planeamento fatorial completo, do tipo 2^k , em que k representa os fatores a considerar, que neste caso são 4 (H, J, L e M), resultando numa série de 16 simulações, cuja matriz de planeamento, obtida com recurso ao programa MINITAB 16, é apresentada na tabela 28. Considerou-se para todos estes fatores, a redução dos seus valores (cf. tabela 27), sendo o nível alto desta série o correspondente ao nível baixo da série anterior. A amplitude da variação foi idêntica à da série precedente.

Tabela 27 - Níveis dos fatores / variáveis do processo referentes à 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Fator	Variável do processo	Referência	Nível baixo (-)	Nível alto (+)
A	N_{TCDC}	35	33	-
B	NP_{AM}	15	-	17
C	NP_{AAM}	15	-	17
D	NP_{EL1}	10	8	-
E	NP_{AV1}	10	-	12
F	N_{SS}	25	23	-
G	NP_{AL2}	10	-	12
H	F_{L1} (kmol/h)	120	96	108
J	F_{V1} (kmol/h)	160	130	144
K	$P_{TCDC/SS}$ (bar)	1,0	1,1	-
L	F_P (kmol/h)	850	650	750
M	rR_{TCDC}	0,93	0,82	0,88

Tabela 28 - Matriz do planeamento fatorial completo 2^4 da 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Ordem de Simulação	Ordem Padrão	H	J	L	M
1	h	1	-1	-1	-1
2	(1)	-1	-1	-1	-1
3	j	-1	1	-1	-1
4	hjm	1	1	-1	1
5	jm	-1	1	-1	1
6	jlm	-1	1	1	1
7	hjl	1	1	1	-1
8	hl	1	-1	1	-1
9	hj	1	1	-1	-1
10	hlm	1	-1	1	1
11	l	-1	-1	1	-1
12	m	-1	-1	-1	1
13	hjlm	1	1	1	1
14	hm	1	-1	-1	1
15	jl	-1	1	1	-1
16	lm	-1	-1	1	1

Concluídas as simulações foram quantificados os custos respeitantes a cada uma delas, de acordo com o procedimento descrito na secção 4.1, obtendo-se os resultados apresentados na tabela 29.

Tabela 29 - Resultados da 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Ordem padrão	H	J	L	M	Custo Total (€/ano)
(1)	-1	-1	-1	-1	3.689.002
h	1	-1	-1	-1	3.686.502
j	-1	1	-1	-1	3.717.050
hj	1	1	-1	-1	3.713.462
l	-1	-1	1	-1	3.942.638
hl	1	-1	1	-1	3.931.770
jl	-1	1	1	-1	3.957.934
hjl	1	1	1	-1	3.941.854
m	-1	-1	-1	1	3.765.156
hm	1	-1	-1	1	3.754.624
jm	-1	1	-1	1	3.780.326
hjm	1	1	-1	1	3.775.726
lm	-1	-1	1	1	3.982.030
hlm	1	-1	1	1	3.971.680
jlm	-1	1	1	1	3.996.898
hjlm	1	1	1	1	3.990.038

Considerando os resultados obtidos e após o devido tratamento efetuou-se o traçado do gráfico da probabilidade normal padronizada dos efeitos, conforme apresentado na figura 21.

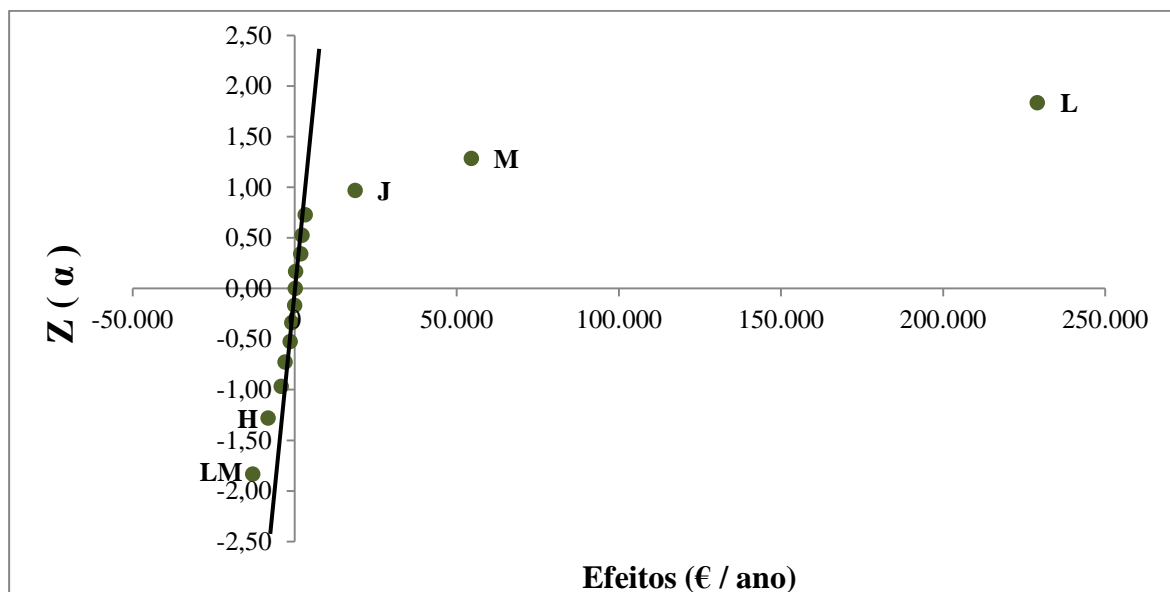


Figura 21 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

De seguida foi efetuada a análise de variância relativamente aos valores obtidos, verificando-se que se obtêm como significativos os fatores e interações apresentados na tabela 30.

Tabela 30 - Resultados da análise ANOVA à 2ª série de simulações: Efeitos e interações principais (Sistema TCDC-SS)

Fonte de Variação	Contraste	Efeito	SQ	GL	DQM	F ₀
H	-65.378	-8.172	267.142.680	1	267.142.680	13,900
J	149.886	18.736	1.404.113.312	1	1.404.113.312	73,058
L	1.832.994	229.124	209.991.687.752	1	209.991.687.752	10.926,213
M	436.266	54.533	11.895.501.422	1	11.895.501.422	618,943
LM	-103.366	-12.921	667.783.122	1	667.783.122	34,746
Erro			192.190.735	10	19.219.073	
Total				15	F.INV	5,318

Considerando os dados da tabela 30 foi efetuada a respetiva análise dos resíduos, tendo sido realizada uma regressão de 1ª ordem aos resultados, obtendo-se a equação 20, calculada de acordo a equação genérica 15. Complementarmente procedeu-se ao traçado do gráfico da probabilidade normal padronizada dos resíduos, conforme apresentado na figura 22.

$$\hat{c} = 3\ 849\ 793 - 4\ 086 \times \kappa_H + 9\ 368 \times \kappa_J + 114\ 562 \times \kappa_L + 27\ 267 \times \kappa_M - 6\ 460 \times \kappa_{LM} \quad (20)$$

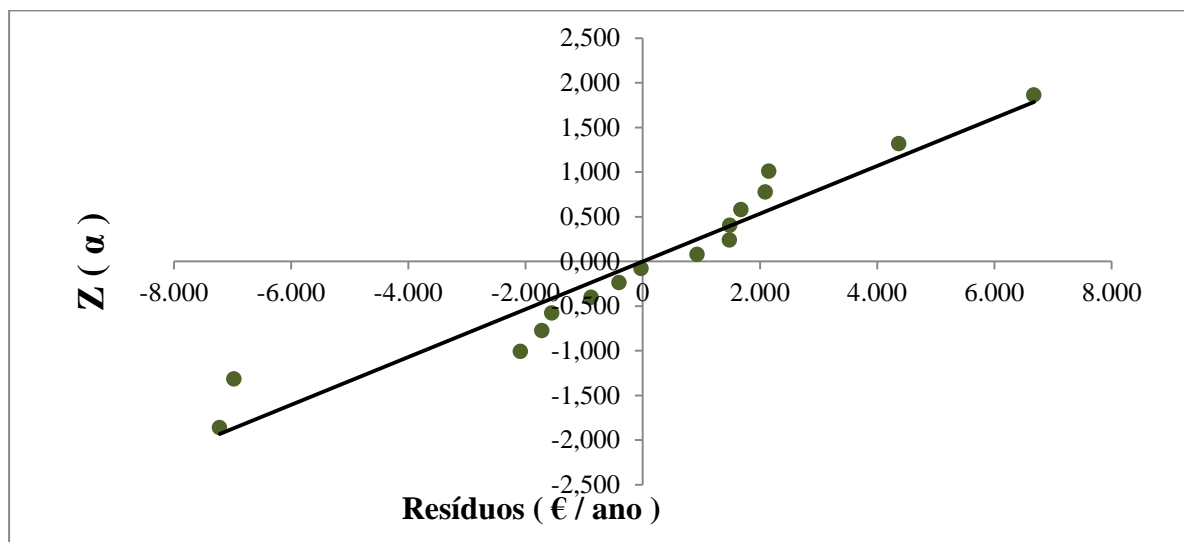


Figura 22 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Pode constatar-se que os desvios dos dados relativamente à reta são pouco acentuados, podendo considerar-se a adequabilidade do modelo adotado.

Considerando o referido no parágrafo anterior e atendendo aos resultados da tabela 30 observa-se que o efeito dos fatores individuais são mais significativos do que aqueles resultantes das interações entre esses fatores. Assim sendo, são considerados os efeitos dos fatores em detrimento do efeito das interações.

De seguida, foram quantificados os custos médios em função do nível e correspondentes a cada fator, sendo apresentados na tabela 31.

Tabela 31 - Custo médio em função do nível e correspondente valor para cada fator da 2ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Fator	Nível	Custo médio (€/ano)	Valores
H	-1	3853879	96
	1	3845707	108
J	-1	3840425	130
	1	3859161	144
L	-1	3735231	650
	1	3964355	750
M	-1	3822527	0,82
	1	3877060	0,88

O fator H considera-se otimizado devido ao facto de ter sido verificada uma alteração no sentido de melhoria no que diz respeito ao valor da redução do custo (conclui-se da 2ª série de simulações que o melhor nível é o mais alto, ao contrário do que se verificou após a 1ª série de simulações). Deste modo, considera-se o valor de 108 como sendo o melhor.

Relativamente aos fatores variáveis J, L e M deverão ser alvo de posterior otimização, devendo os valores dos fatores ser alterados no sentido da redução do custo associado.

3ª SÉRIE DE SIMULAÇÕES – PLANEAMENTO FATORIAL COMPLETO

Atendendo às conclusões da 2ª série de simulações o estudo prossegue sendo realizado um planeamento fatorial completo, do tipo 2^k , em que k representa os fatores a considerar, que neste caso são 3 (J, L e M), resultando numa série de 8 simulações. A respetiva matriz de planeamento, obtida através do programa MINITAB 16, é apresentada na tabela 33. Considerou-se para todos estes fatores, a redução dos seus valores (cf. tabela 32), sendo o nível alto desta série o correspondente ao nível baixo da série anterior. A amplitude da variação foi semelhante à usada nas anteriores séries de simulações.

Tabela 32 - Níveis dos fatores do processo referentes à 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Fator	Variável do processo	Referência	Nível baixo (-)	Nível alto (+)
A	N_{TCDC}	35	33	-
B	NP_{AM}	15	-	17
C	NP_{AAM}	15	-	17
D	NP_{EL1}	10	8	-
E	NP_{AV1}	10	-	12
F	N_{SS}	25	23	-
G	NP_{AL2}	10	-	12
H	F_{L1} (kmol/h)	120	-	108
J	F_{V1} (kmol/h)	160	120	130
K	$P_{TCDC/SS}$ (bar)	1,0	1,1	-
L	F_P (kmol/h)	850	550	650
M	rR_{TCDC}	0,93	0,78	0,82

Tabela 33 - Matriz do planeamento fatorial completo 2^3 da 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Ordem de Simulação	Ordem padrão	J	L	M
1	m	-1	-1	1
2	(1)	-1	-1	-1
3	jlm	1	1	1
4	jl	1	1	-1
5	jm	1	-1	1
6	lm	-1	1	1
7	l	-1	1	-1
8	j	1	-1	-1

Os custos relativos a cada uma das simulações, obtidos de acordo com o procedimento descrito na secção 4.1, são apresentados na tabela 34.

Tabela 34 - Resultados da 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Ordem padrão	J	L	M	Custo Total (€/ano)
(1)	-1	-1	-1	3.416.986
j	1	-1	-1	3.432.580
l	-1	1	-1	3.650.802
jl	1	1	-1	3.662.048
m	-1	-1	1	3.465.602
jm	1	-1	1	3.457.666
lm	-1	1	1	3.681.018
jlm	1	1	1	3.686.518

Atendendo aos resultados, foi efetuado o traçado do gráfico da probabilidade normal padronizada dos efeitos, apresentado na figura 23.

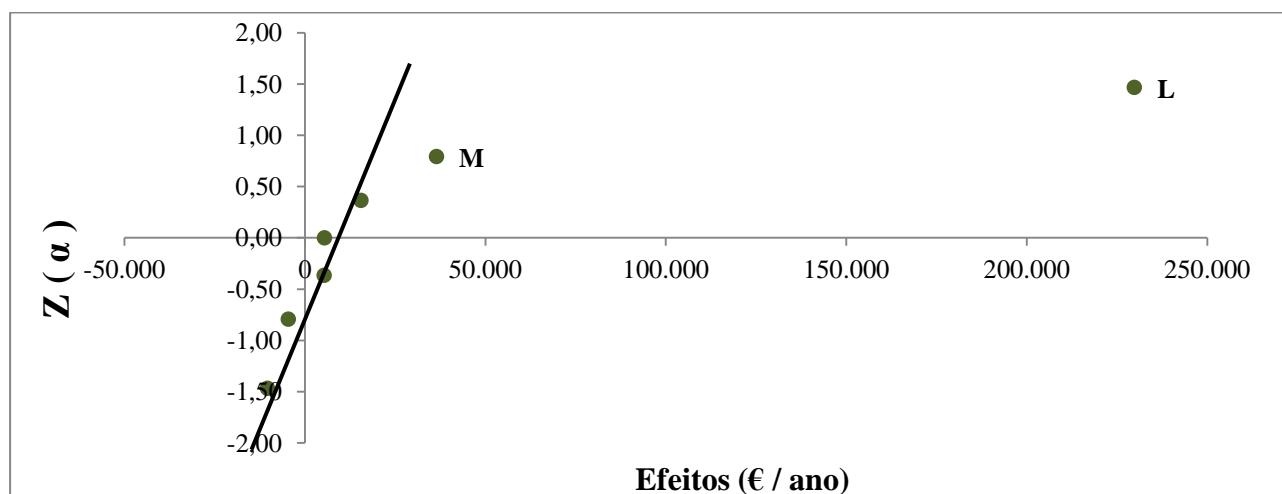


Figura 23 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

De seguida foi efetuada a análise de variância relativamente aos valores obtidos, verificando-se que se obtêm como significativos os fatores apresentados na tabela 35.

Tabela 35 - Resultados da análise ANOVA à 3ª série de simulações: Efeitos principais (Sistema TCDC-SS)

Fonte de Variação	Contraste	Efeito	SQ	GL	DQM	F ₀
L	907.552	226.888	102.956.329.088	1	102.956.329.088	1.860,844
M	128.388	32.097	2.060.434.818	1	2.060.434.818	37,241
Erro			276.638.756	5	55.327.751	
Total				7	F.INV	6,608

Atendendo aos dados anteriores foi efetuada uma regressão de 1ª ordem, obtendo-se a equação 21, calculada de acordo a equação genérica 15.

$$\hat{c} = 3\ 556\ 653 + 113\ 444 \times \kappa_L + 16\ 049 \times \kappa_M \tag{21}$$

O gráfico da probabilidade normal padronizada dos resíduos, é apresentado na figura 24.

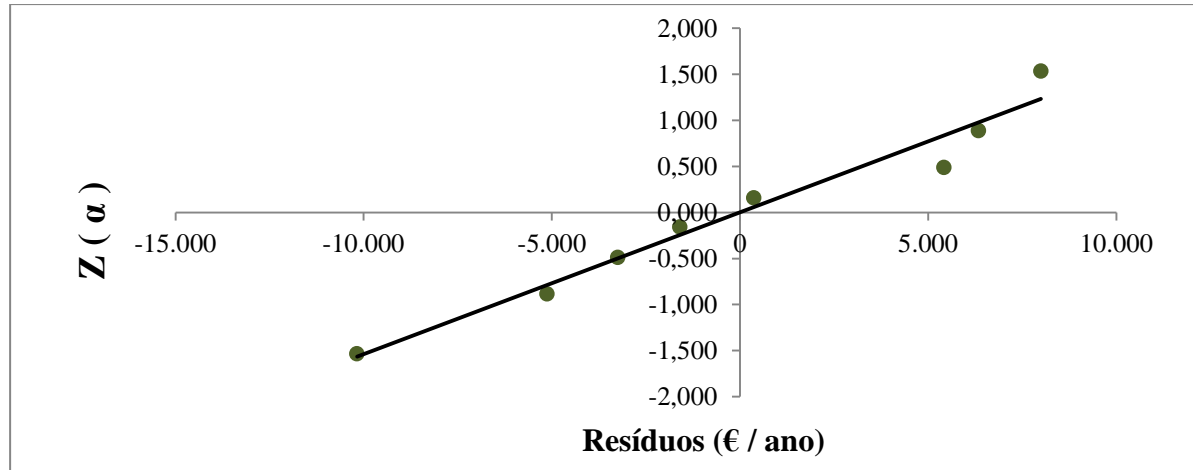


Figura 24 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Verifica-se que os desvios dos dados relativamente à reta são pouco relevantes, constatando-se a validade do modelo adotado.

Posteriormente, foram quantificados os custos médios em função do nível e correspondentes a cada fator, sendo apresentados na tabela 36.

Tabela 36 - Custo médio em função do nível e correspondente valor para cada fator da 3ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Fator	Nível	Custo médio (€/ano)	Valores
J	-1	3.553.602	120
	1	3.559.703	130
L	-1	3.443.209	550
	1	3.670.097	650
M	-1	3.540.604	0,78
	1	3.572.701	0,82

Atendendo aos dados da tabela 35, conclui-se que o fator J, não sendo significativo, está otimizado. Assim, face aos dados da tabela 36, considera-se o valor de 120 para este fator, como sendo o melhor. No que se refere aos fatores L e M deverão ser alvo de nova otimização, devendo os seus valores ser alterados no sentido da redução do custo associado.

4ª SÉRIE DE SIMULAÇÕES – PLANEAMENTO FATORIAL COMPLETO

Face aos resultados da 3ª série de simulações é realizado um novo estudo, seguindo um planeamento fatorial completo, do tipo 2^k , em que k representa os fatores a considerar, que neste caso são 2 (L e M), resultando numa série de 4 simulações. A matriz de planeamento respetiva, obtida através do programa MINITAB 16, é apresentada na tabela 38. Considerou-se para todos estes fatores, a redução dos seus valores (cf. tabela 37), sendo o nível alto desta série o correspondente ao nível baixo da série anterior. A amplitude da variação foi semelhante à usada nas anteriores séries de simulações.

Tabela 37 - Níveis dos fatores referentes à 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Fator	Variável do processo	Referência	Nível baixo (-)	Nível alto (+)
A	N_{TCDC}	35	33	-
B	NP_{AM}	15	-	17
C	NP_{AAM}	15	-	17
D	NP_{EL1}	10	8	-
E	NP_{AV1}	10	-	12
F	N_{SS}	25	23	-
G	NP_{AL2}	10	-	12
H	F_{L1} (kmol/h)	120	-	108
J	F_{V1} (kmol/h)	160	120	-
K	$P_{TCDC/SS}$ (bar)	1,0	1,1	-
L	F_P (kmol/h)	850	450	550
M	rR_{TCDC}	0,93	0,70	0,78

Tabela 38 - Matriz do planeamento fatorial completo 2_{IV}^2 da 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Ordem de Simulação	Ordem padrão	L	M
1	l	1	-1
2	m	-1	1
3	lm	1	1
4	(1)	-1	-1

Os custos relativos a cada uma das simulações, obtidos de acordo com o procedimento descrito na secção 4.1, são apresentados na tabela 39.

Tabela 39 - Resultados da 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Ordem padrão	L	M	Custo (€/ano)
(1)	-1	-1	3.156.234
l	1	-1	3.373.770
m	-1	1	3.206.796
lm	1	1	3.408.694

De seguida, foi efetuado o traçado do gráfico da probabilidade normal padronizada dos efeitos, apresentado na figura 25.

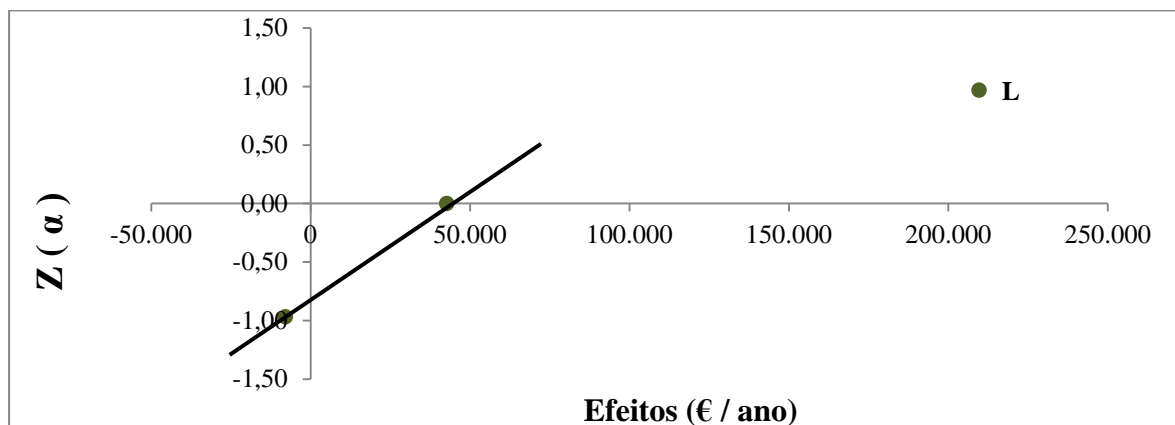


Figura 25 - Probabilidade normal padronizada dos efeitos da 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Seguidamente foi realizada a análise de variância, obtendo-se os resultados apresentados na tabela 40.

Tabela 40 - Resultados da análise ANOVA referente à 4ª série de simulações: Efeito principal (Sistema TCDC-SS)

Fonte de Variação	Contraste	Efeito	SQ	GL	DQM	F0
L	419.434	209.717	43.981.220.089	1	43.981.220.089	46,588
Erro			1.888.100.810	2	944.050.405	
Total				3	F.INV	18,513

Atendendo aos dados anteriores foi efetuada uma regressão de 1ª ordem, obtendo-se a equação 22, calculada de acordo a equação genérica 15.

$$\hat{c} = 3\,286\,374 + 104\,859 \times \kappa_L \tag{22}$$

O gráfico da probabilidade normal padronizada dos resíduos, é apresentado na figura 26.

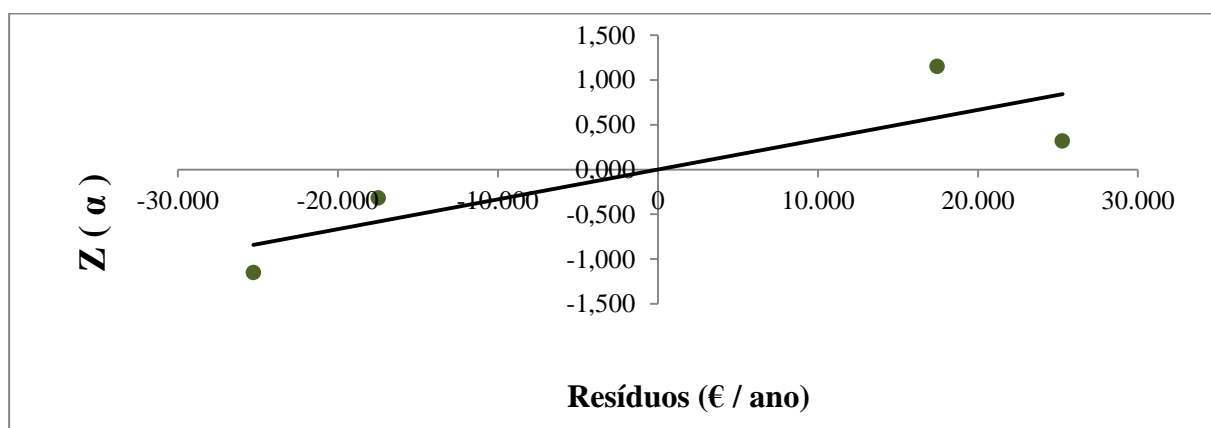


Figura 26 - Probabilidade normal padronizada dos resíduos da 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Pode inferir-se que os desvios dos dados relativamente à reta são pouco relevantes. Desta forma, constata-se que o modelo adotado é adequado.

Seguidamente, foram quantificados os custos médios em função do nível e correspondentes a cada fator, sendo apresentados na tabela 41.

Tabela 41 - Custo médio em função do nível e correspondente valor para cada fator da 4ª série de simulações (Sistema TCDC-SS)

Fator	Nível	Custo médio (€/ano)	Valores
L	-1	3.181.515	450
	1	3.391.232	550
M	-1	3.265.002	0,70
	1	3.307.745	0,78

A variável M considera-se otimizada devido ao facto de ter sido verificado da 4ª série de simulações que o único fator significativo é o fator L. Assim para o fator M fixa-se o valor de 0,70 que é aquele para o qual o custo médio é inferior (cf. tabela 41). Relativamente ao fator L o estudo prossegue com uma análise paramétrica no sentido de diminuição do valor do mesmo.

5ª SÉRIE DE SIMULAÇÕES – ANÁLISE PARAMÉTRICA

Atendendo aos resultados anteriores realiza-se uma nova série de simulações mediante uma análise paramétrica ao fator L no sentido da redução do custo respetivo. Deste modo, foram efetuadas variações de 50 kmol/h para o caudal de n-pentano em circulação. Os resultados obtidos de acordo com o procedimento descrito na secção 4.1, podem ser observados no gráfico da figura 27.

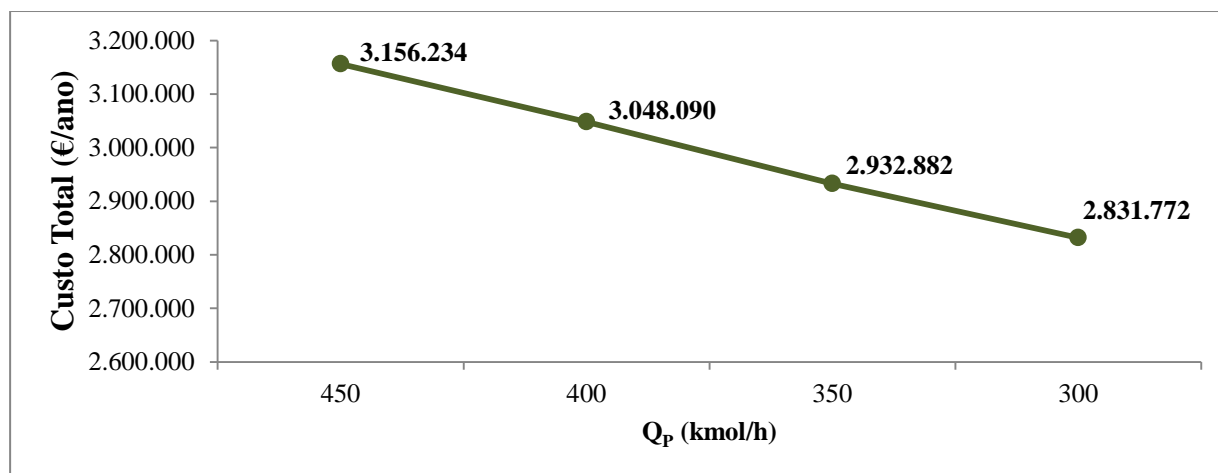


Figura 27 - Representação do custo total em função do caudal de n-pentano (Sistema TCDC-SS)

Constatou-se quer para valores inferiores o sistema não consegue obter convergência, tendo sido assumido, portanto, que 300 kmol/h seria o caudal mínimo de n-pentano que possibilita as separações pretendidas. Assim, considerou-se que este seria o valor ótimo para o fator L.

Depois dos estudos anteriores considera-se que o sistema TCDC-SS foi devidamente otimizado em termos da redução do custo sendo os valores ótimos para os diversos fatores apresentados na tabela 42.

Tabela 42 - Valores ótimos para os diversos fatores do sistema TCDC-SS

Tipos de Variáveis	Variável (Processo)	Designação	Fator	Valor Ótimo
Variáveis Estruturais	N_{TCDC}	Número de pratos da coluna principal	A	33
	NP_{AM}	Número do prato de alimentação da mistura à coluna principal	B	17
	NP_{AAM}	Número do prato de alimentação do agente mássico à coluna principal	C	17
	NP_{EL1}	Número do prato de extração do líquido (L1) da coluna principal	D	8
	NP_{AV1}	Número do prato de alimentação do vapor (V1) à coluna principal	E	12
	N_{SS}	Número de pratos do pósfracionador	F	23
	NP_{AL2}	Número do prato de alimentação (L2) do pósfracionador	G	12
Variáveis Operatórias	L1	Caudal da corrente de interligação de líquido (L1)	H	108
	V1	Caudal da corrente de interligação de vapor (V1)	J	120
	$P_{TCDC/SS}$	Pressão da coluna principal / pósfracionador-topo	K	1,1
	F_P	Caudal de n-pentano em circulação	L	300
	rR_{CP}	Razão de refluxo da coluna principal	M	0,70

Ainda no que se refere ao sistema TCDC-SS, para maior aproximação dos valores à situação real, foi efetuada uma alteração no diagrama do processo, retirando o compressor (utilizado para maior facilidade de realização dos ciclos de simulações - como referido anteriormente) e aumentando a pressão no topo do pósfracionador para 1,2 bar, de modo a que a pressão da corrente V1 seja superior ou igual à pressão correspondente ao prato de entrada dessa corrente na coluna principal (TCDC). Esta alteração teve como implicação a necessidade de realizar um novo dimensionamento da coluna SS o que tem como consequência um aumento ligeiro dos custos quando comparado com os valores obtidos após a finalização da avaliação paramétrica deste sistema (*vide* tabela 43).

Tabela 43 - Estrutura de custos relativos ao sistema TCDC-SS

Rúbrica	TCDC-SS	TCDC-SS (Real)	Diferença (%)
Custo de Investimento Anualizado (€/ano)	1.245.402	1.269.190	1,9%
Custos Operatórios (€/ano)	1.586.370	1.590.760	0,3%
Custo Total Anual (€/ano)	2.831.772	2.859.950	1,0%

Atendendo ao facto das diferenças encontradas serem bastante reduzidas, como seria de esperar, a análise realizada na secção 4.2 considera os valores do sistema TCDC-SS após otimização.

4.2 COMPARAÇÃO ENTRE OS SISTEMAS SC E TCDC-SS

Após realização dos processos relativos à otimização dos sistemas SC e TCDC-SS é relevante a análise comparativa entre ambos, quer na perspetiva financeira, quer energética. Neste âmbito, os dados obtidos são apresentados nas tabelas que se seguem.

Na tabela 44 constam os valores das várias parcelas de custo referentes a ambos os sistemas, depois da otimização.

Tabela 44 - Estrutura de custos referente aos sistemas SC e TCDC-SS (depois da otimização)

Rúbrica	SC	TCDC-SS	Diferença (%)
Custo de Investimento (€)	6.127.790	6.227.010	1,6%
Período de Amortização (Anos)	5	5	-
Custo de Investimento Anualizado (€/ano)	1.225.558	1.245.402	1,6%
Custos Operatórios (€/ano)	1.523.350	1.586.370	4,1%
Custo de Utilidades (€/ano) ⁽¹⁾	274.564	309.213	12,6%
Custo Total Anual (€/ano)	2.748.908	2.831.772	3,0%

⁽¹⁾ Os valores respeitantes a esta parcela estão incorporados na parcela dos custos operatórios.

Pela análise da tabela 44, constata-se que o custo total anual referente ao sistema TCDC-SS é 3,0% superior ao valor da mesma parcela relativa ao sistema SC, sendo que para esta percentagem contribui a parcela de custos de investimento anualizado com 1,6%, representando a parcela associada aos custos operatórios cerca de 4,1%.

A tabela 45 apresenta a estrutura de custo obtida, também, para ambos os sistemas e considerando os valores das variáveis do artigo de referência (Kiss and Suszwalak, 2012).

Tabela 45 - Estrutura de custos referente aos sistemas SC e TCDC-SS (antes da otimização)

Rúbrica	SC	TCDC-SS	Diferença (%)
Custo de Investimento (€)	6.969.310	9.015.790	29,4%
Período de Amortização (Anos)	5	5	0,0%
Custo de Investimento Anualizado (€/ano)	1.393.862	1.803.158	29,4%
Custos Operatórios (€/ano)	1.849.200	2.369.740	28,1%
Custo de Utilidades (€/ano) ⁽¹⁾	526.776	901.206	71,1%
Custo Total Anual (€/ano)	3.243.062	4.172.898	28,7%

⁽¹⁾ Os valores respeitantes a esta parcela estão incorporados na parcela dos custos operatórios.

Efetuada uma análise idêntica à anterior, é possível verificar que também nessas condições, os valores respeitantes ao sistema TCDC-SS são superiores aos do sistema SC, sendo que o custo total anual é 28,7 % superior, contribuindo o custo de investimento com 29,4 % e o custo de operação com 28,1 %.

As tabelas 46 e 47 apresentam a estrutura de custos antes e depois da otimização dos sistemas SC e TCDC-SS, respetivamente.

Tabela 46 - Estrutura de custos referente ao sistema SC (antes e depois da otimização)

Rúbrica	SC (Inicial)	SC (Final)	Redução (%)
Custo de Investimento (€)	6.969.310	6.127.790	12,1%
Período de Amortização (Anos)	5	5	-
Custo de Investimento Anualizado (€/ano)	1.393.862	1.225.558	12,1%
Custos Operatórios (€/ano)	1.849.200	1.523.350	17,6%
Custo de Utilidades (€/ano) ⁽¹⁾	526.776	274.564	47,9%
Custo Total Anual (€/ano)	3.243.062	2.748.908	15,2%

⁽¹⁾ Os valores respeitantes a esta parcela estão incorporados na parcela dos custos operatórios.

Tabela 47 - Estrutura de custos referente ao sistema TCDC-SS (antes e depois da otimização)

Rúbrica	TCDC-SS (Inicial)	TCDC-SS (Final)	Redução (%)
Custo de Investimento (€)	9.015.790	6.227.010	30,9%
Período de Amortização (Anos)	5	5	-
Custo de Investimento Anualizado (€/ano)	1.803.158	1.245.402	30,9%
Custos Operatórios (€/ano)	2.369.740	1.586.370	33,1%
Custo de Utilidades (€/ano) ⁽¹⁾	901.206	309.213	65,7%
Custo Total Anual (€/ano)	4.172.898	2.831.772	32,1%

⁽¹⁾ Os valores respeitantes a esta parcela estão incorporados na parcela dos custos operatórios.

Pela análise dos valores das tabelas 46 e 47 é ainda possível concluir que, seguindo a mesma metodologia de otimização, no sistema TCDC-SS a redução de custo total anual é muito mais

significativa do que aquela obtida relativamente ao sistema SC, 32,1% *versus* 15,2%. Desta diferença considerável, pode concluir-se que o sistema TCDC-SS, sendo mais complexo, com mais variáveis e com interações entre essas variáveis, permite uma maior flexibilidade no que se refere à otimização na ótica da redução de custo.

Em termos das energias associadas aos ebulidores, revela-se importante revelar as diferenças obtidas considerando a implementação, de ambos os sistemas e nas mesmas condições, em *Aspen HYSYS* (presente estudo) e em *Aspen PLUS* (artigo de referência-Kiss and Suszwalak, 2012). Esses valores são apresentados na tabela 48.

Tabela 48 - Energias dos ebulidores das colunas associadas à implementação dos sistemas SC e TCDC-SS (Aspen HYSYS vs. Aspen PLUS)

Sistema	Aspen HYSYS			Aspen PLUS		
	Coluna 1	Coluna 2	Total	Coluna 1	Coluna 2	Total
SC	7.478 kW	539 kW	8.017 kW	5.949 kW	994 kW	6.943 kW
TCDC-SS	Coluna TCDC	Coluna SS	Total	Coluna TCDC	Coluna SS	Total
	10.942 kW	1.585 kW	12.527 kW	4.063 kW	1.475 kW	5.538 kW

Conforme se pode verificar as diferenças encontradas são significativas. Relativamente à implementação em *Aspen PLUS*, obtem-se como vantajoso o sistema TCDC-SS (menor energia), enquanto que, no que se refere à implementação em *Aspen HYSYS*, destaca-se o sistema SC como sendo o mais interessante na perspetiva energética.

Nas tabelas 49 e 50 são apresentados os consumos energéticos associados a ambos os sistemas em estudo, depois e antes da otimização (em *Aspen HYSYS*), respetivamente.

Tabela 49 - Balanço energético relativo a ambos os sistemas (depois da otimização)

	Energia (kW)					
	Sistema SC			Sistema TCDC-SS		
	Coluna C1	Coluna C2	Total	Coluna TCDC	Coluna SS	Total
Ebulidor	3.778	283	4.061	3.462	1.036	4.498
Condensador	3.569	255	3.823	4.253	-	4.253
Bombas	-	-	0,178	-	-	0,304
Total			7.885			8.752

Conforme se verifica da análise da tabela 49 o sistema TCDC-SS apresenta um custo energético

total de cerca de 11% superior ao do sistema SC, sendo que, comparativamente, a principal parcela responsável por onerar estes custos está associada com a energia requerida pelo ebulidor do pósfracionador, cerca de 94% superior à do ebulidor da coluna 2 do sistema SC.

Tabela 50 - Balanço energético relativo a ambos os sistemas (antes da otimização)

	Energia (kW)					
	Sistema SC			Sistema TCDC-SS		
	Coluna C1	Coluna C2	Total	Coluna TCDC	Coluna SS	Total
Ebulidor	7.478	539	8.016	10.942	1.585	12.527
Condensador	7.280	508	7.788	12.323	-	12.323
Bombas	-	-	0,525	-	-	0,000
Total			15.805			24.850

Pela interpretação dos dados constantes das tabelas 49 e 50, confirma-se que, em concordância com os elementos associados ao custo, foi possível, com a otimização levada a cabo neste estudo, uma redução significativa dos valores energéticos, sendo que essa redução foi mais acentuada para o sistema com acoplamento térmico de correntes.

5 CONTROLO E SIMULAÇÃO EM MODO DINÂMICO

Os objetivos da simulação em modo dinâmico prendem-se com a análise da viabilidade de realizar o controlo de um determinado processo bem como proceder à sua otimização. A otimização, na perspetiva da simulação em modo dinâmico pressupõe o estabelecimento do melhor procedimento para corrigir as flutuações de um dado processo. Este tipo de otimização requer o conhecimento das características dinâmicas do equipamento bem como a previsão da melhor forma de corrigir uma alteração das condições existentes. Neste género de otimização, o objetivo é, para além de manter um processo no seu nível ótimo nas condições do estado estacionário, procurar também a melhor forma de realizar a transição de um estado estacionário para outro, ou seja, o seu foco consiste em selecionar em cada instante, um conjunto de variáveis que permita, ao sistema sob controlo, reagir de modo mais eficaz face a perturbações. Por outras palavras, com a otimização dinâmica pretende-se obter um sistema de controlo ideal para um dado processo (Babu, 2004).

De forma transversal a todos os sistemas, é inequívoco que as especificações requeridas por um simulador de processos como o *Aspen HYSYS*, para as operações unitárias em modo dinâmico são diferentes daquelas necessárias para o modo de estado estacionário. Em estado estacionário são utilizadas operações modulares combinadas com algoritmos não-sequenciais. A informação é processada à medida que vai sendo fornecida. Os resultados dos cálculos são propagados através do diagrama do processo em ambos os sentidos. Os balanços de massa, energia e composição são considerados simultaneamente, bem como a pressão, o caudal, a temperatura e a composição.

Em modo dinâmico, os balanços de massa, de energia e de composição, não são considerados em simultâneo. Efectivamente, os balanços de massa (pressão-fluxo) são resolvidos em cada passo de integração, enquanto que os balanços de energia e de composição são resolvidos menos frequentemente, de forma sequencial e modular. Como o solucionador considera exclusivamente os balanços de massa, as especificações associadas (especificações P-F) são separadas das especificações de temperatura e composição.

Ao contrário do que sucede no modo de estado estacionário, em modo dinâmico a informação não é processada imediatamente após a sua introdução, sendo necessário ligar o integrador para que sejam calculadas as condições das correntes de saída dos processos.

CONTROLO E SIMULAÇÃO DINÂMICA DE COLUNAS DE DESTILAÇÃO

Na determinação do sistema de controlo para um processo de destilação com múltiplas variáveis são frequentes termos como estrutura de controlo, estrutura dos controladores e estratégia de controlo.

A estrutura de controlo representa a seleção das variáveis controladas e manipuladas de um alargado leque de variáveis.

A seleção da estrutura dos controladores recai sobre o emparelhamento das variáveis controladas e das variáveis manipuladas.

Por último, a estratégia de controlo descreve a forma como as malhas de controlo são configuradas de modo cumprir-se um determinado objetivo, como a pureza de um determinado componente numa corrente (Svrcek, 2006).

Em estado estacionário, para a simulação de uma coluna de destilação deverão ser especificadas determinadas variáveis (graus de liberdade) para que se consiga obter convergência para uma solução.

Se considerarmos o exemplo de uma coluna com um condensador total e duas correntes de produto temos dois graus de liberdade, ou seja, é necessário duas especificações, como por exemplo a pureza de um determinado componente numa das correntes e a recuperação de outro componente na outra corrente. O simulador irá manipular duas variáveis, por exemplo, as energias do condensador e ebulidor, de modo a que sejam realizados os balanços mássicos e energéticos, satisfazendo as especificações (variáveis controladas). Se em vez de um condensador total tivermos um condensador parcial é adicionado um novo grau de liberdade. De forma análoga, para cada corrente lateral de saída adicionada à coluna, será necessária outra especificação. As variáveis controladas anteriormente referidas são também designadas por variáveis operatórias, tratando-se portanto de um controlo operatório (Smith, 2012).

Em simulação dinâmica é introduzido um novo tipo de controlo, o controlo regulatório. Desta forma, para o sistema anteriormente considerado, para além dos dois graus de liberdade associados à operação temos mais três graus de liberdade referentes às variáveis de integração e de regulação que não são estabelecidas pelos balanços de massa e de energia do estado estacionário. As novas variáveis controladas, usualmente designadas por variáveis de regulação, serão os níveis do condensador e do ebulidor e a pressão da coluna. Assim, deverá existir um

elemento de controlo final / variável manipulada para cada variável controlada² (Towler and Sinnott, 2008).

O presente estudo, no que concerne à simulação dinâmica e controlo, é exclusivamente direcionado para o sistema termicamente acoplado, pelo facto deste sistema representar uma maior complexidade e de existirem escassos estudos relativos à sua controlabilidade, ao contrário do que sucede relativamente ao sistema convencional (Luyben and Chien, 2010).

De facto, relativamente ao sistema TCDC-SS a informação é bastante escassa, não tendo sido possível encontrar uma estratégia de controlo adequada para um sistema idêntico. Por esse motivo, foi dado um enfoque exclusivo a este último sistema no que diz respeito à implementação de um sistema de controlo e análise da viabilidade relativa à controlabilidade do mesmo. Deste modo, pretende-se, com a simulação dinâmica deste processo, verificar se o mesmo responderá de forma cabal aos objetivos para os quais foi concebido, garantindo, principalmente, a especificação em termos de pureza do produto de interesse (etanol). Assim, serão testadas as configurações de controlo concebidas e implementadas.

Em modo dinâmico o fluxo das correntes do processo ocorre devido às resistências e forças motrizes existentes. De acordo com informação diversa disponível na literatura (Smith, 2012; *Aspen HYSYS- Dynamic Modeling Guide V7.3*, 2011; Svrcek, 2006) para que se possa proceder à transição de estado estacionário para modo dinâmico e realizar a análise da controlabilidade através de simulação dinâmica do sistema em estudo nesta secção, é necessário realizar algumas ações e alterações relativamente ao seu diagrama processual criado para o estado estacionário, bem como definir uma estratégia de controlo adequada.

² Em destilação, os elementos de controlo finais mais comuns são válvulas, embora também sejam viáveis bombas com velocidade variável. Consequentemente, as saídas da generalidade dos controladores serão constituídas por aberturas de válvulas. A abertura das válvulas, por sua vez, determina o caudal que passa através dessas válvulas de controlo, sendo que os diversos balanços que ocorrem numa coluna de destilação envolvem invariavelmente esses caudais.

5.1 ADAPTAÇÃO DO DIAGRAMA PROCESSUAL PARA SIMULAÇÃO DINÂMICA

Antes de proceder à passagem para modo dinâmico é necessário realizar algumas alterações no que se refere ao processo implementado para modo de estado estacionário. De entre essas alterações destacam-se as seguintes:

1. Conforme já referido anteriormente (Secção 4.2) foi retirado o compressor da corrente de vapor que sai do pósfracionador;
2. Foi aumentada a pressão no topo do pósfracionador (SS) para 1,2 bar, de modo a que a pressão da corrente V1 seja superior ou igual à pressão correspondente ao prato de entrada dessa corrente na coluna principal (TCDC);
3. Foi introduzida uma bomba na corrente de líquido que sai da coluna principal;
4. Foram retiradas as diversas operações lógicas do tipo *SET*, uma vez que para a simulação dinâmica não é necessário estabelecer, de forma permanente, uma pressão das correntes de entrada nas colunas de destilação, igual ou superior à pressão dos pratos de entrada respectivos. A pressão é calculada e ajustada automaticamente em função dos fluxos / caudais estabelecidos no processo, sendo apenas necessário estabelecer os valores de pressão para a inicialização, diretamente nas correntes, igual à dos pratos de entrada respectivos;
5. Relativamente à corrente RP, utilizada para a reposição de pentano (*vide* Secção 3.2), foi introduzida diretamente na coluna, de modo a que fosse possível estabelecer um valor para o seu caudal, ainda que indexado aos valores das correntes R e R1, evitando que fosse calculado pelo simulador.

O diagrama obtido é apresentado na figura 28.

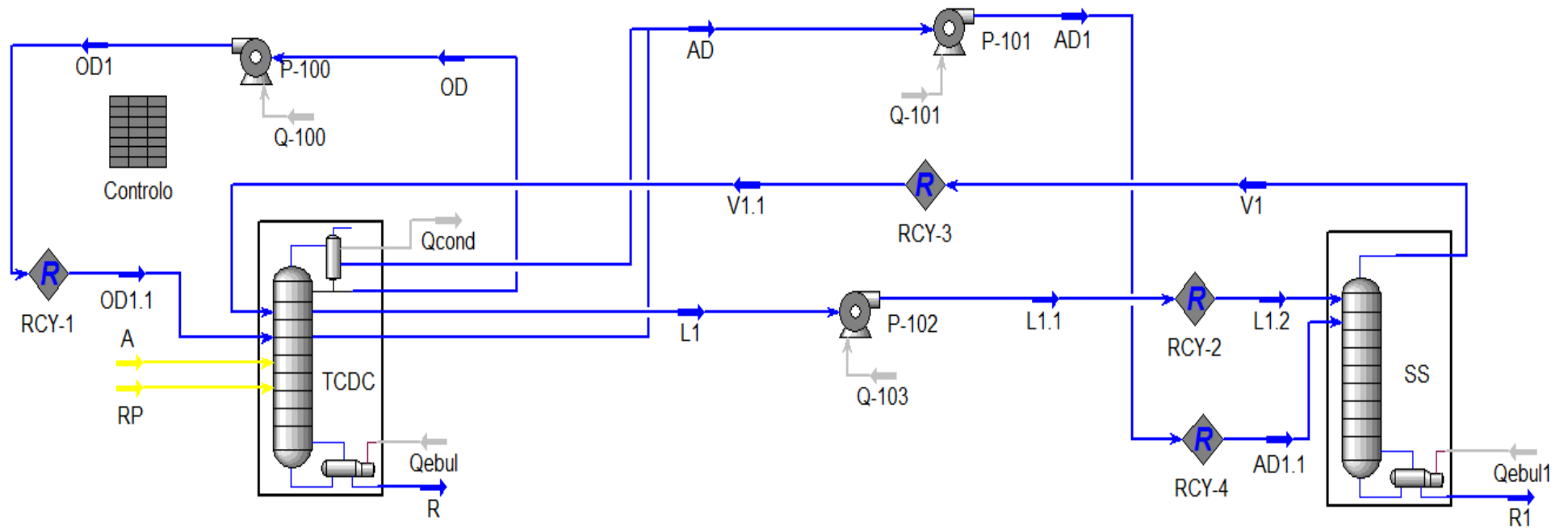


Figura 28 - Diagrama adaptado à simulação dinâmica do sistema TCDC-SS (sem malhas de controlo)

5.2 DIMENSIONAMENTO DO EQUIPAMENTO

Também no que concerne ao equipamento, antes da passagem a modo dinâmico, é importante realizar o seu dimensionamento, recorrendo a ferramentas incorporadas no *Aspen HYSYS* ou a outras técnicas de dimensionamento, consoante os equipamentos em questão. Desta forma, apresentam-se algumas das heurísticas típicas:

- a. Reservatórios:** Separadores, condensadores e ebulidores devem ser dimensionados, considerando 5 a 15 minutos como tempo de retenção de líquido, sendo que é frequente utilizar-se a seguinte equação:

$$V = \frac{F \times t_R}{L} \quad (12)$$

onde

V = Volume do reservatório

F = Caudal que atravessa o reservatório

t_R = Tempo de retenção de líquido

L = Fracção de nível de líquido típico no reservatório (Normalmente 0,5)

Neste estudo, relativamente aos ebulidores foram considerados 10 minutos como tempo de retenção de líquido para um nível de 50%. No caso do condensador, atendendo ao facto de ser neste equipamento que ocorre a separação de fases estabeleceu-se 40 minutos como tempo de retenção de líquido (Luyben and Chien, 2010). Desta forma foram obtidos os elementos constantes da tabela 51.

Tabela 51 - Dimensionamento dos reservatórios do sistema TCDC-SS

	Coluna TCDC		Coluna SS
	Condensador	Ebulidor	Ebulidor
F (m³/h)	88,3	31,5	1,8
t_R (minutos)	40	10	10
L (%)	50	50	50
V (m³)	117,7	10,49	0,59

- b. Válvulas:** Tipicamente dimensionadas pelo *Aspen HYSYS*, considerando os caudais em cada caso, abertas a 50 % e com perdas de carga na ordem dos 15 a 30 kPa.

As válvulas referentes ao controlo (VLV-100, VLV-101, VLV-102 e VLV-104) apresentadas no diagrama da figura 29, foram dimensionadas para uma perda de carga de 30 kPa. Relativamente à válvula VLV-103, apresentada no diagrama da figura 29, não foi efetuado qualquer dimensionamento, pois conforme referido anteriormente o seu objetivo é reduzir a pressão para que a corrente de vapor possa entrar na coluna principal com uma pressão igual à do prato de entrada. Assim, a sua perda de carga é calculada pela diferença de pressão entre a corrente de saída do pósfracionador e a pressão de entrada no prato da coluna principal.

c. Colunas de Destilação: São habitualmente dimensionadas de forma automática através da utilidade *Tray Sizing* do *Aspen HYSYS*, considerando os parâmetros originais do programa e selecionando o tipo de enchimento pretendido.

No presente estudo, obtiveram-se os elementos apresentados na tabela 52.

Tabela 52 - Dimensionamento das colunas do sistema TCDC-SS

	Coluna TCDC		Coluna SS
	Secção 1	Secção 2	Secção 1
Tipo de enchimento	Pratos Perfurados	Pratos Perfurados	Pratos perfurados
Nº de Pratos	23 (1-22)	10 (23-33)	23
Diâmetro (m)	2,438	1,676	0,9144
Pressão no topo (bar)	1,1	1,217	1,2
Perda de carga (bar)	0,1076	0,07419	0,08971
Altura (m)	13,41	6,706	14,02
Espaçamento entre estágios (m)	0,6096	0,6096	0,6096

5.3 DEFINIÇÃO DA ESTRATÉGIA DE CONTROLO

Na generalidade dos casos, a definição de uma estratégia de controlo efetiva permite a estabilização do modelo do processo criado anteriormente.

Tipicamente, a definição dessa estratégia compreende os seguintes pontos: definição da estrutura de controlo, definição da estrutura dos controladores, introdução de operações unitárias e implementação das malhas de controlo.

5.3.1 DEFINIÇÃO DA ESTRUTURA DE CONTROLO

De acordo com Svrcek *et al.* (2006) de entre os principais passos para a determinação de uma estrutura de controlo adequada, destacam-se os seguintes:

1. Definição dos objetivos do sistema de controlo e da natureza das perturbações;
2. Compreensão dos princípios do processo em termos do seu comportamento dinâmico;
3. Proposta de uma estrutura de controlo consistente com os objetivos e características do processo;
4. Implementação de controladores e avaliação da estrutura proposta face às previstas perturbações, recorrendo a simulação dinâmica.

Na perspetiva económica, um bom desempenho de um sistema de controlo de um processo de destilação depende essencialmente da forma eficaz como é controlada a composição, a recuperação ou o rendimento, ou seja, de um bom controlo operatório, garantindo-se as especificações de qualidade do produto de interesse, anteriormente definidas para a simulação em estado estacionário. No entanto, as variáveis associadas ao controlo regulatório, como níveis e pressões, deverão também ser controladas de modo a possibilitar um bom controlo de qualidade, assegurando a estabilidade do processo. Efetivamente, embora o controlo regulatório não se traduza diretamente em lucro, não deverá ser de todo negligenciado. Na realidade, revela-se fulcral conceber primariamente as estruturas de controlo regulatório antes se abordar o controlo de qualidade (Coughanowr and Leblanc, 2009).

Atendendo ao referido anteriormente, nesta fase são selecionadas as variáveis a controlar (normalmente designadas por *CV-Controlled Variables*), sendo consideradas as variáveis referentes ao controlo operatório e ao controlo regulatório. São também selecionadas as variáveis a manipular (usualmente conhecidas como *MV-Manipulated Variables*).

Relativamente ao sistema em estudo foram selecionadas as variáveis controladas (CV) constantes da tabela 53.

Tabela 53 - Variáveis controladas (CV) do sistema TCDC-SS

Variáveis Operatórias	xR	Fração mássica de etanol na corrente R
	F _{L1}	Caudal da corrente líquida L1 (kg/h)
	F _L	Caudal de refluxo à coluna TCDC (kg/h)
	F _{V1}	Caudal da corrente de vapor V1 (kg/h)
Variáveis Regulatórias	P _{TCDC}	Pressão da coluna TCDC (bar)
	L _{cond}	Nível do condensador da coluna TCDC (%)
	Lebul	Nível do ebulidor da coluna TCDC (%)
	Lebul1	Nível do ebulidor da coluna SS (%)

Em termos das variáveis manipuladas (MV) foram consideradas as apresentadas na tabela 54.

Tabela 54 - Variáveis manipuladas (MV) do sistema TCDC-SS

Q_{cond}	Calor retirado no condensador da coluna TCDC (por manipulação através de válvula do caudal de água de refrigeração-utilidade fria) ⁽³⁾
Q_{ebul}	Calor fornecido no ebulidor da coluna TCDC (por manipulação através de válvula do caudal de vapor de baixa pressão-utilidade quente) ⁽³⁾
Q_{ebul1}	Calor fornecido no ebulidor da coluna SS (por manipulação através de válvula do caudal de vapor de baixa pressão-utilidade quente) ⁽³⁾
f_{L1}	Fração de abertura de válvula na corrente L1
f_{OD}	Fração de abertura de válvula na corrente OD
f_L	Fração de abertura de válvula na corrente L ^{(3) (4)}
f_R	Fração de abertura de válvula na corrente R
f_{R1}	Fração de abertura de válvula na corrente R1

5.3.2 DEFINIÇÃO DA ESTRUTURA DOS CONTROLADORES

Nesta fase procede-se à definição da estrutura dos controladores para cada variável controlada (CV), seleção das variáveis manipuladas (MV), bem como o emparelhamento a realizar entre as variáveis controladas e as variáveis manipuladas.

De acordo com dados disponíveis em literatura diversa (Luyben, 2010; Smith, 2012), tipicamente o controlo da pressão de uma coluna de destilação é realizado pelo calor retirado no condensador, o qual deverá ser relativamente apertado, atendendo à considerável influência da pressão no processo de separação. Também relativamente aos níveis dos reservatórios associados ao controlo regulatório (condensadores e ebulidores), normalmente o controlo é realizado por manipulação do elemento final de controlo (usualmente uma válvula) instalado numa das correntes de ligação aos reservatórios que tenha um maior impacto no nível respectivo (com maior caudal), aplicando-se normalmente a “Regra de 10”. Em termos gerais, esta regra estabelece que no caso de haver uma corrente com um caudal dez vezes superior ao de outra corrente, a primeira poderá ser utilizada de modo efetivo para controlo do nível do reservatório respectivo. No entanto, quando o controlo da composição é importante para cumprimento de uma especificação de pureza, como é o caso do etanol produzido como resíduo na corrente R, deverá

⁽³⁾ Estas válvulas são definidas automaticamente no *Aspen HYSYS* aquando da implementação dos controladores e criação das respetivas malhas de controlo.

⁽⁴⁾ A corrente designada por L representa a corrente de refluxo à coluna TCDC.

ser dada preferência a este controlo através do controlo do caudal da corrente de maior caudal. Neste caso o maior caudal é o V (vapor de ebulição) controlado de forma indireta através do caudal de vapor de baixa pressão (utilidade quente), controlado por sua vez por uma válvula instalada automaticamente aquando da criação do controlador respetivo, devendo, portanto ser este o caudal utilizado para controlar a composição do etanol, cujo controlo deverá ser bastante apertado uma vez que se trata de garantir o cumprimento de uma especificação para o produto principal do processo. Relativamente ao nível do ebulidor, deverá ser controlado através do controlo de caudal da outra corrente de menor caudal, ou seja, da corrente R.

O emparelhamento das variáveis CV com as variáveis MV atende a uma série de condições, existindo diversas técnicas que permitem o estabelecimento das combinações mais adequadas. Como exemplo dessas técnicas destacam-se a matriz de ganhos relativos (RGA-*Relative Gain Array*) ou matriz de *Bristol* e o índice de *Niederlinske* (NI-*Niederlinske Index*) (Svrcek, 2006).

Neste estudo para proceder ao respectivo emparelhamento foram consideradas as malhas de controlo típicas em sistemas de controlo de colunas de destilação, adotando-se o modo de controlo por *feedback* com recurso a malhas de controlo do tipo entrada única-saída única, vulgarmente designadas por malhas SISO (*Single Input-Single Output*). Deste modo, foi utilizado o emparelhamento de variáveis apresentado na tabela 55.

Tabela 55 - Esquema do emparelhamento de variáveis do sistema TCDC-SS

VARIÁVEL CONTROLADA	VARIÁVEL MANIPULADA
xR	Qebul
F _{L1}	f _{L1}
F _L	f _L
F _{V1}	Qebul1
P _{TCDC}	Qcond
Lcond	f _{OD}
Lebul	f _R
Lebul1	f _{R1}

5.3.3 INTRODUÇÃO DE UNIDADES PROCESSUAIS

É necessário introduzir determinadas unidades processuais, nomeadamente válvulas, permutadores de calor, bombas/compressores para definição de uma relação pressão-fluxo entre as várias correntes de modo a garantir a existência de uma pressão realística em todo o diagrama do processo.

Neste trabalho, considerando a estratégia de controlo adotada, para além das bombas anteriormente introduzidas, foram ainda introduzidas as válvulas VLV-100, VLV-101, VLV-102 e VLV-104, representadas no diagrama da figura 29. No caso da válvula VLV-103, o seu objetivo é garantir uma redução da pressão da corrente V1 de modo a que possa entrar na coluna à pressão do prato respetivo. Relativamente às restantes o seu objetivo é realizar o controlo de caudal das correntes onde se encontram integradas, respetivamente.

5.3.4 IMPLEMENTAÇÃO DAS MALHAS DE CONTROLO

As malhas de controlo aplicáveis são definidas em função da estrutura de controlo e da estrutura dos controladores anteriormente definidas. A sua implementação no simulador *Aspen HYSYS* é realizada selecionando na *Object Palette* a função *Control Ops* e depois *PID Controller* (para selecionar o tipo de controlador a utilizar). De seguida é necessário proceder à configuração de cada controlador introduzindo as variáveis de entrada e de saída no separador *Connections* e outros dados, como as gamas das variáveis de entrada (PV), modo de atuação e tipo de ação do controlador, no separador *Parameters*. Após realização destas operações para todas as malhas obteve-se o diagrama apresentado na figura 29.

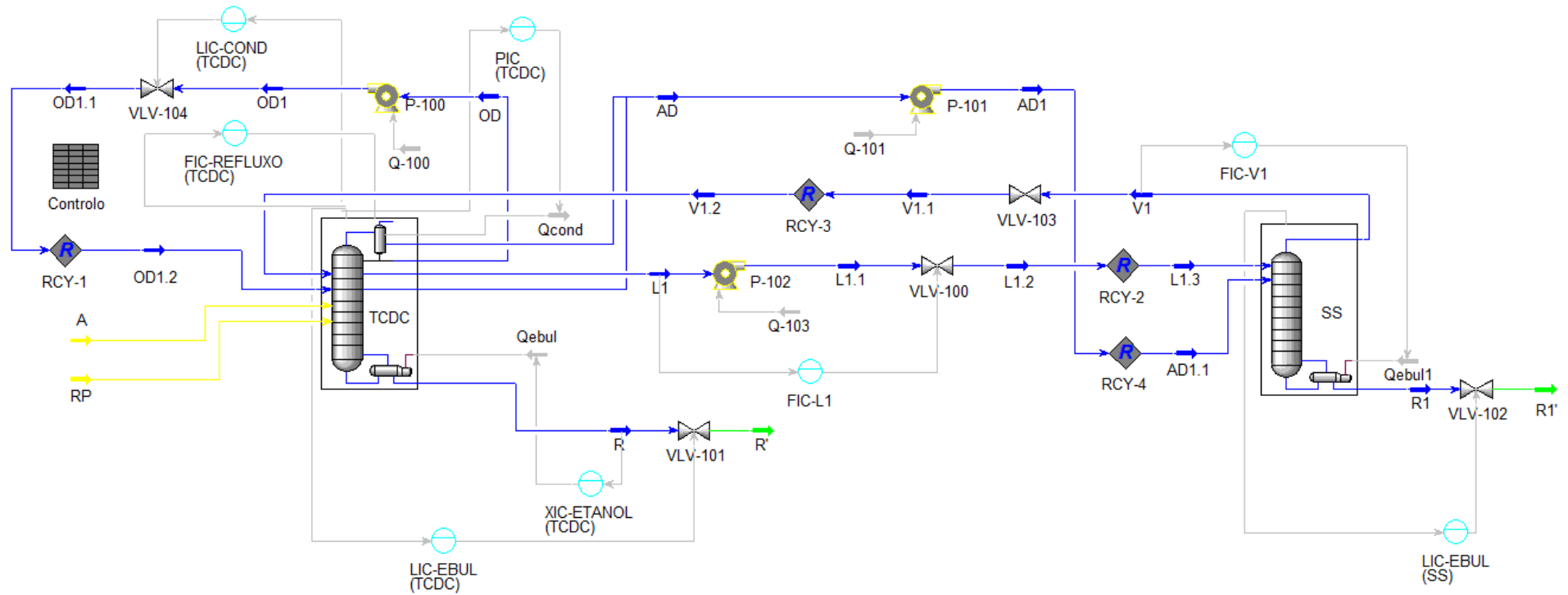


Figura 29 - Diagrama adaptado à simulação dinâmica do sistema TCDC-SS (com malhas de controlo)

Nas tabelas 56 e 57 são apresentadas as estruturas dos controladores, elaboradas com base nos valores obtidos na simulação em modo de estado estacionário e que constituiram a base para a passagem para modo dinâmico e inicialização.

Tabela 56 - Estrutura dos controladores do sistema TCDC-SS para inicialização (Controlo Regulatório)

Malha de Controlo	Pressão no topo da coluna TCDC		Nível do condensador da coluna TCDC		Nível do ebulidor da coluna TCDC		Nível do ebulidor da coluna SS	
Controlador	PIC (TCDC)		LIC-COND (TCDC)		LIC-EBUL (TCDC)		LIC-EBUL (SS)	
Tipo de Ação	Direta		Direta		Direta		Direta	
Variável Controlada (CV)	P_{TCDC}		Lcond		Lebul		Lebul1	
Variável Manipulada (MV)	Qcond		V_{OD}		V_R		V_{R1}	
Valor PV	1,100	bar	50	%	50	%	50	%
Valor SP	1,100	bar	50	%	50	%	50	%
Valor OP	50,00	%	50	%	50	%	50	%
Valor MV	1,465E+07	kJ/h	50	%	50	%	50	%
Valor CV mínimo	1,0000	bar	0	%	0	%	0	%
Valor CV máximo	1,3000	bar	100	%	100	%	100	%
Valor MV mínimo	1,099E+07	kJ/h	0	%	0	%	0	%
Valor MV máximo	1,831E+07	kJ/h	100	%	100	%	100	%
Kc	1		1		1		1	
Ti	-		-		-		-	
Td	-		-		-		-	

Tabela 57 - Estrutura dos controladores do sistema TCDC-SS para inicialização (Controlo Operatório)

Malha de Controlo	Caudal de refluxo da coluna TCDC		Composição de Etanol		Caudal da corrente L1		Caudal da corrente V1	
Controlador	FIC-REFLUXO (TCDC)		XIC-ETANOL (TCDC)		FIC-L1		FIC-V1	
Tipo de Ação	Inversa		Inversa		Inversa		Inversa	
Variável Controlada (CV)	F _L		xR		F _{L1}		F _{V1}	
Variável Manipulada (MV)	V _L		Qebul		V _{L1}		Qebul1	
Valor PV	1,457E+04	kg/h	0,9975	f. m.	7420	kg/h	7773	kg/h
Valor SP	1,457E+04	kg/h	0,9975	f. m.	7420	kg/h	7773	kg/h
Valor OP	50	%	50	%	50	%	50	%
Valor MV	50	%	1,180E+07	kJ/h	50	%	3,729E+06	kJ/h
Valor CV mínimo	1,093E+04	kg/h	0,0000	f. m.	5565	kg/h	5830	kg/h
Valor CV máximo	1,821E+04	kg/h	1,0000	f. m.	9275	kg/h	9716	kg/h
Valor MV mínimo	0	%	8,850E+06	kJ/h	0	%	2,797E+06	kJ/h
Valor MV máximo	100	%	1,475E+07	kJ/h	100	%	4,661E+06	kJ/h
Kc	1		1		1		1	
Ti	-		-		-		-	
Td	-		-		-		-	

5.3.5 PASSAGEM PARA MODO DINÂMICO

Antes de passar para modo dinâmico é importante recorrer ao *Dynamics Assistant* do *Aspen HYSYS* para garantir que não existem conflitos ou resolvê-los caso existam. Nesta fase foram identificadas pelo *Dynamics Assistant* as incompatibilidades apresentadas na figura 30.

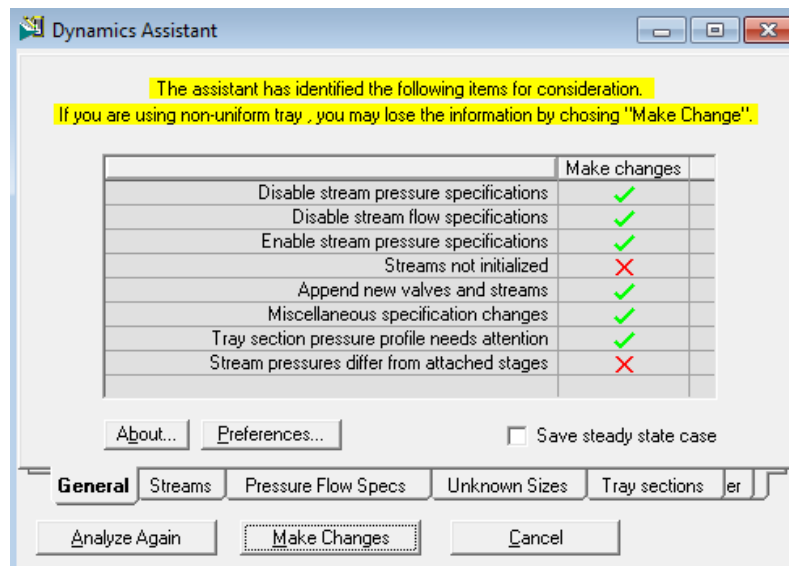


Figura 30 - Janela do *Dynamics Assistant* com indicações gerais de falhas / incompatibilidades

No que se refere aos pontos assinalados com 'X' é normalmente necessária uma determinada ação com vista à sua resolução, podendo eventualmente ser resolvidos na sequência da resolução dos restantes. Relativamente aos pontos identificados por '✓', são passíveis de serem resolvidos pelo próprio programa. Em todo o caso, é importante perceber o que todos eles significam. Os primeiros 2 pontos dizem respeito a algumas especificações de pressão e caudal que são desnecessárias em modo dinâmico. Neste modo, os caudais são calculados em função das pressões das correntes respetivas ou dos equipamentos, como bombas e compressores. As pressões das correntes internas são calculadas em função dos equipamentos envolventes, sendo apenas necessário fornecer uma das informações (caudal / pressão) a cada uma das correntes fronteira (entrada / saída) do sistema. O ponto 3 adverte para a necessidade de atribuir valores de pressão às correntes fronteira do sistema. Depois de efetuar as alterações relativamente a estes 3 pontos são resolvidos os 4 primeiros pontos. Relativamente ao ponto 5, o assistente alerta para a necessidade de introduzir novas válvulas relativas a correntes fronteira que não estão diretamente ligadas a equipamentos onde o fluxo é proporcional à diferença de pressão, como é o caso das

correntes R, R1 e RP⁵. O ponto 6 refere-se a algumas inconsistências de pressão relativas ao equipamento (bombas e misturadores), também associados com o referido relativamente aos pontos 1, 2 e 3. O ponto 7 está relacionado com diferenças encontradas entre o perfil de pressões nas colunas e o perfil necessário para modo dinâmico. O ponto 8 está relacionado com as diferenças encontradas entre as pressões das correntes de entrada nas colunas e a pressão dos pratos respetivos.

Depois de realizadas todas as operações, como descrito anteriormente obtém-se a informação da figura 31.

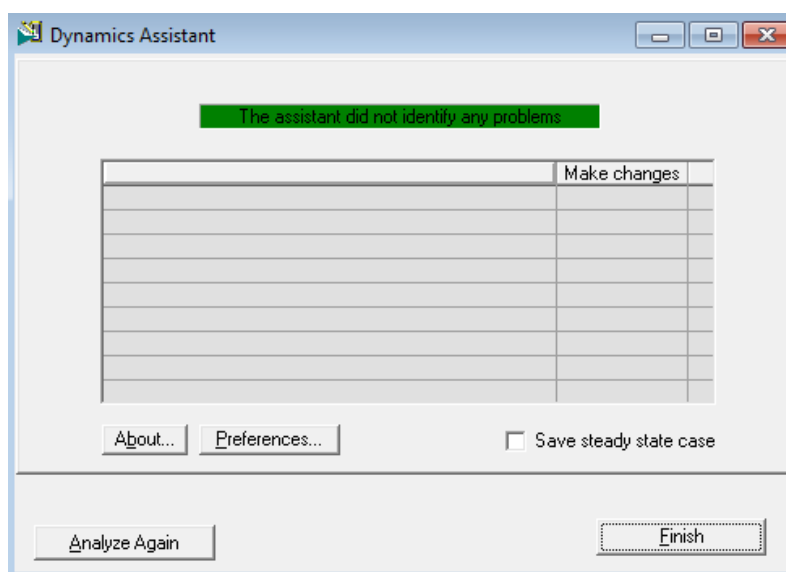


Figura 31 - Janela do *Dynamics Assistant* com indicação de inexistência de quaisquer problemas

Neste momento, pode realizar-se a passagem para modo dinâmico.

De forma a efetuar um controlo dos vários parâmetros associados à simulação dinâmica é importante criar um painel de controlo, tipicamente constituído pelos painéis dos controladores (*Face Plates*) e pelos gráficos de registo de variáveis em função do tempo (*Strip Charts*).

Os *Face Plates* dos controladores são janelas que fornecem toda a informação pertinente relativa aos controladores, durante o decorrer da simulação. Em cada *Face Plate* o *SetPoint* (SP) de cada variável do processo (PV) é representado por uma seta vermelha, no topo do visor superior, sendo o valor da PV, em cada momento, apresentado também no visor superior, nas unidades

⁵ Esta corrente, conforme referido no ponto 5 da secção 5.1, foi introduzida diretamente na coluna de destilação, de modo a que o seu caudal seja equivalente ao do somatório dos caudais de n-pentano das correntes R e R1, ou seja, para reposição do mesmo no caso de eventuais perdas pelas correntes referidas.

respetivas. A saída do controlador é apresentada em percentagem (de abertura de válvula), no visor inferior, correspondente à gama definida para cada válvula de controlo.

Os *Strip Charts* são janelas de representação gráfica das variáveis do processo associadas a cada controlador, permitindo uma visualização em tempo real e registo da evolução das diversas variáveis no decurso da simulação em modo dinâmico (Aspen HYSYS-Unit Operations Guide, 2011).

Na figura 32 apresenta-se, a título de exemplo, uma *Face Plate* e um *Strip Chart*, referentes ao presente estudo e relativamente à malha do controlo de nível da coluna SS.

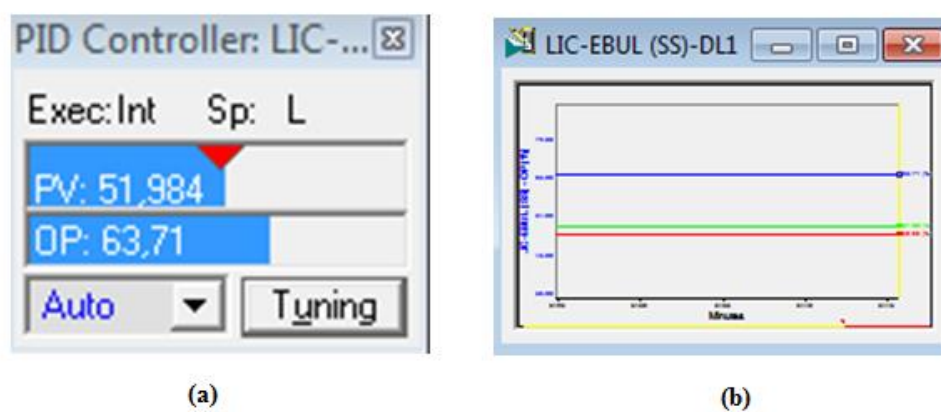


Figura 32 - *Face Plate* (a) e *Strip Chart* (b) da malha do controlo de nível da coluna SS

5.3.6 INICIALIZAÇÃO DA SIMULAÇÃO

A inicialização da simulação em modo dinâmico constitui uma das etapas mais críticas do processo, sendo necessário um acompanhamento muito próximo, para que as variáveis estabilizem num determinado valor, tendo-se normalmente como referência os valores obtidos para a simulação em modo de estado estacionário. É recomendável, nesta fase, que as malhas sejam mantidas abertas (modo manual) para todos os controladores.

5.3.7 ESTABILIZAÇÃO E SINTONIZAÇÃO DOS CONTROLADORES

De entre os vários tipos de controladores aplicados na indústria em geral, destacam-se pela maior frequência em termos de utilização, os controladores do tipo PID. Este tipo de controladores possui três ações distintas mas cuja combinação pode revelar-se uma vantagem na ótica do desempenho geral do equipamento no controlo de processos. A ação proporcional permite a correção da variável manipulada (MV) de forma proporcional ao erro obtido relativamente ao

valor inicial da variável controlada (CV). A ação integral é normalmente utilizada para afinar a resposta no que diz respeito à minimização do valor do erro (*offset*), permitindo o retorno ao valor inicial da variável controlada (CV). A componente derivativa, pela sua capacidade preditiva do erro, possibilita uma ação na variável manipulada antes dos efeitos serem percebidos no processo, minimizando as oscilações da variável controlada até ao valor do *setpoint*.

Conforme informação disponível em diversas fontes (Svrcek, 2006; Luyben, 2010) existem diversas metodologias para a sintonização dos controladores. A generalidade dessas metodologias é aplicável atendendo às particularidades de cada malha de controlo e do processo em causa. De facto, os parâmetros característicos de um processo possuem um efeito significativo relativamente à forma como um controlador conseguirá atenuar as perturbações desse processo. Em muitos casos, o próprio processo, pelas suas características, é capaz de atenuar essas perturbações, podendo considerar-se um efeito conjunto com o controlador, de modo a obter-se um controlo mais efetivo. Neste contexto, é importante ter em consideração duas características fundamentais associadas a todos os processos: a capacitância e o atraso (*dead time*).

Numa perspetiva generalista, a capacitância representa a habilidade de um determinado sistema em absorver ou armazenar massa ou energia, ou seja, é uma medida da sua resistência às alterações de massa ou energia armazenadas dentro desse sistema, i. e., representa a inércia do sistema. Em sistemas lineares, a constante de tempo, τ , é diretamente proporcional à capacitância, sendo que quanto maior for, melhor será o desempenho de um determinado sistema no que concerne à sua habilidade em atenuar os efeitos das perturbações. Em geral, sistemas com capacitância podem ser controlados com controlo simples (modo proporcional apenas) usando ganhos elevados.

O atraso (*dead time*) é uma característica dos sistemas que se traduz por um período de tempo decorrido entre a ocorrência de uma perturbação e a percepção desse efeito na variável de resposta de um processo. Esta característica está relacionada com a existência de um atraso puro da resposta face a perturbações, ocultando por vezes as perturbações e atrasando as medições e o controlo até que sejam sentidos no processo. Desta forma, o atraso dificulta a controlabilidade de um sistema, particularmente se o seu valor for elevado relativamente à sua capacitância, devendo por isso ser minimizado tanto quanto possível.

A seleção do tipo de controlador associado a cada malha atende a diversos aspetos relativos aos critérios de desempenho requeridos e aos limites dentro dos quais o controlador deverá operar.

De uma forma geral, um controlo em malha fechada para ser efetivo deverá ser estável e permitir que se obtenham valores próximos do *setpoint*, devendo a seleção e sintonização de um controlador ser baseada numa relação de compromisso entre desempenho e robustez. Se por um lado, um controlador sintonizado de forma muito fina ou agressiva pode permitir um bom desempenho mas ser pouco robusto relativamente a alterações que surjam no processo, podendo eventualmente criar instabilidade, por outro lado, um controlador cuja sintonização seja pouco apertada ou menos agressiva pode refletir-se num mau desempenho mas numa boa robustez.

Em traços gerais:

- Será adequado um controlador do tipo P (modo Proporcional apenas) se fôr aceitável um desvio relativamente ao valor de referência (*setpoint*) definido inicialmente;
- Deverá ser utilizado um controlador do tipo PI (modo Proporcional e modo Integral) se existir ruído significativo, atraso significativo ou baixa capacitância;
- Será apropriado um controlador PID (modo Proporcional, modo Integral e modo Derivativo) no caso de existir pouco ruído, alta capacitância e sem atraso.

A seleção ou determinação dos parâmetros de sintonização mais adequados para um determinado controlador é um tema que tem sido alvo de diversos estudos, existindo diversas abordagens relativamente a este assunto, sendo contudo considerado que não existe uma única forma correta de sintonizar um controlador. Assim, é possível encontrar na literatura diversa, vários métodos de sintonização, bem como de determinação dos parâmetros de um controlador. Por exemplo, em *A Real-Time Approach to Process Control* (Svrcek, 2006), são apresentados diversos parâmetros gerais de sintonização, otimizados para um critério de razão de decaimento do erro de $\frac{1}{4}$. Salienta-se que as regras e parâmetros gerais apresentados de seguida são aproximados, auxiliando na obtenção de um controlo adequado. No entanto, deverão ser ajustados no caso da resposta não ser satisfatória, ou seja, as regras / heurísticas apresentadas são importantes para aplicação recorrendo ao método de tentativa e erro. É importante ter desde logo presente que um controlo mais apertado e melhor desempenho podem ser conseguidos aumentando o ganho (componente proporcional), sendo que a sua diminuição resulta, normalmente em respostas mais lentas mas mais estáveis.

CONTROLO DE CAUDAL

O fluxo através de uma tubagem é tipicamente um processo em que a resposta é rápida. O atraso e a capacitância associada a uma extensão de tubagem são normalmente baixos. Neste caso, adequa-se um controlador do tipo PI em que o ganho, K_c , deverá ser estabelecido entre 0,4 e

0,65 e o tempo integral, T_i , deverá ser entre 0,05 e 0,25 minutos. A não linearidade das malhas de controlo de caudal pode provocar alguma instabilidade em determinadas condições de operação. Por esse motivo, deverá inicialmente ser usado um ganho elevado e caso o limite de estabilidade, para determinadas condições, seja atingido, deverá ser reduzido. No entanto, nesses casos, a ação integral deverá ser mantida. Como a medição do caudal possui naturalmente ruído, a ação derivativa não é recomendável.

CONTROLO DE NÍVEL DE LÍQUIDO

O controlo de nível do líquido de um reservatório é essencialmente caracterizado pela sua capacitância, não havendo normalmente atraso. Em alguns casos o controlo de nível é utilizado em determinados processos como estratégia para atenuar perturbações que possam ocorrer nesses processos, não sendo o seu controlo realmente importante. Em tais processos pode ser efetuado o seu controlo sintonizando o controlador apenas em modo proporcional, de modo pouco apertado. Todavia, nos casos em que não é admissível *offset*, deverão ser usados controladores do tipo PI. Existe sempre algum ruído associado à medição do nível de líquidos. Se fôr possível minimizar esse ruído, poderá ser utilizada complementarmente a ação derivativa. Caso se opte por ação proporcional apenas, deverá ser utilizado um ganho de 2. Se a opção recair pelo recurso à ação integral, o valor do ganho deverá estar contido no intervalo de 2 a 10 e o tempo integral, no intervalo de 1 a 5 minutos.

CONTROLO DA PRESSÃO DE GÁS

O controlo da pressão de um gás possui características idênticas às do controlo de nível de líquido, no sentido em que é fundamentalmente caracterizado pela sua capacitância, sem atraso. Uma variação de fluxo de ou para um reservatório permite um bom controlo da pressão. Devido à natureza capacitiva da maioria dos reservatórios, os processos em si possuem baixos ganhos e respostas lentas. Consequentemente, podem ser selecionados ganhos elevados para o controlador com baixa probabilidade de criar instabilidade. Assim, as malhas de controlo de pressão, podem facilmente ser configuradas para utilização com um controlador PI, podendo o ganho do controlador variar entre 2 e 10 e o tempo integral entre 2 e 10 minutos.

Neste estudo, na fase de estabilização do processo foram sendo gradualmente fechadas as malhas de controlo (passagem para modo automático), tendo sido considerados os parâmetros anteriormente referidos, que através do método de tentativa e erro foram sendo afinados.

Inicialmente o enfoque foi dirigido ao controlo dos níveis, da pressão e dos caudais, até que fosse encontrada uma estrutura minimamente estável. Relativamente à composição, ainda que não fossem encontradas nenhuma orientações gerais sobre os parâmetros do controlador, foram sendo também introduzidos, seguindo a mesma metodologia, parâmetros para a ação proporcional e integral, tendo-se obtido uma estrutura aceitável.

CONFIGURAÇÃO DO INTEGRADOR

O integrador do *ASPEN HYSYS* resolve as diversas equações recorrendo ao método de integração implícito de *Euler*. Nas propriedades do integrador, no separador *General*, é possível configurar diversos parâmetros, como o passo de integração, o tempo até à paragem da integração, as taxas de realização dos diferentes balanços, de entre outros. No separador *Execution*, é possível definir a quantidade de cálculos realizados, por categoria (cálculos de pressão-fluxo, cálculos de controlo e de operações lógicas, cálculos energéticos e cálculos de composição) e por passo de integração. É recomendável, no entanto, manter a configuração pré-definida, excepto se houver alguma razão que justifique a sua alteração. No separador *Options* é possível realizar configurações adicionais.

No decorrer da fase de estabilização, principalmente no início, houve por vezes necessidade de reduzir o passo de integração de 0,5 para 0,25 e por vezes para 0,1. A necessidade referida foi sendo identificada pelo *Aspen HYSYS*, sendo importante proceder à sua redução para assegurar a correta integração do modelo. Efetivamente, uma redução do passo de integração permite ao sistema uma melhor inicialização e uma mais apertada monitorização dos controladores, aumentando a estabilidade do modelo uma vez que o solucionador consegue seguir mais de perto alterações que ocorram no processo. À medida que o processo foi estabilizando, foi sendo gradualmente incrementado o valor do passo de integração. Na fase final, foi ativada no separador *Options* a opção *Close component material and energy balances* para que os cálculos sejam realizados com mais rigor evitando incoerências nos balanços quer de massa quer energéticos, sendo também, no mesmo separador desativada a opção *Truncate large volume integration errors* de modo a que os diversos erros fossem sendo corrigidos ao longo do tempo e não de forma abrupta, garantindo assim a não violação dos balanços de massa.

SINTONIZAÇÃO DOS CONTROLADORES ATRAVÉS DO *AUTOTUNER*

O *Aspen HYSYS* possui integrada a funcionalidade de realizar a sintonização dos controladores através da função *autotuner*. Esta função calcula os parâmetros de sintonização de controladores

(PI / PID) baseando-se no ganho e na margem de fase, podendo ser encarado como um outro elemento de controlo embutido no controlador. A função *autotuner* é baseada numa técnica de relé por *feedback*, possuindo integrada um relé com histerese (h), em que o valor da saída depende da direção em que o erro é obtido (Aspen HYSYS-Unit Operations Guide V7.3, 2011). Na figura 33 é representada graficamente um exemplo da saída $u(t)$ obtida em função do erro $e(t)$ obtido no relé, para uma dada amplitude e histerese.

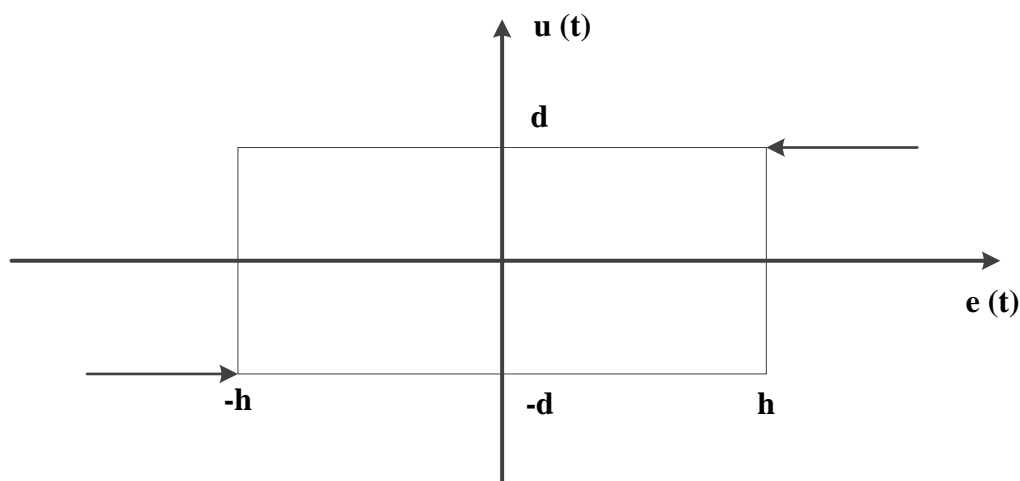


Figura 33 - Saída $u(t)$ em função do erro $e(t)$ do relé para uma amplitude d e uma histerese h (Adaptado de Aspen HYSYS-Unit Operations Guide V7.3, 2011)

Esta técnica de sintonização foi inicialmente introduzida por Åström e Hägglund (1984) como forma de gerar oscilação sustentada em alternativa à técnica cíclica contínua convencional, sendo extremamente eficaz na determinação do ganho último e do período último. Luyben (1987) populariza o método de relé por feedback e designa-o por ATV (*AutoTune Variation*), sendo que o interesse relativo a este método deriva de estudos realizados sobre colunas de destilação. Os sistemas constituídos por colunas de destilação são tipicamente não-lineares, sendo que a obtenção de um modelo baseado numa função de transferência linear é extremamente difícil. Luyben demonstra que os testes baseados em ATV permitem a obtenção de modelos lineares para esses processos, pelo que a utilização desta metodologia constitui atualmente uma prática frequente em processos de controlo na indústria química (Yu, 2006).

Os parâmetros dos controladores obtidos a partir da função *autotuner* são baseados numa metodologia que emprega uma margem de ganho para um ângulo de fase determinado. Esta metodologia é idêntica à metodologia de margem de fase, sendo no entanto mais precisa dado

que o relé tem a capacidade de determinar pontos no domínio da frequência de modo mais rigoroso e rápido (Aspen HYSYS-Unit Operations Guide V7.3, 2011).

Para além disso, sendo um teste realizado em malha fechada, as variáveis do processo não se afastam significativamente dos seus valores nominais. Acresce ainda ao referido que, para processos com constantes de tempo elevadas, é um método mais eficaz do que o convencional. O tempo do teste varia entre duas e quatro vezes o período último (Yu, 2006).

A página do *autotuner* permite a especificação dos parâmetros de sintonização ('Alpha', 'Beta', 'Phi', 'Hysteresis' e 'Amplitude') dentro das gamas apresentadas na tabela 58, sendo apresentados alguns valores de referência já definidos que devem ser encarados como parâmetros gerais, devendo ser ajustados em função das particularidades de cada controlador e de cada processo.

Tabela 58 - Gamas dos parâmetros de ajuste da função *Autotuner*

Parâmetro	Gama
Razão T_i / T_d (α)	$3,0 \leq \alpha \leq 6,0$
Razão de Ganho (β)	$0,10 \leq \beta \leq 1,0$
Fase do Ângulo (φ)	$30^\circ \leq \varphi \leq 65^\circ$
Histerese do Relé (h)	$0,01\% \leq h \leq 5,0\%$
Amplitude do Relé (d)	$0,5\% \leq d \leq 10,0\%$

Neste estudo, pelas reconhecidas vantagens referidas anteriormente, após estabilização do sistema em modo dinâmico, recorreu-se à função *autotuner* como forma de configurar de modo mais adequado os diversos controladores.

Relativamente ao controlo regulatório e operativo exceto composição foram considerados os parâmetros gerais definidos pelo *Aspen HYSYS*, tendo sido obtidos os parâmetros para os respetivos controladores que foram considerados apropriados. No que se refere ao controlo de composição, verificou-se, na sequência de diversos estudos, que ao contrário do que sucedeu relativamente às restantes malhas, os parâmetros gerais definidos pelo *autotuner* originaram parâmetros para o controlador que se refletiram numa resposta inadequada, pelo que atendendo à não linearidade do processo, pretendendo-se a sintonização para intervalos mais próximos do ponto de operação optou-se por reduzir a amplitude e a histerese, de forma sucessiva, tendo sido obtidos resultados bastante mais satisfatórios. Na tabela 59 apresentam-se os parâmetros do *autotuner* usados para a sintonização de cada um dos controladores.

Tabela 59 - Parâmetros do *Autotuner* para sintonização dos controladores

Controlador	PIC (TCDC)	LIC COND (TCDC)	LIC EBUL (TCDC)	LIC EBUL (SS)	FIC REFLUXO (TCDC)	XIC ETANOL (TCDC)	FIC L1	FIC V1
Razão Ti / Td (α)	4,50	4,50	4,50	4,50	4,50	4,50	4,50	4,50
Razão de Ganho (β)	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Fase do Ângulo (ϕ)	60,00	60,00	60,00	60,00	60,00	60,00	60,00	60,00
Histerese do Relé (h)	0,10%	0,10%	0,10%	0,10%	0,10%	0,05%	0,10%	0,10%
Amplitude do Relé (d)	5,00%	5,00%	5,00%	5,00%	5,00%	2,50%	5,00%	5,00%

A título de exemplo apresenta-se na figura 34, o gráfico obtido durante o processo de sintonização da malha de composição do etanol.

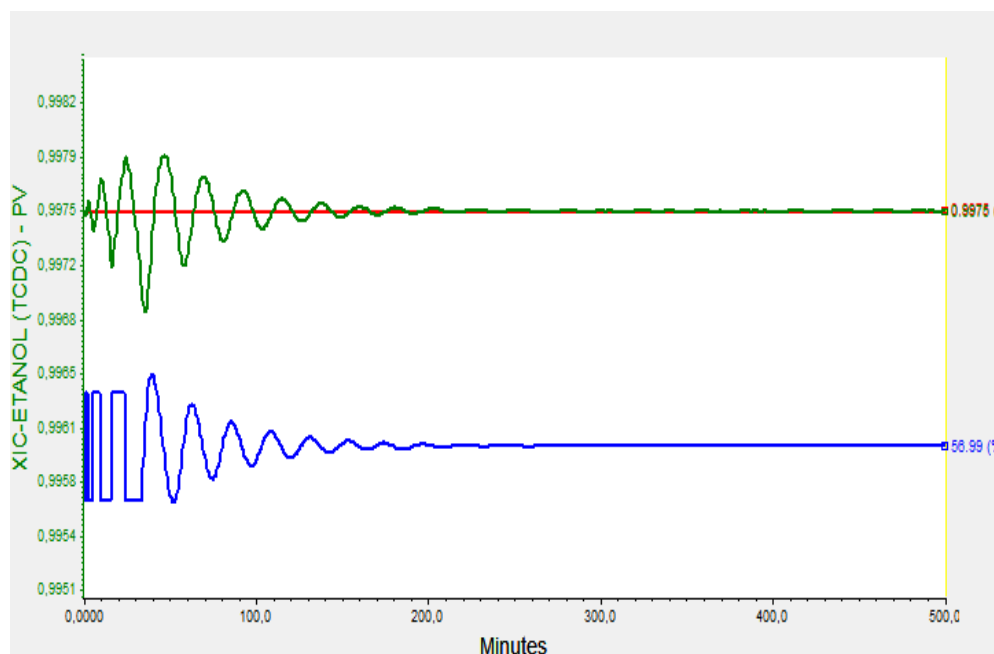


Figura 34 - Sintonização da malha de controlo de composição do etanol (XIC-ETANOL)

Nas tabelas 60 e 61 são apresentadas as estruturas dos controladores, obtidas após sintonização com recurso ao *autotuner* e após algum tempo de estabilização do processo.

Tabela 60 - Estrutura dos controladores do sistema TCDC-SS após sintonização (Controlo Regulatório)

Malha de Controlo	Pressão no topo da coluna TCDC		Nível do condensador da coluna TCDC		Nível do ebulidor da coluna TCDC		Nível do ebulidor da coluna SS	
Controlador	PIC (TCDC)		LIC-COND (TCDC)		LIC-EBUL (TCDC)		LIC-EBUL (SS)	
Tipo de Ação	Direta		Direta		Direta		Direta	
Variável Controlada (CV)	P _{TCDC}		L _{cond}		Lebul		Lebul1	
Variável Manipulada (MV)	Q _{cond}		V _{OD}		V _R		V _{R1}	
Valor PV	1,100	bar	59,71	%	45	%	50,95	%
Valor SP	1,100	bar	59,71	%	45	%	50,00	%
Valor OP	63,20	%	71,2	%	50,35	%	36,29	%
Valor MV	2,628E+07	kJ/h	71,2	%	50,35	%	36,29	%
Valor CV mínimo	1,0000	bar	0	%	0	%	0	%
Valor CV máximo	1,3000	bar	100	%	100	%	100	%
Valor MV mínimo	1,971E+07	kJ/h	0	%	0	%	0	%
Valor MV máximo	3,285E+07	kJ/h	100	%	100	%	100	%
Kc	12,7		61,3		43,0		33,9	
Ti	1,23		-		-		-	
Td	0		0		0		0	

Tabela 61 - Estrutura dos controladores do sistema TCDC-SS após sintonização (Controlo Operatório)

Malha de Controlo	Caudal de refluxo da coluna TCDC		Composição de Etanol		Caudal da corrente L1		Caudal da corrente V1	
Controlador	FIC-REFLUXO (TCDC)		XIC-ETANOL (TCDC)		FIC-L1		FIC-V1	
Tipo de Ação	Inversa		Inversa		Inversa		Inversa	
Variável Controlada (CV)	F _L		xR		F _{L1}		F _{V1}	
Variável Manipulada (MV)	V _L		Q _{ebul}		V _{L1}		Q _{ebul1}	
Valor PV	1,457E+04	kg/h	0,9975	f. m.	7420	kg/h	7763	kg/h
Valor SP	1,457E+04	kg/h	0,9975	f. m.	7420	kg/h	7763	kg/h
Valor OP	49,99	%	60	%	49,06	%	43,93	%
Valor MV	49,99	%	1,844E+07	kJ/h	49,06	%	3,616E+06	kJ/h
Valor CV mínimo	1,093E+04	kg/h	0,0000	f. m.	5565	kg/h	5822	kg/h
Valor CV máximo	1,821E+04	kg/h	1,0000	f. m.	9275	kg/h	9704	kg/h
Valor MV mínimo	0	%	1,383E+07	kJ/h	0	%	2,712E+06	kJ/h
Valor MV máximo	100	%	2,305E+07	kJ/h	100	%	4,520E+06	kJ/h
Kc	0,347		0,566		0,192		8,79E-02	
Ti	3,51E-02		2,15		1,75E-02		0,284	
Td	0		0		0		0	

Comparando os dados das tabelas 56 e 57 (referentes à inicialização) com os dados das tabelas 60 e 61 (referentes à sintonização) é possível verificar que existem algumas diferenças. Em estado estacionário, os cálculos são realizados de forma rigorosa considerando as especificações. Em modo dinâmico, pela forte interação existente entre as malhas de controlo implementadas, o sistema estabilizou em condições ligeiramente diferentes das do estado estacionário de partida. As maiores diferenças encontradas dizem respeito ao caudal de circulação da corrente OD1 que foi superior, tendo como implicação um maior consumo energético quer no ebulidor quer no condensador da coluna TCDC. Em relação ao consumo energético do ebulidor da coluna SS, o valor foi ligeiramente inferior, derivado do facto do caudal da corrente V1 ser também um pouco inferior. Ainda assim, considerou-se que na globalidade as diferenças não foram significativas, tendo-se partido destas condições em modo dinâmico para a introdução de perturbações e análise da respetiva resposta do sistema, conforme apresentado nas secções seguintes.

5.4 RESPOSTA DO SISTEMA FACE A PERTURBAÇÕES

De acordo com o verificado anteriormente após sintonização dos vários controladores obteve-se um sistema devidamente estabilizado. Interessa, porém, analisar o comportamento geral do sistema face à introdução de perturbações, e em particular no que se refere ao controlo da composição de etanol. Para o efeito nas secções seguintes serão introduzidas algumas alterações de caudal e composição da alimentação e será analisada a respetiva resposta da estrutura de controlo concebida.

5.4.1 VARIAÇÃO DO CAUDAL DA ALIMENTAÇÃO

No que se refere ao caudal da alimentação, são apresentadas nas figuras 35 e 36, as respostas das malha de controlo de composição do sistema TCDC-SS em consequência de uma redução e aumento de caudal de cerca de 5%, respetivamente.

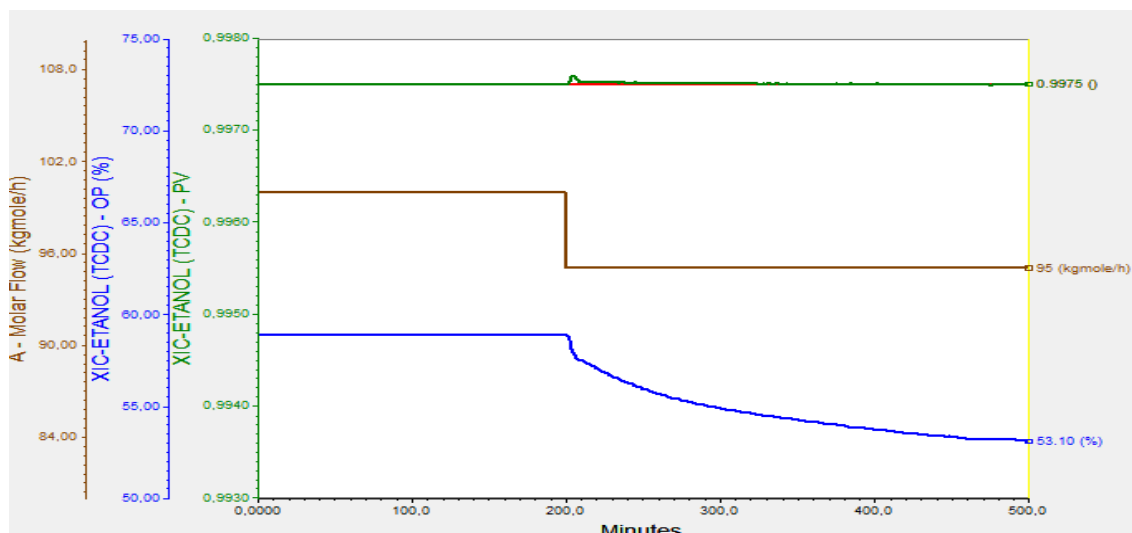


Figura 35 - Variação do caudal de alimentação de 100 kmol/h para 95 kmol/h (redução de 5%)

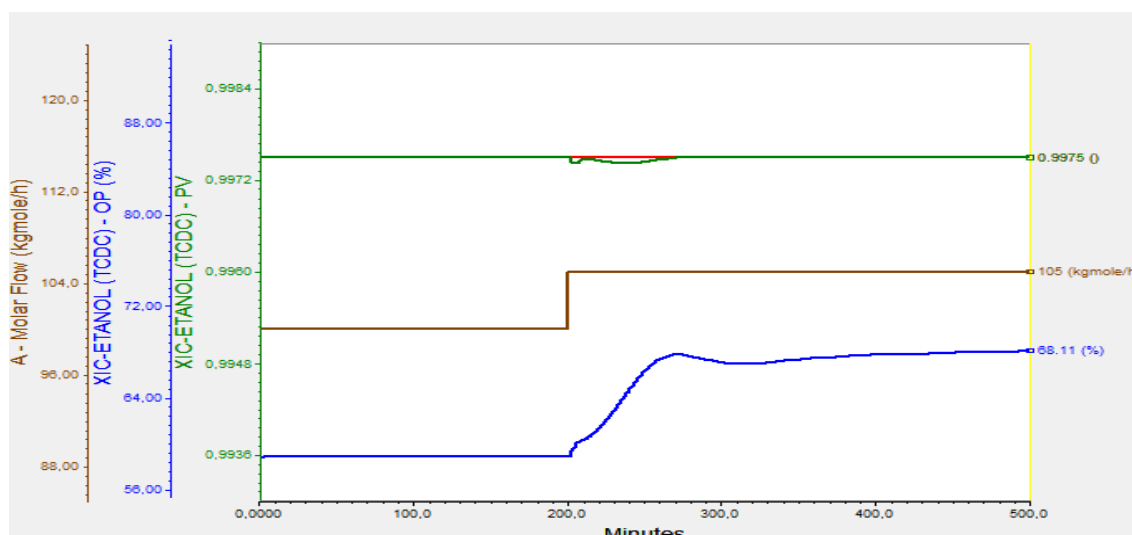


Figura 36 - Variação do caudal de alimentação de 100 kmol/h para 105 kmol/h (aumento de 5%)

Pela análise dos gráficos das figuras 35 e 36 verifica-se que após a introdução das perturbações referidas, ocorre um pequeno desvio inicial das variáveis do processo relativamente ao *setpoint*, sendo que a sua recuperação para o valor de referência é bastante rápida. No entanto, a estabilização em termos da variável manipulada (OP) demora cerca de 300 minutos até ao tempo máximo definido de 500 minutos, considerado suficiente para perceção dessa estabilização. Verifica-se ainda, pouca oscilação, quer da variável manipulada quer da controlada, revelando uma adequada configuração dos controladores, relativamente à resposta a este tipo de perturbações.

5.4.2 VARIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO DE ETANOL NA ALIMENTAÇÃO

Relativamente à composição molar de etanol na alimentação foram efetuadas variações de aproximadamente 1% e 2% relativamente ao valor de referência de 0,85. Nas figuras 37 e 38 são apresentadas as respostas da malha de controlo de composição de etanol do sistema TCDC-SS relativas a um aumento e redução de 1% e nas figuras 39 e 40 são apresentadas as mesmas respostas mas para a variação de 2%.

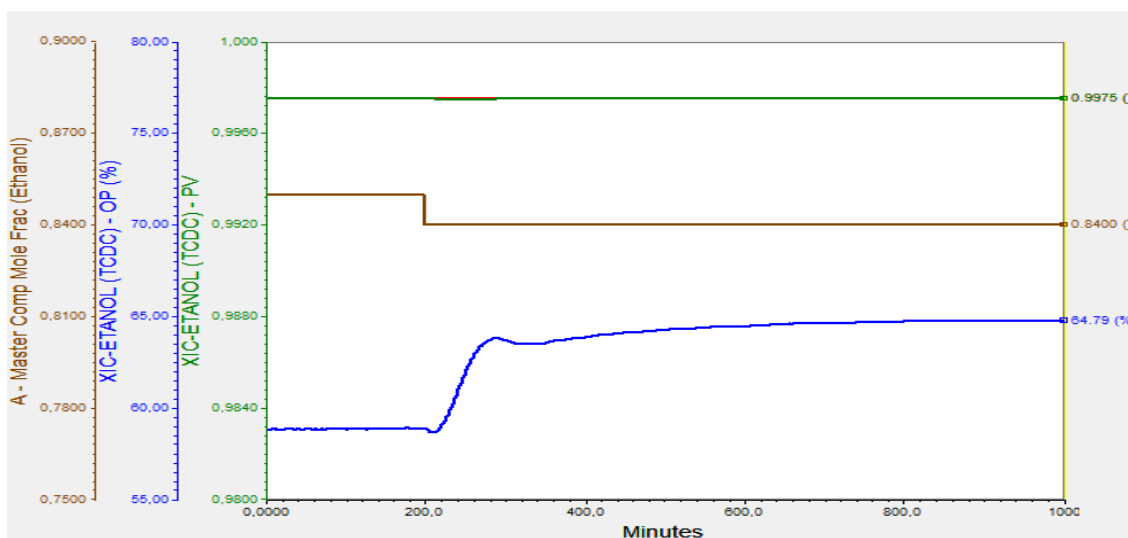


Figura 37 - Variação da composição molar de etanol na alimentação de 0,85 para 0,84 (redução de 1%)

Pela análise da figura 37, verifica-se que após a introdução da perturbação em causa, ocorre um ligeiro desvio relativamente ao valor do *setpoint* da variável controlada, sendo que estabiliza rapidamente no valor de referência. Relativamente à variável manipulada, é perceptível alguma oscilação inicial, denotando que possivelmente o controlador está configurado de forma algo agressiva, pelo menos em resposta a este tipo de perturbação. A estabilização desta variável ocorre passado cerca de 800 minutos após a introdução da perturbação.

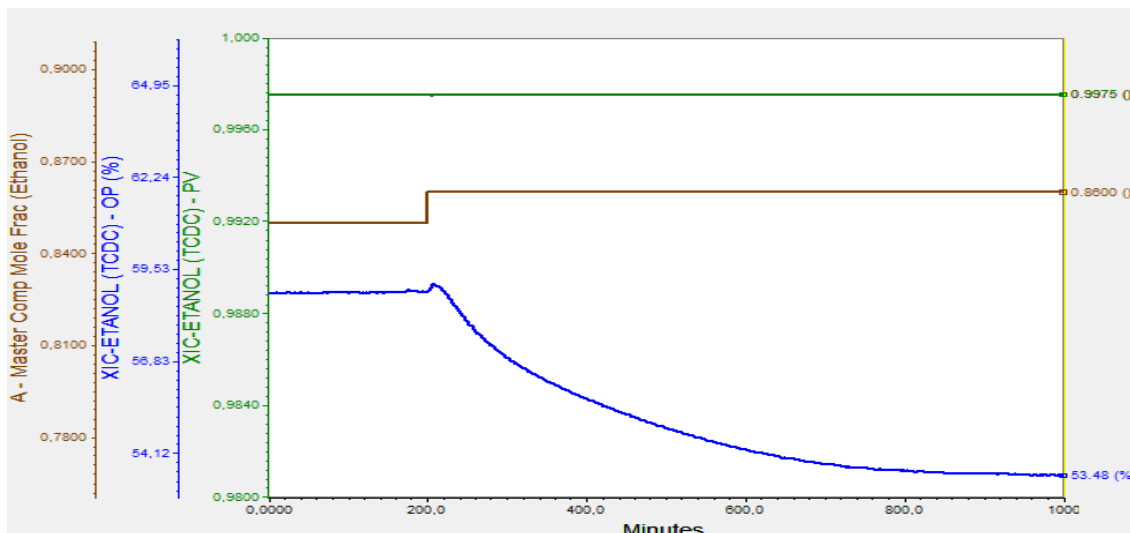


Figura 38 - Variação da composição molar de etanol na alimentação de 0,85 para 0,86 (aumento de 1%)

No que concerne ao registo da figura 38 não é de todo perceptível qualquer desvio da variável controlada relativamente ao *setpoint*, denotando um controlo bastante eficaz. Relativamente à variável manipulada não existe qualquer oscilação, sendo que a sua estabilização demora cerca de 800 minutos.

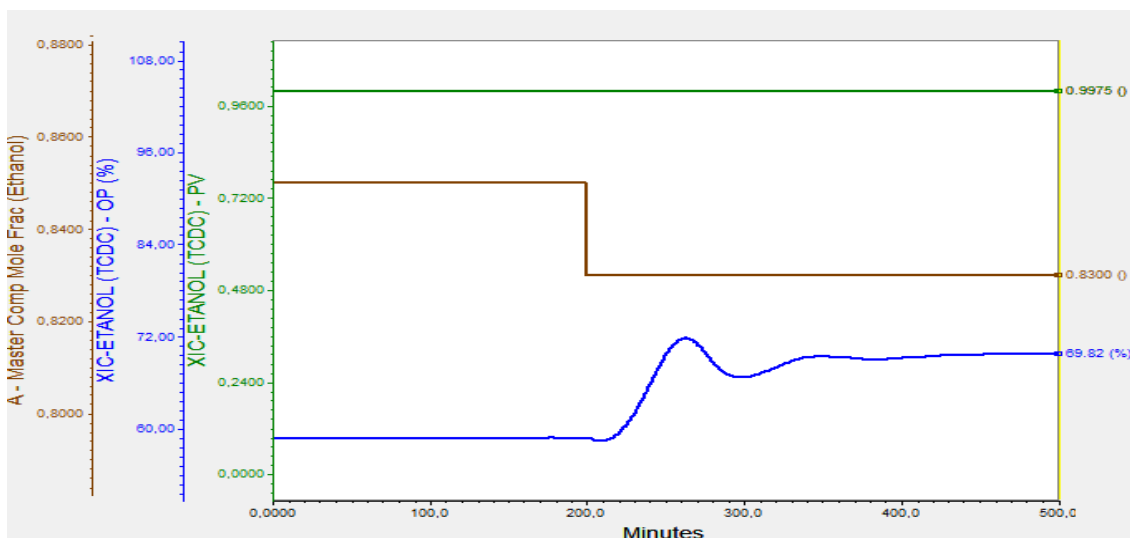


Figura 39 - Variação da composição molar de etanol na alimentação de 0,85 para 0,83 (redução de 2%)

Como é possível inferir, da análise da figura 39, não se verifica qualquer desvio da variável controlada relativamente ao *setpoint*, sendo que a variável manipulada apresenta uma oscilação mais acentuada comparativamente à obtida com a redução de 1% mas com um tempo de estabilização inferior, de cerca de 300 minutos.

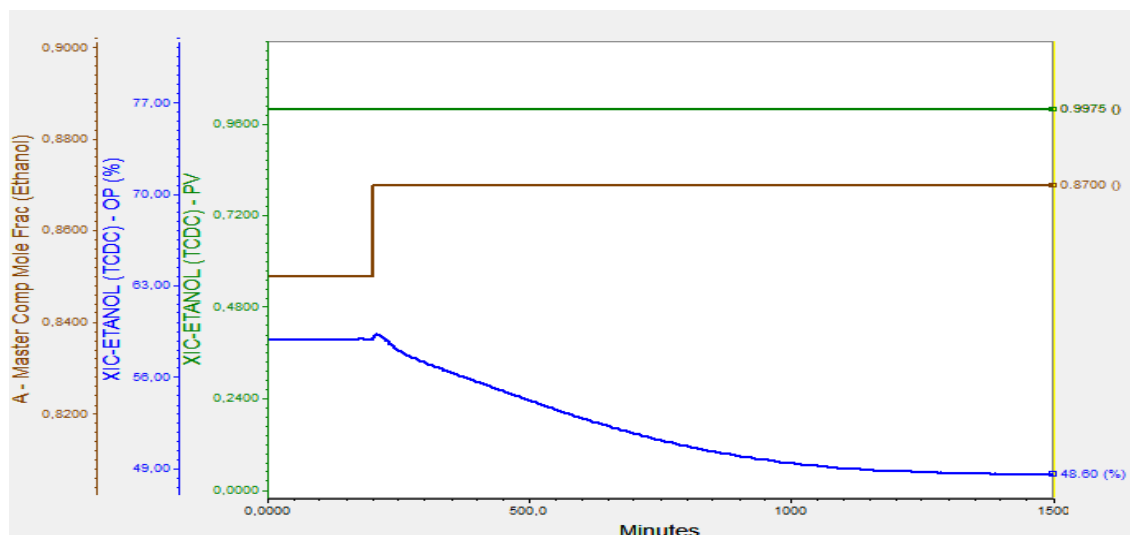


Figura 40 - Variação da composição molar de etanol na alimentação de 0,85 para 0,87 (aumento de 2%)

Pela análise da figura 40, verifica-se uma resposta idêntica à obtida relativamente ao aumento de cerca de 1%, sendo que o tempo de estabilização é comparativamente superior, cerca de 1300 minutos.

Considerando o objetivo desta secção, especialmente focado na definição de uma estratégia de controlo e na análise da controlabilidade do sistema implementado, recorrendo a simulação dinâmica, não foi considerada a otimização em termos da definição de outras estratégias de controlo a adotar. Atendendo ao referido, considera-se como satisfatórias as várias respostas da malha de controlo de composição de etanol, evidenciadas nas figuras respetivas anteriormente apresentadas, bem como as respostas das restantes malhas de controlo que, ainda que não apresentadas, podem ser consultadas nos ficheiros respetivos utilizados para as várias simulações realizadas.

6 CONCLUSÕES

A destilação é o processo de separação mais vulgarmente utilizado na indústria em geral, devido, sobretudo, à sua versatilidade e capacidade de produção em larga escala, mas também porque é um processo sobre o qual existe bastante conhecimento adquirido. Apesar dos elevados custos energéticos associados à sua utilização, foi e continua a ser o processo de excelência quando se pretende efetuar a separação dos diversos componentes de uma mistura. Um dos grandes desafios futuros consiste em estudar alternativas em termos de configuração e dimensionamento de estruturas de destilação que permitam, fundamentalmente, uma redução dos custos de investimento e de operação, essencialmente energéticos.

Neste trabalho, foram concebidas, estudadas e otimizadas duas configurações possíveis para a realização da destilação azeotrópica de um sistema constituído por etanol e água, sendo que a composição da mistura considerada foi de 85% (molar) em etanol, próxima da composição do conhecido azeótropo binário formado, à pressão atmosférica, entre os dois componentes referidos (89,5% molar em etanol).

Deste modo, numa primeira etapa, foi realizado o projeto de duas configurações e respetiva implementação, em estado estacionário, no simulador de processos *Aspen HYSYS*. Partindo de um estudo desenvolvido por Kiss e Suszwalak (2012), foram obtidos dois diagramas processuais, designados por SC (Sistema Convencional) e TCDC-SS (*Thermally Coupled Distillation Column with Side Stripper*) ou sistema de colunas com acoplamento térmico de correntes, que permitem o cumprimento do objetivo definido em termos de pureza do etanol, em concordância com os normativos aplicáveis para incorporação desse componente na mistura de combustíveis de origem fóssil, principalmente na gasolina. Assim, o etanol obtido por via fermentativa poderá constituir uma alternativa viável, ainda que de forma parcial, relativamente à gasolina. Na sequência do estudo desenvolvido nesta fase, constatou-se que os consumos energéticos associados ao sistema TCDC-SS foram superiores relativamente aos obtidos para o sistema SC, em cerca de 56%, contrariando os resultados do estudo referido anteriormente (Kiss and Suszwalak, 2012), cuja implementação foi realizada nas mesmas condições, embora no simulador de processos *Aspen PLUS*, em que os consumos energéticos referentes ao sistema TCDC-SS foram inferiores aos associados ao sistema SC em 25%, aproximadamente.

Numa segunda etapa, procedeu-se à otimização em estado estacionário, com o objetivo de minimização do custo total anual associado aos dois sistemas implementados. Para esse efeito,

recorreu-se à otimização baseada em simulação, que constitui, atualmente, uma opção de interesse crescente em processos cada vez mais complexos, não-lineares e em que o número de variáveis a considerar é bastante elevado. A otimização, propriamente dita, foi baseada em técnicas estatísticas de planeamento experimental e análise de variância dos dados obtidos da simulação e subsequente quantificação de custos, sendo adotado um procedimento de passo descendente (*Steepest Descent*), progressivo, em que, no final, se obtiveram os valores das variáveis que se traduziram no menor custo total anual. Desta forma, numa análise comparativa entre os custos obtidos com os dados após otimização e os custos antes da otimização, ou seja, considerando os valores do caso base (Kiss and Suszwalak, 2012), constata-se que, para ambos os sistemas, a otimização permitiu uma redução significativa dos custos, sendo mais acentuada no sistema TCDC-SS. Essa redução de custos foi de cerca de 32,1% para o sistema TCDC-SS e de 15,2% para o sistema SC. Desta observação pode concluir-se que o sistema TCDC-SS é bastante mais permissivo no que se refere à redução do seu custo, podendo, eventualmente, ser alvo de reduções ainda mais significativas.

O sistema TCDC-SS é um sistema mais complexo, devido, sobretudo, ao maior número de variáveis envolvidas e à interação entre essas variáveis. Essa complexidade refletiu-se na maior dificuldade relativa à sua implementação no estado estacionário. Trata-se de um sistema relativamente ao qual existe pouca informação referente à sua controlabilidade. Pelos motivos mencionados, no presente estudo optou-se por proceder a essa análise, tendo sido definida uma estratégia de controlo e realizada a configuração de uma estrutura de controlo para simulação em modo dinâmico. Também nesta fase foi possível constatar das dificuldades em adotar uma estrutura estável, devido, fundamentalmente, à forte interação entre as malhas de controlo criadas. Apesar do referido, foi possível conceber uma estrutura de controlo que permitiu uma resposta adequada relativamente às perturbações introduzidas.

Desta forma, considera-se que o objetivo principal foi atingido, pois foram obtidas configurações para ambos os sistemas alvo de estudo, em que o custo foi reduzido de forma significativa.

No que se refere ao sistema etanol-água, considera-se importante, em estudos a desenvolver futuramente, dar continuidade aos realizados no presente trabalho. De entre esses estudos, revela-se interessante analisar as diferenças verificadas, na fase de implementação, em *Aspen HYSYS* e *Aspen PLUS*, em termos das energias associadas a ambos os sistemas objeto de estudo. Para além disso, no que diz respeito à otimização, existindo a convicção de que, relativamente ao sistema TCDC-SS, será, eventualmente, possível obter reduções de custos ainda mais significativas, sugere-se a realização de estudos mais detalhados, que podem passar quer pela

redução da percentagem de variação dos diversos fatores, no sentido da redução do custo (*Steepest Descent*), quer pela introdução de pontos centrais para determinar a eventual necessidade de introduzir curvatura nos modelos, o que teria como implicação a incorporação de termos de ordem superior nos respetivos modelos, o que conduziria à obtenção de modelos de resposta de superfície de 2ª ordem ou superior. No que respeita ao tópico do controlo, considera-se importante a definição de outras estratégias de controlo do sistema TCDC-SS que, por um lado, permitam um controlo mais apertado relativamente à manutenção das variáveis em valores mais próximos dos valores de partida (estado estacionário) e que, por outro lado, possibilitem uma boa resposta, considerando uma gama mais alargada de valores de perturbações introduzidas.

Em termos gerais, considera-se relevante o recurso às metodologias utilizadas neste estudo e respetiva aplicação a outros processos, com o intuito de proceder à sua otimização, sendo que, reconhecidamente, os programas de simulação de processos como o *Aspen HYSYS* e as ferramentas de avaliação económica como o *Aspen Economic Evaluator*, constituem ferramentas fulcrais nas fases de conceção, desenvolvimento, análise e avaliação desses processos.

7 REFERÊNCIAS

- ✓ ABDUL MUTALIB, M. I.; SMITH, R.; "Operation and control of the dividing wall distillation columns-Degrees of freedom and dynamic simulation", 1998, Trans. Inst. Chem. Eng., 76(A3), 308
- ✓ AGRAWAL, R.; FIDKOWSKI, Z. T.; "Are thermally coupled distillation columns always thermodynamically more efficient for ternary distillations", Ind. Eng. Chem. Res., 1998, 37, 3444-3454
- ✓ ALBRIGHT, L. F.; "Albright's Chemical Engineering Handbook", CRC Press, 2008
- ✓ ALLEN, T. T.; "Introduction to Engineering Statistics and Six Sigma-Statistical Quality Control and Design of Experiments and Systems", Springer, 2006
- ✓ AMMINUDIN, K. A.; SMITH, R.; THONG, D. Y. C.; TOWLER, G. P.; "Design and Optimization of Fully Thermally Coupled Distillation Columns-Preliminary Design and Optimization Methodology", 2001, Trans. Inst. Chem. Eng., 79(A)
- ✓ Aspen Technology, "Aspen HYSYS-Dynamic Modeling Guide V7.3", Aspen Technology Inc., 2011, 1-224
- ✓ Aspen Technology, "Aspen HYSYS-Unit Operation Guide V7.3", Aspen Technology Inc., 2011, 1-1733
- ✓ ASPRION, N.; KAIBEL G.; "Dividing wall columns-Fundamentals and recent advances", Chemical Engineering and Processing, 2010, 49, 139-146
- ✓ ASTM D4806 – 13A, "Standard Specification for Denatured Fuel Ethanol for Blending with Gasolines for Use as Automotive Spark-Ignition Engine Fuel", 2013
- ✓ ÅSTRÖM, K. J.; HÄGGLUND, T.; "Automatic tuning of simple regulators with specifications on phase and amplitude margins"; Automatica, 1984, 20, 645
- ✓ BABU, B. V.; "Process Plant Simulation", Oxford University Press, 2004
- ✓ BASTIDAS, P. A.; GIL, I. D.; RODRIGUEZ, G.; "Comparison of the main ethanol dehydration technologies through process simulation", 20th European Symposium on Computer Aided Process Engineering, Elsevier, 2010
- ✓ CABALLERO, J. A.; GROSSMANN, I. E.; "Considerations and Modeling in the Synthesis of Thermally Coupled Distillation Sequences", Ind. Eng. Chem. Res., 2006, Vol. 45, pp. 8454-8474
- ✓ COUGHANOWR, D. R.; LEBLANC, S. E.; "Process Systems Analysis and Control", Third Edition, McGraw-Hill, 2009
- ✓ DEJANOVIC, I.; MATIJASEVIC, L.; OLUJIC, Z.; "Dividing wall column-A breakthrough towards sustainable distilling", Chemical Engineering and Processing, 2010, 49, 559-580
- ✓ DOHERTY, M. F.; MALONE, M. F.; "Conceptual Design of Distillation Systems", McGraw-Hill, 2001
- ✓ DUNNEBIER, G.; PANTELIDES, C. C.; "Optimal Design of Thermally Coupled Distillation Columns", Ind. Eng. Chem. Res., 1999, 38, 162-176
- ✓ EN 15376, "European Fuel Ethanol Specification", 2007

- ✓ FAIR, J. R.; BOLLES, W. L.; 1968, Chem. Eng, 75(9), 156
- ✓ FIDKOWSKY, Z. T.; AGRAWAL, R.; “Multicomponent Thermally Coupled Systems of Distillation Columns at Minimum Reflux”, AIChE Journal 2001, 47, 12, 2713-2724
- ✓ FRIDAY, J. R.; SMITH, B. D.; "An analysis of the equilibrium stage separation problem-Formulation and convergence", AIChE Journal, 1964, 10, 698–706
- ✓ FROKOLVA, A.K.; RAEVA, V.M.; “Bioethanol Dehydration-State of the Art”, Theoretical Foundations of Chemical Engineering, 2010, 44(4), 545–556
- ✓ GOSAVI, A.; “Simulation-Based Optimization: Parametric Optimization Techniques and Reinforcement Learning”, Kluwer Academic Publishers, 2003
- ✓ KAMINSKY, W.; MARSZALEK, J.; CIOLKWSKA, A.; “Renewable energy source-Dehydrated ethanol”, Chemical Engineering Journal, 2008, 135, 95-102
- ✓ KHURI, A. I.; “Response Surface Methodology and Related Topics”, World Scientific Publishing, Singapore, 2006
- ✓ KISS A. A.; FLORES, L. S. J.; INFANTE FERREIRA, C. A.; "Mastering heat pumps selection for energy efficient distillation, Chemical Engineering Transactions", 2012, 29, 397-402
- ✓ KISS, A. A., SUSZWALAK, D.J.P.C.; “Enhanced bioethanol dehydration by extractive and azeotropic distillation in dividing-wall columns”, Separation and Purification Technology, 2012, 86, 70-78
- ✓ KISTER, H. Z.; “Distillation Design”, First Edition, McGraw-Hill, 1992
- ✓ KUMAR, S.; SINGH, N.; PRASAD, R.; “Anhydrous ethanol-A renewable source of energy”, Renewable and Sustainable Energy Reviews”, 2010, 14, 1830-1844
- ✓ LAZIC Z. R.; “Design of Experiments in Chemical Engineering-A Practical Guide”, Wiley-VCH, 2004
- ✓ LESTAK, F.; SMITH, R.; DHOLE, V. R.; "Heat transfer across the wall of dividing wall columns", Chemical Engineering Research and Design, 1994, 72(A5), 639-644
- ✓ LI, H. W.; ANDERSEN, T. R.; GANI, R.; JORGENSEN, S. B. "Operating pressure sensitivity of distillations control structure consequences". Industrial and Engineering Chemistry Research, 2006, 45, 8310–8318
- ✓ LONG, N. V. D.; LEE, M.; “Design and optimization of a dividing wall column by factorial design”, Korean J. Chem. Eng., 2012, 29(5), 567-573
- ✓ LONG, N. V. D.; LEE, M.; “Dividing wall column structure design using response surface methodology”, Computers and Chemical Engineering, 2012, 37, 119-124
- ✓ LUYBEN, W. L.; "Derivation of transfer functions for highly nonlinear distillation columns", Ind. Eng. Chem. Res., 1987, 26, 2490
- ✓ LUYBEN, W. L.; “Distillation Design and Control using Aspen Simulation”, John Wiley and Sons, 2006
- ✓ LUYBEN, W. L.; “Process Modelling Simulation and Control for Chemical Engineers”, Second Edition, Mc-Graw-Hill, 1996
- ✓ LUYBEN, W. L.; CHIEN, I-L.; “Design and Control of Distillation Systems for separating Azeotropes”, John Wiley and Sons, 2010

- ✓ MALONEY, James O.; “Perry’s Chemical Engineer's Handbook”, Eighth Edition, McGraw-Hill, 2008
- ✓ MASON, R. L.; GUNST, R. F.; HESS, J. L.; "Statistical Design and Analysis of Experiments", Second Edition, John Wiley and Sons, 2003
- ✓ MONTGOMERY, D.C.; “Introduction to Statistical Quality Control”, Sixth Edition, John Wiley and Sons, New York, 2009
- ✓ PETLYUK, F. B.; PLATONOV, V. M.; SLAVINSKY, D. M.; “Thermodynamically Optimal Method of Separating Multicomponent Mixtures”. *Int. Chem. Eng.*, 1965, 5, 555
- ✓ PREMKUMAR, R.; RANGAIAH, G. P.; "Retrofitting conventional column systems to dividing-Wall Columns", *Chemical Engineering Research and Design*, 2009, 87, 47-60
- ✓ REID, R. C.; PRAUSNITZ, J. M.; POLING, B. E.; “The Properties of Gases and Liquids”, Fourth Edition, New York, McGraw-Hill, 1987
- ✓ RUDD, H.; “Thermal Coupling for Energy Efficiency”, *Chem. Eng.*, 1992 (Supplement), S14
- ✓ SANGAL, V. K.; KUMAR, V.; “Optimization of structural and operational variables for the energy efficiency of a divided wall column”, *Computers and Chemical Engineering*, 2012, 40, 33-40
- ✓ SEADER, J. D.; HENLEY, E. J.; ROPER, D. K.; “Separation Process Principles-Chemical and Biochemical Operations”, Third Edition, John Wiley and Sons, New York, 2011
- ✓ SMITH, C. L.; “Distillation Control-An Engineering Perspective”, John Wiley and Sons, New Jersey, 2012
- ✓ SMITH, R.; “Chemical Process Design and Integration”, Second Edition, John Wiley and Sons, 2005
- ✓ STICHLMAIR, J.; "Distillation and Rectification" in "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry", Wiley-VCH, Seventh Edition, 2005
- ✓ SUN, L.Y.; CHANG, X.W.; QI, C.X.; LI, Q.S.; “Implementation of ethanol dehydration using dividing-wall heterogeneous azeotropic distillation column, *Separation Science and Technology*”, 2011, 46, 1365–1375
- ✓ SVRCEK, W. Y.; MAHONEY, D. P.; YOUNG, B. R., “A Real-Time Approach to Process Control”, John Wiley and Sons, Second Edition, 2006
- ✓ TOWLER, G.; SINNOT, R.; “Chemical Engineering Design-Principles, Practice and Economics of Plant and Process Design”, Elsevier, 2008
- ✓ WALAS, S. M.; “Phase Equilibria in Chemical Engineering”, Boston, Butterworths, 1985
- ✓ YILDRIM, O.; KISS, A. A.; KENIG, E. Y.; “Dividing wall columns in chemical process industry-A review on current activities”, 2011, 80, 403-417
- ✓ YU, C.-C.; "Autotuning of PID Controllers-A Relay Feedback Approach", Second Edition, Elsevier, 2006
- ✓ ZERESHKI, S.; “Distillation – Advances from Modeling to Applications”, Intechopen, 2012

ANEXO A - Relatório de azeótropos da mistura Etanol/Água/n-pentano (UNIQUAC, P= 1bar)

(Fonte: Aspen Plus V 7.3)

ASPEN SPLIT ANALYSIS

AZEOTROPE SEARCH REPORT

Physical Property Model: UNIQUAC Valid Phase: VAP-LIQ-LIQ
Mixture Investigated For Azeotropes At A Pressure Of 1 BAR

Comp ID	Component Name	Classification	Temperature
ETHANOL	ETHANOL	Stable Node	77,98 C
WATER	WATER	Stable Node	99,65 C
PENTANE	N-PENTANE	Stable Node	35,66 C

4 Azeotropes Sorted by Temperature

01	Number Of Components: 2		Temperature 34,08 C	
	Heterogeneous		Classification: Saddle	
			MOLE BASIS	MASS BASIS
	WATER		0,0535	0,0139
	PENTANE		0,9465	0,9861
02	Number Of Components: 3		Temperature 33,13 C	
	Heterogeneous		Classification: Unstable Node	
			MOLE BASIS	MASS BASIS
	ETHANOL		0,0696	0,0470
	WATER		0,0391	0,0103
PENTANE		0,8914	0,9427	
03	Number Of Components: 2		Temperature 77,83 C	
	Homogeneous		Classification: Saddle	
			MOLE BASIS	MASS BASIS
	ETHANOL		0,8999	0,9583
	WATER		0,1001	0,0417
04	Number Of Components: 2		Temperature 33,80 C	
	Heterogeneous		Classification: Saddle	
			MOLE BASIS	MASS BASIS
	ETHANOL		0,1012	0,0671
	PENTANE		0,8988	0,9329

ANEXO B - Relatório de azeótropos da mistura Etanol/Água/n-pentano (UNIQUAC, P= 2bar)

(Fonte: Aspen Plus V 7.3)

ASPEN SPLIT ANALYSIS

AZEOTROPE SEARCH REPORT

Physical Property Model: UNIQUAC Valid Phase: VAP-LIQ-LIQ

Mixture Investigated For Azeotropes At A Pressure Of 2 BAR

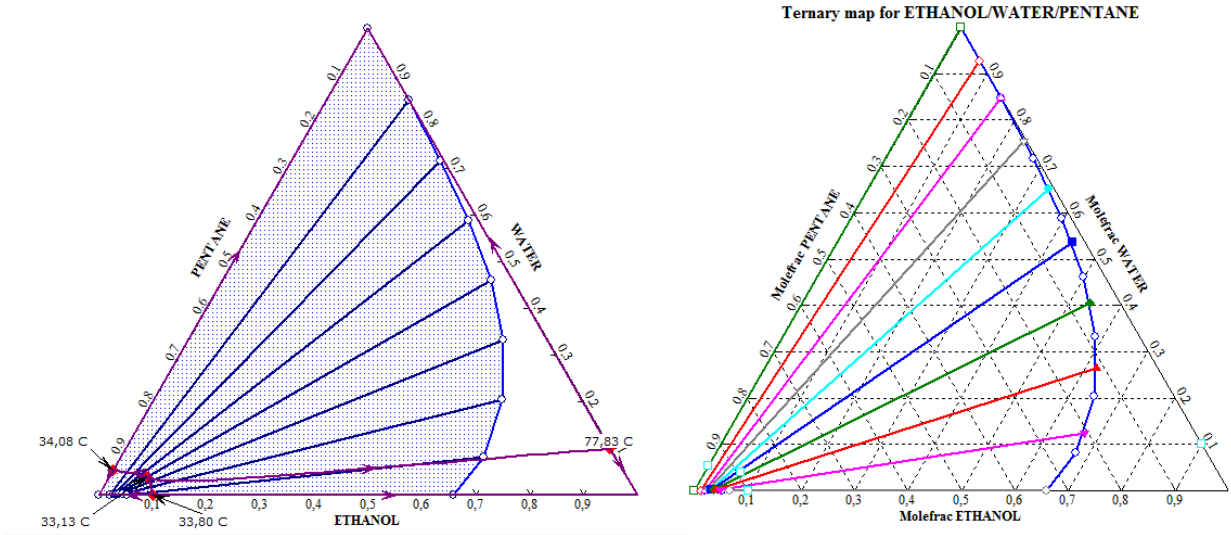
Comp ID	Component Name	Classification	Temperature
ETHANOL	ETHANOL	Stable Node	96,65 C
WATER	WATER	Stable Node	120,27 C
PENTANE	N-PENTANE	Stable Node	57,59 C

4. Azeotropes Sorted by Temperature

01	Number Of Components: 2		Temperature 54,85 C	
	Heterogeneous		Classification: Saddle	
			MOLE BASIS	MASS BASIS
			WATER	0,0783
		PENTANE	0,9217	0,9792
02	Number Of Components: 3		Temperature 53,20 C	
	Heterogeneous		Classification: Unstable Node	
			MOLE BASIS	MASS BASIS
			ETHANOL	0,0953
		WATER	0,0566	0,0153
		PENTANE	0,8481	0,9188
03	Number Of Components: 2		Temperature 96,52 C	
	Homogeneous		Classification: Saddle	
			MOLE BASIS	MASS BASIS
			ETHANOL	0,9034
		WATER	0,0966	0,0401
04	Number Of Components: 2		Temperature 54,29 C	
	Heterogeneous		Classification: Saddle	
			MOLE BASIS	MASS BASIS
			ETHANOL	0,1409
		PENTANE	0,8591	0,9052

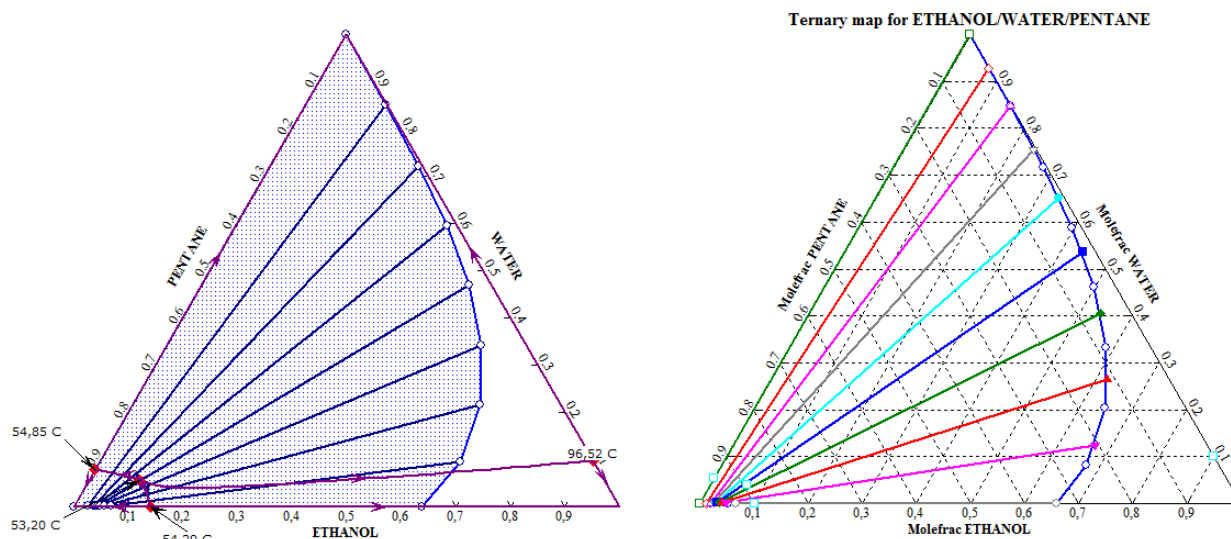
ANEXO C - Diagrama de curvas de resíduos-RCM (esquerda) e diagrama ternário (direita) para o sistema Etanol / Água / n-Pentano (P = 1 bar)

(Fonte: Aspen Plus V 7.3)



ANEXO D - Diagrama de curvas de resíduos-RCM (esquerda) e diagrama ternário (direita) para o sistema Etanol / Água / n-Pentano (P = 2 bar)

(Fonte: Aspen Plus V 7.3)



ANEXO E - Estrutura dos efeitos confundidos do planeamento fatorial fracionado $2_{IV}^{(8-4)}$

(Fonte: MINITAB 16)

Entre Fatores e Interações de 3ª ordem
A=CDF=BCG=BDH=BEF=DEG=CEH=FGH
B=CDE=ACG=ADH=AEF=DFG=CFH=EGH
C=BDE=ADF=ABG=AEH=BFH=DGH=EFG
D=BCE=ACF=ABH=AEG=BFG=CGH=EFH
Entre Interações de 2ª ordem
AB=CG=DH=EF
AC=DF=BG=EH
BC=DE=AG=FH
AD=CF=BH=EG
BD=CE=AH=FG
CD=DE=AF=GH
Entre Interações de 3ª ordem
ABC=ADE=BDF=CDH=CEF=BEH=AFH
ABD=ACE=BCF=CDG=DEF=BEG=AFG
ACD=ADE=BDG=BCH=CEG=DEH=AGH
BCD=ABF=ADG=ACH=CPG=DFH=BGH

ANEXO F - Estrutura dos efeitos confundidos do planeamento fatorial fracionado $2_{IV}^{(12-7)}$

(Fonte: MINITAB 16)

Entre Fatores e Interações de 3ª ordem

A = BDH = BEJ = BKL = CDG = CEF = CKM = DEM = DFK = EGK = FGM = FHL = GJL = HJM
 B = ADH = AEJ = AKL = CFJ = CGH = CLM = DFL = DJM = EGL = EHM = FHK = GJK
 C = ADG = AEF = AKM = BFJ = BGH = BLM = DEK = DFM = DJL = EGM = EHL = FGK = HJK
 D = ABH = ACG = AEM = AFK = BFL = BJM = CEK = CFM = CJL = EFG = EHJ = GKM = HKL
 E = ABJ = ACF = ADM = AGK = BGL = BHM = CDK = CGM = CHL = DFG = DHJ = FKM = JKL
 F = ACE = ADK = AGM = AHL = BCJ = BDL = BHK = CDM = CGK = DEG = EKM = GHJ = JLM
 G = ACD = AEK = AFM = AJL = BCH = BEL = BJK = CEM = CFK = DEF = DKM = FHJ = HLM
 H = ABD = AFL = AJM = BCG = BEM = BFK = CEL = CJK = DEJ = DKL = FGJ = GLM
 J = ABE = AGL = AHM = BCF = BDM = BGK = CDL = CHK = DEH = EKL = FGH = FLM
 K = ABL = ACM = ADF = AEG = BFH = BGJ = CDE = CFG = CHJ = DGM = DHL = EFM = EKL
 L = ABK = AFH = AGJ = BCM = BDF = BEG = CDJ = CEH = DHK = EJK = FJM = GHM
 M = ACK = ADE = AFG = AHJ = BCL = BDJ = BEH = CDF = CEG = DGK = EFK = FJL = GHL

Entre Interações de 2ª ordem

AB = DH = EJ = KL
 AC = DG = EF = KM
 AD = BH = CG = EM = FK
 AE = BJ = CF = DM = GK
 AF = CE = DK = GM = HL
 AG = CD = EK = FM = JL
 AH = BD = FL = JM
 AJ = BE = GL = HM
 AK = BL = CM = DF = EG
 AL = BK = FH = GJ
 AM = CK = DE = FG = HJ
 BC = FJ = GH = LM
 BF = CJ = DL = HK
 BG = CH = EL = JK
 BM = CL = DJ = EH

Entre Interações de 3ª ordem

ABC = AFJ = AGH = ALM = BDG = BEF = BKM = CDH = CEJ = CKL = DEL = DJK = EHK = FGL = FHM = GJM = HJL
 ABF = ACJ = ADL = AHK = BCE = BDK = BGM = BHL = CGL = CHM = DFH = DGJ = EFJ = EGH = ELM = FKL = JKM
 ABG = ACH = AEL = AJK = BCD = BEK = BFM = BJL = CFL = CJM = DFJ = DGH = DLM = EFH = EGJ = GKL = HKM
 ABM = ACL = ADJ = AEH = BCK = BDE = BFG = BHJ = CFH = CGJ = DGL = DHM = EFL = EJM = FJK = GHK = KLM