

**UNIVERSIDADE DO ESTADO DO AMAZONAS – UEA**  
**ESCOLA SUPERIOR DE TECNOLOGIA – EST**  
**CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA**

**ALLAN EVERTON MOREIRA DÁCIO**

**ANÁLISE EXPERIMENTAL DE UM SISTEMA DE DESTILAÇÃO CONTÍNUA**  
**UTILIZANDO UMA PLANTA PILOTO MODELO DT-QI005**

MANAUS

2019

**ALLAN EVERTON MOREIRA DÁCIO**

**ANÁLISE EXPERIMENTAL DE UM SISTEMA DE DESTILAÇÃO  
CONTÍNUA UTILIZANDO UMA PLANTA PILOTO MODELO DT-  
QI005**

**Monografia apresentada ao Curso de Graduação  
em Engenharia Química da Escola Superior de  
Tecnologia da Universidade do Estado do  
Amazonas, para obtenção do título de Bacharel  
em Engenharia Química.**

Orientador: Prof. Dr. Jefferson Luiz Grangeiro da Silva

Coorientadora: Profa. Dra. Dania Del Toro Alvarez

MANAUS

2019

**ALLAN EVERTON MOREIRA DÁCIO**

**ANÁLISE EXPERIMENTAL DE UM SISTEMA DE DESTILAÇÃO  
CONTÍNUA UTILIZANDO UMA PLANTA PILOTO MODELO DT-  
QI005**

**Monografia de Conclusão de Curso para obtenção do título de Engenheiro, Habilitação  
em Engenharia Química – Escola Superior de Tecnologia, Universidade do Estado do  
Amazonas**

**Banca Examinadora:**

.....  
**Prof. Dr. Jefferson Luiz Grangeiro da Silva – Orientador**

.....  
**Profa. MSc. Fátima Geisa Mendes Teixeira - ULBRA**

.....  
**Profa. Dra. Regina Yanako Moriya – UEA**

**Conceito:**

**Manaus, 10 de junho de 2019.**

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho à minha família que sempre foi minha inspiração e a todos que fizeram parte dessa trajetória. Em especial a minha mãe e ao meu pai (*In Memorium*) por dizerem que eu posso.

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, que sempre foi o meu porto seguro e sempre me sustentou ao longa dessa trajetória. Obrigado por nunca me abandonar mesmo quando eu em inúmeras vezes lhe virei as costas. Muito obrigado mesmo!

Aos meus pais Graciney Dácio e Assis Dácio (*In Memorium*), que me ajudaram imensamente desde o princípio dessa jornada, me entenderam nos momentos difíceis e de desespero, sem eles esse trabalho não teria sido possível. Obrigado mãe por lá no início, quando eu não acreditei, dizer que eu era capaz e que conseguiria... Hoje se eu consegui é pela senhora, nós conseguimos!

Aos meus irmãos Adrienne Dácio, Chrystianne Dácio e Assis Dácio Jr. por todo apoio nos momentos de dificuldade. Em especial a minha irmã Chrystianne Dácio que mesmo morando longe sempre foi uma irmã muito presente em todas as minhas escolhas. Essa vitória também é sua!

Aos meus sobrinhos Glauber Luís e Laura Sophya que mesmo ainda pequenos são uma parte fundamental da minha vitória.

Agradeço ao meu cunhado Saulo Brandão por toda a ajuda e paciência no decorrer dos anos.

A minha prima Jeana Dácio que sempre acreditou em mim nos momentos que eu mesmo não acreditava, obrigado por todo o seu amor. Você é uma das melhores primas que a vida me deu.

Aos meus amiguinhos que espero levar para sempre no meu coração: Anne Borges, Letícia Sako e Ricardo Gil. Obrigado por todo conhecimento compartilhado, por todas às vezes que tomamos os cafés da vida juntos. Obrigado por sempre estarem tão presentes na minha vida nos momentos de tristeza, cada um de vocês tem um espaço particular no meu coração. Amo vocês!

A minha grande amiga e Engenheira Química Andressa Ferreira por todo o aprendizado e paciência, você sem dúvida marcou a minha vida de uma forma que jamais irei esquecer, tudo o que eu conquistei até agora, foi graças a você. Meu muito obrigado!

Aos meus grandes amiguinhos Marinélio Gomes, Mariane Martins, Rayanne Araújo e Tainá Pimentel por toda a amizade ao longo de anos, vocês sempre serão os meus primeiros amigos que a engenharia química me deu, sem vocês essa realidade não seria a mesma.

Ao meu grande amigo Paulo Henrique por toda ajuda nas realizações dos experimentos e por toda paciência nos ensinamentos ao longo dos anos. Você é das pessoas mais boas que eu conheci na faculdade. Muito obrigado por toda a ajuda!

Aos amigos que a UEA me deu e espero levar para a vida toda: Miguel Arcanjo, Sandryelle Plácido, Luana Maquiné, Rayssa, Roseane, Tainara, Hector, Dayana, Gabriely, Letícia Gomes, Larissa, Matheus, Victor, Lucas, Ronaldo, Meire, Newton, Aracille, Vinícius, Peterson, Alexsávio, André, Luis, Luciana, David, Pedro, Amanda e Daniel, obrigado por todo companheirismo, vocês foram essenciais.

Ao meu orientador Dr. Jefferson Grangeiro que foi uma das partes fundamentais para que esse trabalho fosse concluído.

A minha coorientadora Dra. Dania Del Toro por ser uma das melhores professoras que tive oportunidade de trabalhar ao longo dos anos. Irei levar seus ensinamentos para sempre comigo. Muito obrigado!

A todos aos meus familiares e a Universidade do Estado do Amazonas – UEA por todo suporte durante todos os anos, tanto estrutura física quanto corpo docente.

*“Espaço e tempo, na verdade, são faces da mesma moeda. O jeito que o tempo passa para você pode ser diferente do jeito que ele passa para mim”.*

*(Autor desconhecido)*

## RESUMO

No setor industrial, a destilação é uma das técnicas mais utilizadas para a separação dos constituintes químicos de uma mistura líquida. A sua aplicação vai desde as áreas de petroquímica, de biocombustíveis até as áreas afins das indústrias químicas em geral. Atualmente no Laboratório de Engenharia Química da Escola Superior de Tecnologia da Universidade do Estado do Amazonas, há uma planta de destilação em escala piloto que opera tanto em batelada quanto de forma contínua, e podem ser destiladas misturas submetidas à pressão atmosférica ou a vácuo. Para o desenvolvimento do trabalho foi aplicado um planejamento experimental  $2^3$  considerando como variáveis de operação a pressão de operação, a potência fornecida a caldeira e a taxa de refluxo. Com o planejamento experimental foi possível observar que para a composição do destilado a melhor resposta encontrada foi de 0,4714 e para a quantidade de destilado o melhor valor encontrado foi de  $0,0022 \text{ kmol.h}^{-1}$ , para a composição do resíduo o melhor valor encontrado foi de 0,0580 e para a quantidade de resíduo a melhor resposta encontrada foi de  $0,0078 \text{ kmol.h}^{-1}$ . O presente estudo também analisou o efeito da pressão de operação na destilação contínua e ainda permitiu obter a melhor combinação de fatores que maximizassem os efeitos da composição e a quantidade de destilado e ao mesmo tempo minimizassem os efeitos da composição e a quantidade de resíduo.

Palavras-chave: Destilação contínua. Planta piloto. Planejamento estatístico.



## ABSTRACT

In the industrial sector, distillation is one of the most widely used techniques for separating the chemical constituents of a liquid mixture. Its application ranges from petrochemicals, biofuels to related areas of the chemical industry in general. Currently in the Laboratory of Chemical Engineering of the Superior School of Technology of the State University of Amazonas, there is a pilot scale distillation plant that operates both in batch and continuous, and can be distilled mixtures submitted to atmospheric pressure or vacuum. For the development of the work, an experimental design was applied  $2^3$  considering operating variables, the operating pressure, the power supplied to the boiler and the reflux rate. With the experimental design it was possible to observe that for the distillate composition the best response was 0.4714 and for the amount of distillate the best value was  $0.0022 \text{ kmol.h}^{-1}$  for the best residue composition value was 0.0580 and for the amount of residue the best response was  $0.0078 \text{ kmol.h}^{-1}$ . The present study also analyzed the effect of operating pressure on continuous distillation and also allowed to obtain the best combination of factors that maximize the effects of the composition and the amount of distillate and at the same time minimize the effects of the composition and the amount of residue.

Key words: Continuous distillation. Pilot plant. Statistical planning.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de um sistema multicomponente no ELV.....	20
Figura 2- Diagrama de um sistema P-xy.....	23
Figura 3 - Diagrama de um sistema T-xy.....	23
Figura 4- Diagrama esquemático de destilação em batelada ou descontínua simples.....	26
Figura 5- Diagrama de destilação em batelada ou diferencial fracionada.....	27
Figura 6 - Diagrama esquemático de destilação contínua de equilíbrio ou destilação flash.....	28
Figura 7 - Diagrama esquemático de destilação contínua fracionada.....	29
Figura 8 - Colunas com pratos valvulados (A) e com pratos com borbulhadores (B).....	31
Figura 9 - Colunas com pratos perfurados.....	32
Figura 10 - Recheios Estruturados.....	33
Figura 11- Recheios Randômicos (Aleatórios).....	33
Figura 12- Planta Piloto de Destilação Contínua.....	35
Figura 13- Diagrama de McCabe-Thiele.....	36
Figura 14 - Planta destilação contínua em escala piloto.....	38
Figura 15 - Curva de Calibração da mistura Etanol-Água.....	47
Figura 16 - Gráfico de Cubo para $x_D$ .....	48
Figura 17 – Gráfico de Pareto dos Efeitos para $x_D$ .....	48
Figura 18 - Gráfico Normal dos Efeitos para $x_D$ .....	49
Figura 19 - Gráfico de Interações para $x_D$ .....	50
Figura 20 - Dados para o ponto ótimo para a determinação de $x_D$ .....	50
Figura 21 - Gráfico de Cubo para D.....	51
Figura 22 - Gráfico de Pareto dos Efeitos para D.....	52
Figura 23 - Gráfico Normal dos Efeitos para D.....	52
Figura 24 - Gráfico de Interações para D.....	54
Figura 25 - Dados para o ponto ótimo para a determinação de D.....	54
Figura 26 - Gráfico de Cubo para $x_W$ .....	55
Figura 27 - Gráfico de Pareto dos Efeitos para $x_W$ .....	55
Figura 28 - Gráfico Normal dos Efeitos para $x_W$ .....	56
Figura 29 - Gráfico dos Efeitos Principais para $x_W$ .....	56
Figura 30 - Dados para o ponto ótimo para determinação do $x_W$ .....	57

Figura 31 - Gráfico de Cubo para W.....	58
Figura 32 - Gráfico de Pareto dos Efeitos para W.....	58
Figura 33 - Gráfico Normal dos Efeitos para W.....	59
Figura 34 - Dados para o ponto ótimo para determinação do W.....	60
Figura 35 - Dados para o ponto ótimo para determinação de W, $x_w$ , D, $x_D$ .....	60
Figura 36 - Diagrama de fase (x,y) vs. (T) e pressão de 1,01 bar de uma mistura etanol água.....	61
Figura 37 - Diagrama de fase (x,y) vs. (T) e pressão de 0,60 bar de uma mistura etanol água.....	62
Figura 38 - Diagrama de fase (x,y) vs. (T) e pressão de 0,805 bar de uma mistura etanol-água.....	62
Figura 39 - Efeito da Pressão no Diagrama de fase (x,y) vs. (T) e pressões de 1,01 bar, 0,805 bar e 0,60 bar de uma mistura etanol-água.....	63

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Constantes de Antoine para água e etanol (pressão em kPa).....	22
Tabela 2 - Matriz de planejamento fatorial $2^3$ dos diferentes fatores analisados.....	44
Tabela 3 - Matriz experimental com três repetições no ponto central.....	45
Tabela 4 - Dados da curva de calibração da mistura Etanol-Água.....	46
Tabela 5 - Efeito da pressão nos teste de 1,01 e 0,60 bar.....	63
Tabela 6 - Efeito da pressão nos teste de 1,01 e 0,60 bar.....	64
Tabela 7 - Resultados do planejamento experimental $2^3$ utilizando a planta de destilação..	71
Tabela 8 - Dados do equilíbrio líquido-vapor para a pressão de 1,01 bar.....	72
Tabela 9 - Dados do equilíbrio líquido-vapor para a pressão de 0,805 bar.....	72
Tabela 10 - Dados do equilíbrio líquido-vapor para a pressão de 0,60 bar.....	73

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

$A_i$	Constante de Antoine
$B_i$	Constante de Antoine
$C_i$	Constante de Antoine
$C_1$	Concentração final de etanol
$C_2$	Concentração inicial de etanol
$C$	Número de componentes do sistema
$C_1$	Caldeira de fundo da planta piloto
$D$	Corrente de destilado ( $\text{kmol.h}^{-1}$ )
$D_1$	Tanque de alimentação da planta piloto
$D_2$	Tanque de coleta do destilado da planta piloto
$D_3$	Tanque de coleta de produto
$E_1$	Cabeça de refluxo da planta de destilação
$E_2$	Trocadores de calor tubo e tubo da planta piloto
$E_3$	Trocadores de calor tubo e tubo da planta piloto
$E_4$	Trocadores de calor tubo e tubo da planta piloto
$EV_1$	Válvula solenoide da planta piloto
$F$	Número de graus de liberdade
$F$	Corrente de alimentação ( $\text{kmol.h}^{-1}$ )
$FI_1$	Rotâmetro de área variável da planta piloto
$G$	Energia de Gibbs
$G_1$	Bomba de alimentação da planta piloto
$J_1$	Aquecedor elétrico da planta de alimentação
$L$	Corrente de refluxo ( $\text{kmol.h}^{-1}$ )
$P$	Número de fases que coexistem em um determinado sistema
$P$	Pressão
$P^{\text{sat}}$	Pressão de saturação
$PI_1$	Medidor de vácuo da planta piloto
$T$	Temperatura
$T_b$	Temperatura do ponto de ebulição da mistura de alimentação ( $^{\circ}\text{C}$ )
$T_r$	Temperatura do ponto de orvalho da mistura de alimentação ( $^{\circ}\text{C}$ )
UEA	Universidade do Estado do Amazonas
$V$	Corrente de vapor ( $\text{kmol.h}^{-1}$ )
$V_1$	Volume final esperada da solução
$V_1$	Volume final esperado de etanol

$W$	Corrente de resíduo ( $\text{kmol.h}^{-1}$ )
$x_D$	Fração molar da fase líquida do destilado
$x_i$	Fração molar da fase líquida
$x_f$	Fração molar da fase líquida da corrente de alimentação
$x_w$	Fração molar da fase líquida do resíduo
$y_i$	Fração molar da fase vapor
$\gamma_i$	Coefficiente de atividade
$\mu_i$	Potencial químico
$\phi_i$	Coefficiente de fugacidade

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>16</b>
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>18</b>
2.1 EQUILÍBRIO DE FASES.....	18
2.1.1 Regra de Fases de Gibbs.....	18
2.1.2 Potencial Químico.....	18
2.1.3 Equilíbrio líquido-vapor (ELV).....	19
2.1.4 Diagramas do equilíbrio líquido-vapor.....	22
2.2 DESTILAÇÃO.....	24
2.2.1 Destilação Batelada ou Descontínua.....	25
2.2.2 Destilação Contínua.....	27
2.3 EQUIPAMENTOS DA DESTILAÇÃO.....	29
2.3.1 Refervedor.....	29
2.3.2 Condensador.....	30
2.3.3 Colunas de destilação.....	30
2.4 PLANTA PILOTO.....	34
2.5 MÉTODO DE MCCABE-THIELE.....	35
2.6 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	37
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>38</b>
3.1 CARACTERIZAÇÃO DO EQUIPAMENTO.....	38
3.2 METODOLOGIA.....	39
3.2.1 Materiais.....	39
3.2.2 Reagentes.....	40
3.2.3 Preparo da Solução.....	40
3.2.4 Procedimento Experimental Utilizando uma Planta de Destilação Contínua em Escala Piloto.....	41
3.2.5 Cálculo para a determinação da composição e vazão das variáveis de resposta.....	43
3.2.6 Matriz Experimental.....	44
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>46</b>
4.1 RESULTADOS PARA A DETERMINAÇÃO DA CURVA DE CALIBRAÇÃO.....	46
4.2 RESULTADOS DO PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL 2 <sup>3</sup> E ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	47

<b>4.2.1 Influência Estatística em <math>x_D</math></b> .....	47
<b>4.2.2 Influência Estatística em <math>D</math></b> .....	51
<b>4.2.3 Influência Estatística em <math>x_W</math></b> .....	54
<b>4.2.4 Influência Estatística em <math>W</math></b> .....	57
<b>4.3 INFLUÊNCIA DA PRESSÃO NO PROCESSO</b> .....	61
<b>5 CONCLUSÃO</b> .....	65
<b>6 PERSPECTIVAS</b> .....	66
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	67
<b>ANEXOS</b> .....	71
<b>ANEXOS 1</b> .....	71
<b>ANEXOS 2</b> .....	72



## 1 INTRODUÇÃO

A separação dos componentes de uma mistura para a obtenção de uma substância pura constitui em um problema fundamental das indústrias químicas, pois a grande maioria das plantas químicas visam a purificação da matéria-prima por meio de operações de transferência de massa, onde as substâncias obtidas podem ser utilizadas para a obtenção de novas misturas. A destilação é um exemplo de um processo de separação por evaporação e condensação do vapor que pode ser utilizada para a obtenção dos componentes puros de uma mistura. (BENADUCCI; MAZZETTO, 2014; OLIVEIRA, 2005)

A separação tem como base as diferentes afinidades que duas ou mais zonas no processo, que se diferenciam por estado físico, temperatura e pressão, apresentam entre si. Como existem afinidades entre as espécies de cada zona, o sistema se desloca para o equilíbrio ocasionando um estabelecimento das diferentes concentrações das espécies envolvidas em cada zona, dessa forma, resultando na separação das espécies químicas envolvidas no processo. (BENADUCCI; MAZZETTO, 2014)

No setor industrial, a destilação é uma das técnicas mais utilizadas para a separação dos constituintes químicos de uma mistura líquida, onde o mesmo tem grande aplicação nas áreas de petroquímica, de biocombustíveis e indústrias químicas em geral. Esse método tem como objetivo aquecer uma mistura líquida até que o componente com maior pressão de vapor evapore e seja separada da mistura principal, sendo subsequentemente condensando e armazenado em um reservatório de armazenamento. (BRASIL, 1993; KETZER, 2013)

As técnicas de destilação podem ser realizadas de forma tanto batelada, também conhecido como descontínua, como de forma contínua. No primeiro caso, o processo consiste na alimentação da carga da mistura em um reservatório à base do destilador que será aquecida, o vapor produzido será resfriado por um condensador, onde o destilado poderá retornar para a coluna, ou ser diretamente armazenada em um tanque para retirada. A destilação em batelada, pode ser dividida em dois tipos: batelada simples e batelada fracionada. No segundo caso, a vazão de alimentação é contínua, assim como a frações de destilados que são retiradas de forma contínua também do processo, dessa forma sendo bastante utilizada quando se precisa operar com grandes vazões. A destilação contínua, assim como a batelada, pode ser dividida em dois tipos: destilação flash ou contínua de equilíbrio e destilação fracionada. (BRASIL, 1993; SCHETTERT, 2012)

O problema científico do seguinte trabalho, consiste no entendimento do funcionamento de uma planta de destilação contínua em escala piloto visando fornecer dados de operação com

a intuito de se obterem informações do comportamento da planta ao se modificarem algumas variáveis do processo para serem empregadas nas aulas de laboratório da disciplina de Operações Unitárias para Engenharia Química III.

O presente trabalho tem como objetivo principal analisar experimentalmente um sistema binário (etanol-água) utilizando uma planta de destilação contínua em escala piloto, localizada no laboratório de Engenharia Química da Escola Superior de Tecnologia da Universidade do Estado do Amazonas.

Afim de se atingir o objetivo geral, os objetivos específicos são os seguintes:

- Avaliar estatisticamente o potencial de geração de destilado e de resíduo utilizando um planejamento experimental  $2^3$ ;
- Avaliar estatisticamente o composição de destilado e a do resíduo utilizando um planejamento experimental  $2^3$ ;
- Determinar a melhor combinação de fatores para a obtenção de melhores respostas;
- Avaliar o efeito da pressão na composição de destilado.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 EQUILÍBRIO DE FASES

#### 2.1.1 Regra de Fases de Gibbs

J.W. Gibbs estabeleceu, a partir de dados termodinâmicos, uma equação que permite determinar o número de fases que podem coexistir, em equilíbrio, em um determinado sistema. Essa equação é conhecida como regra de fases de Gibbs, onde a mesma é descrita da seguinte forma: (SMITH; HASHEMI, 2012)

$$P + F = C + 2 \quad (01)$$

Onde:

P= número de fases que coexistem em um determinado sistema;

C= número de componentes do sistema;

F= número de graus de liberdade.

A variável F da Equação 1 represente o número de graus de liberdade, ou seja, o número de variáveis (temperatura, pressão e composição) que podem ser alteradas de forma independente, sem que ocorra no sistema qualquer alteração da fase ou fases do sistema. A variável C, representa um elemento, composto ou um solução presente no sistema. (SMITH; HASHEMI, 2012)

#### 2.1.2 Potencial Químico

O potencial químico de um componente i ( $\mu_i$ ) é uma grandeza intensiva que em termos da energia de Gibbs (G) é definida como uma função das variáveis usualmente medidas: temperatura (T), pressão (P) e composição ou número de mols de cada componente ( $n_i$ ). Trata-se de uma propriedade parcial molar da energia livre de Gibbs. (OLIVEIRA, 2003)

$$\mu_i = \left( \frac{\partial G}{\partial n_i} \right)_{T,P,n_{j \neq i}} = G_i \quad (02)$$

A definição do potencial químico também pode ser encontrada pela diferenciação total da função  $G$ , justamente no termo que multiplica a variação do número de mols, de acordo com a equação a seguir: (OLIVEIRA, 2003)

$$dG = \left(\frac{\partial G}{\partial T}\right)_{P,n_i} dT + \left(\frac{\partial G}{\partial P}\right)_{T,n_i} dP + \sum \left(\frac{\partial G}{\partial n_i}\right)_{T,P,n_{j \neq i}} dn_i = -SdT + VdP + \sum \mu_i dn_i \quad (03)$$

A integração da Equação 03 a temperatura e pressão constantes, ou a partir do teorema de Euler, pois  $\mu_i$  é uma propriedade parcial molar da energia de Gibbs, obtém-se a seguinte propriedade aditiva: (OLIVEIRA, 2003)

$$G = \sum \mu_i n_i \quad (04)$$

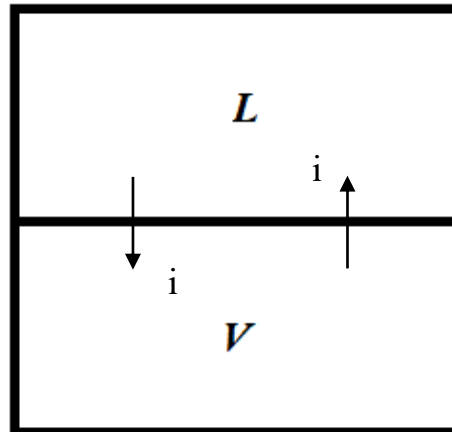
### 2.1.3 Equilíbrio líquido-vapor (ELV)

O equilíbrio líquido-vapor é um fenômeno que ocorre com todo o líquido quando mantido em um sistema fechado. No equilíbrio líquido-vapor (ELV), uma única fase líquida encontra-se em equilíbrio com o seu vapor e as composições das fases, líquida e vapor não sofrem variações e suas temperaturas e pressão são iguais. (MACIEL, 2012)

A grandeza fundamental para a descrição do equilíbrio de fases é o potencial químico  $\mu$ , o qual se relaciona com o equilíbrio químico da mesma maneira que a temperatura se relaciona com o equilíbrio térmico e a pressão com o equilíbrio mecânico. O equilíbrio químico entre as fases é caracterizado pela igualdade do potencial químico e a desigualdade de potencial químico implica um desequilíbrio químico. (NETZ; ORTEGA, 2008)

A Figura 1 apresenta um diagrama de um sistema multicomponente no equilíbrio líquido-vapor.

Figura 1-Diagrama de um sistema multicomponente no ELV.



Fonte: Netz; Ortega (2008).

Quando as condições de equilíbrio químico, temperatura e mecânicas são alcançadas, ocorre o equilíbrio de fases, onde para o equilíbrio líquido-vapor de uma mistura contendo um certo número de componentes, a fugacidade, temperatura e pressão de cada espécie devem ser iguais em ambas as fases. (NETZ; ORTEGA, 2008)

$$f^L = f^V$$

$$T^L = T^V \tag{05}$$

$$p^L = p^V$$

Onde:

$f_i$  = fugacidade da espécie  $i$ ;

$L$  = fase líquida;

$V$  = fase vapor.

Diversas formulações para o cálculo das composições de equilíbrio e fugacidades foram desenvolvidas a partir das condições de igualdade das fugacidades, temperatura e pressão para a ocorrência do equilíbrio químico. A formulação mais geral para o cálculo de equilíbrio líquido-vapor é chamada de formulação  $\gamma$ - $\phi$ , descrita pela seguinte relação: (SMITH; VAN NESS; ABBOTT, 2005)

$$y_i \phi_i P = x_i \gamma_i P_i^{Sat} \quad (06)$$

Onde:

$\phi_i$ : coeficiente de fugacidade;

$\gamma_i$ : coeficiente de atividade;

P: pressão;

$P^{Sat}$ : pressão de saturação;

$x_i$ : fração molar da fase líquida;

$y_i$ : fração molar da fase vapor.

O afastamento da idealidade das fases líquida e vapor pode ser entendido através dos coeficientes de atividade e fugacidade. O coeficiente de atividade assume o valor 1, quando a fase líquida é considerada como uma solução ideal, da mesma forma, quando coeficiente de fugacidade assumir o valor unitário, a fase gasosa também é considerada como ideal. (SILVA, 2015)

Quando as duas considerações de idealidade das fases gasosa e líquida são aplicadas à Equação 06 simultaneamente, implicam em uma importante relação para o cálculo de equilíbrio líquido-vapor de espécies químicas que formam misturas ideais. Essa relação é conhecida como a lei de Raoult: (SILVA, 2015)

$$y_i P = x_i P_i^{Sat} \quad (07)$$

A Equação 07 é aplicável somente a misturas com comportamento que seguem a idealidade, ou seja, misturas, onde a fase líquida é uma mistura ideal e a fase gasosa é um gás ideal. As duas simplificações utilizadas na equação faz com que ela seja aplicável apenas quando o sistema é composto por espécies quimicamente semelhantes sob condições de baixa pressão. (SILVA, 2015)

Caso a pressão de saturação das espécies não sejam conhecidas, faz-se necessário o uso de correlações empíricas para auxiliar no cálculo dessa propriedade. Uma expressão comumente utilizada para estimar a pressão de saturação de espécies químicas em uma determinada faixa de temperatura é dada pela equação abaixo. (GARCIA, 2005)

$$\ln P_i^{Sat} = A_i - \frac{B_i}{T + C_i} \quad (08)$$

A Equação 08 é chamada de equação de Antoine, onde  $A_i$ ,  $B_i$ , e  $C_i$  são constantes obtidas experimentalmente para diferentes espécie químicas. (GARCIA, 2005)

A Tabela 1 apresenta algumas constantes da equação de Antoine para à água e o etanol.

Tabela 1- Constantes de Antoine para água e etanol (pressão em kPa).

Substâncias	A	B	C	Temperatura mínima K	Temperatura máxima K
Água	16,2886	3816,44	-46,12	284	441
Etanol	16,5725	3626,55	-34,29	257	364

Fonte: Adaptado de Lobo, Ferreira, (2006).

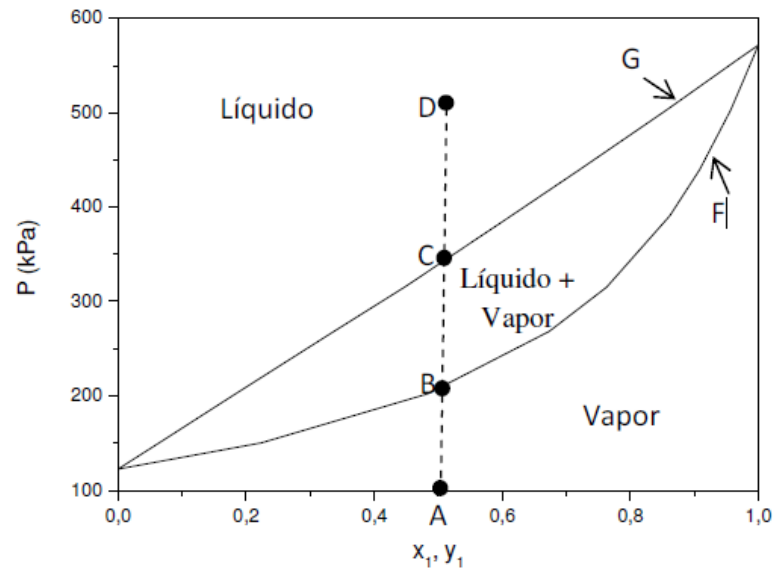
#### 2.1.4 Diagramas do equilíbrio líquido-vapor

A representação do equilíbrio líquido-vapor se dá por meio de diagramas que podem ser dos tipos: PT-xy, P-xy, T-xy, PT e de xy no caso mais simples onde o sistema é composto por dois componentes. (MACIEL,2012)

Em um diagrama PT-xy representa-se as regiões de equilíbrio para cada temperatura e pressão. Em um diagrama P-xy representa-se o comportamento de equilíbrio para uma determinada temperatura constante e os valores de pressão e composição de cada fase (líquida e vapor) são determinados por meio de uma dada composição inicial da mistura. (MACIEL, 2012)

A Figura 2 apresenta um diagrama de pressão (kPa) nos eixos das ordenadas e de composição ( $x_1$ - $y_1$ ) no eixo das abscissas.

Figura 2-Diagrama de um sistema P-xy.

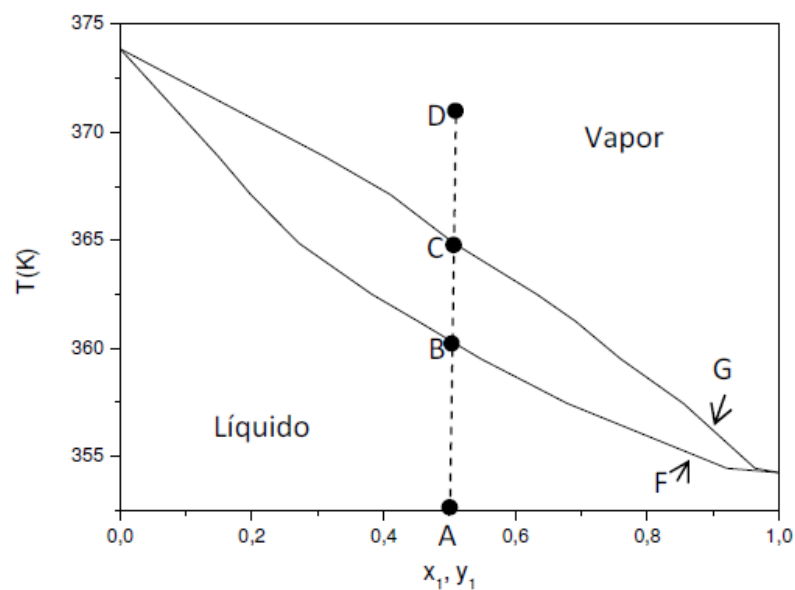


Fonte: Maciel (2012).

O diagrama T-xy representa o comportamento de equilíbrio a uma determinada pressão constante e os valores de temperatura e composição de cada fase são determinados por meio de dada composição inicial da mistura. (MACIEL,2012)

A Figura 3 apresenta um diagrama de temperatura (K) nos eixos das ordenadas e de composição ( $x_1$ - $y_1$ ) no eixo das abscissas.

Figura 3-Diagrama de um sistema T-xy.



Fonte: Maciel (2012).



O diagrama xy é um tipo de diagrama que é possível representar as concentrações de equilíbrio a uma determinada temperatura ou a uma determinada pressão. A partir do diagrama xy, torna-se possível observar a presença de azeótropo no sistema quando as concentrações nas fases vapor e líquida se igualam e ocorre uma inversão na curva de equilíbrio. (MACIEL,2012)

## 2.2 DESTILAÇÃO

O processo de destilação pode ser definido como uma operação unitária de separação baseado no fenômeno de equilíbrio líquido-vapor de misturas, onde a separação dos constituintes são funções das diferenças de volatilidades. Os compostos com pontos de ebulição mais baixos, ou seja, com maior volatilidade, seguido dos componentes menos voláteis constituem o fenômeno de fracionamento dos líquidos no processo de destilação. Dessa forma, quando uma mistura líquida composta de duas ou mais substâncias voláteis é aquecida até o ponto de ebulição, o vapor produzido se enriquece com o componente com maior volatilidade, enquanto que a concentração do líquido com maior ponto de ebulição em relação ao componente menos volátil aumenta gradativamente no balão de destilação. (SARTORI; BATISTA; SANTOS, 2009)

No processo de destilação, há transferência de massa do líquido para vapor e do vapor para o líquido, quando a fase vapor entra em contato com fase líquida e vice-versa. Tanto o vapor quando o líquido contêm, em geral, a mesma composição, porém em quantidades relativamente diferentes. O vapor se encontra em um ponto, conhecido como ponto de orvalho e o líquido em equilíbrio se encontra em seu ponto de borbulha. Há uma transferência simultânea de massa de líquido pela vaporização, e do vapor pela condensação, onde o efeito final do processo de destilação é o aumento da concentração do componente mais volátil no vapor e do componente menos volátil no líquido. (FOUST; WENZEL; CLUMP, 1982)

Segundo Treybal (1980) a operação de destilação é um função da distribuição da substâncias de um mistura entre as fases líquidas e vapor, aplicada a casos onde todos os componentes estão presentes em todas as fases. Ao invés de introduzir uma nova substância na mistura de maneira a promover a segunda fase, a nova fase é criada a partir da solução original por vaporização ou condensação.

A operação de destilação é frequentemente utilizada na indústria, devido ao processo ser facilmente encontrado em diversos setores. A destilação é utilizada na indústria petroquímica como um meio de obter diversos produtos que compõe este recurso, devido a sua

fácil operação, onde o custo é baixo, são utilizados para separar diversas misturas, porém quando os componentes apresentam pontos de ebulição próximos, esse processo torna-se pouco eficiente, e dessa forma, outras operações de separação são utilizadas, como a extração líquido-líquido, cujo o custo de operação é maior. (SOUZA; ALVAREZ, 2013; FOUST; WENZEL; CLUMP, 1982)

### **2.2.1 Destilação Batelada ou Descontínua**

A destilação em batelada consiste em um processo de separação, onde a mistura a ser destilada é depositada em um tanque na base do destilador, onde a mistura é aquecida até o seu ponto de ebulição. No seu ponto de ebulição inicia-se o processo de separação e a mistura é mantida em ebulição, enquanto que o destilado é continuamente removido como vapor e condensado em um produto líquido externamente ao destilador. Um aumento na temperatura de ebulição do líquido toma lugar, uma vez que o líquido remanescente enriquece-se com o componente menos volátil na medida em que o componente de menor ponto de borbulha é destilado até que a quantidade desejada de produto seja obtida. (MAYER, 2010)

O processo de destilação em batelada é vastamente utilizada em laboratórios, em indústrias e em pequenas unidades de produção e podem ser aplicados em várias misturas, devido ao processo permitir a separação de misturas em produtos de diferentes volatilidades. Essa operação unitária é uma tecnologia comum na recuperação de solventes, onde ajuda a lidar com os crescentes incentivos econômicos e regulamentações ambientais. (SKOURAS; SKOGESTAD; KIVA, 2005)

A destilação em batelada pode ser dividida em dois tipos, levando em função o número de estágios empregados, sendo eles: destilação batelada simples ou destilação batelada fracionada. (AZEVEDO; ALVES, 2013)

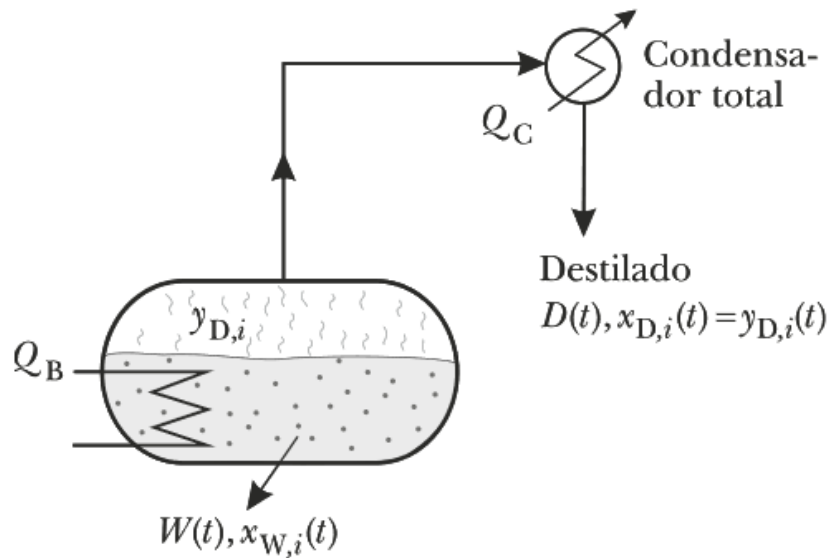
#### **2.2.1.1 Destilação Batelada ou Descontínua Simples**

No processo de destilação em batelada simples o destilador possui apenas um estágio, onde é possível obter um produto de concentração não muito elevado. Nesse processo de destilação a alimentação é carregada na base do destilador onde é aquecida e vaporizada, em seguida, o vapor formado (do componente menos volátil) é condensando e recolhido (destilado-D), enquanto que o líquido que permanece no bolão de destilação (componente menos volátil) constitui o resíduo (W). Por se tratar de um operação em batelada (descontínua), a carga de

alimentação, juntamente com o destilado e o resíduo representam quantidades em moles ou em quilo gramas, dessa forma, não sendo representadas em vazões. (AZEVEDO; ALVES, 2013)

A Figura 4 apresenta um exemplo de um diagrama de destilação em batelada simples.

Figura 4-Diagrama esquemático de destilação em batelada ou descontínua simples.



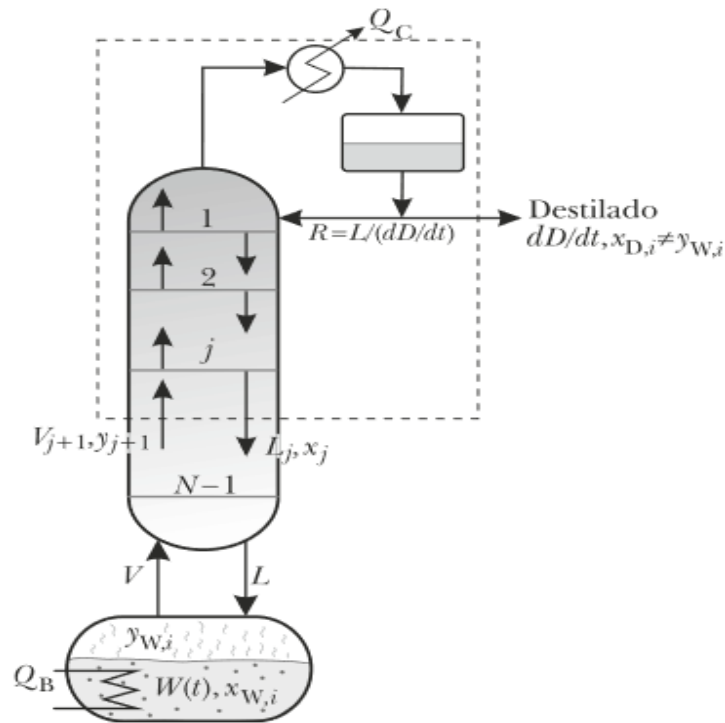
Fonte: Azevedo; Alves (2013).

#### 2.2.1.2 Destilação Batelada ou Descontínua Fracionada

A destilação batelada ou diferencial fracionada consiste de uma operação unitária que visa obter uma separação mais elevada do produto quando comparada com a destilação em batelada simples. Quando a composição da destilação em batelada simples não é desejada, é possível colocar sobre o refeedor uma coluna de destilação com vários estágios, onde parte do destilado retorna para a coluna, visando enriquecer o destilado através de sucessivas destilações simples, ou seja, com um número maior de estágios. (MAYER, 2010; AZEVEDO; ALVES, 2013)

A Figura 5 apresenta um modelo de destilação batelada fracionada.

Figura 5-Diagrama de destilação em batelada ou diferencial fracionada.



Fonte: Azevedo; Alves (2013).

## 2.2.2 Destilação Contínua

A operação unitária na qual a mistura líquida é sempre alimentada no processo e as frações são removidas sem parar, com formação ininterrupta do produto é conhecida como destilação contínua. A alimentação no processo de destilação contínua é usualmente pré-aquecida até certo grau, e ininterruptamente introduzida no aparato de destilação e separada em destilado e produto de fundo, onde ambos são removidos continuamente durante o processo. Teoricamente depois da vazão e a composição desses dois produtos se estabelecerem (entrarem em regime), eles não devem modificar durante o curso adicional da operação. (MAYER, 2010)

A destilação contínua pode ser dividida em função do número de estágios utilizados, sendo elas: destilação contínua de equilíbrio ou destilação flash e a destilação contínua fracionada. (MAYER, 2010)

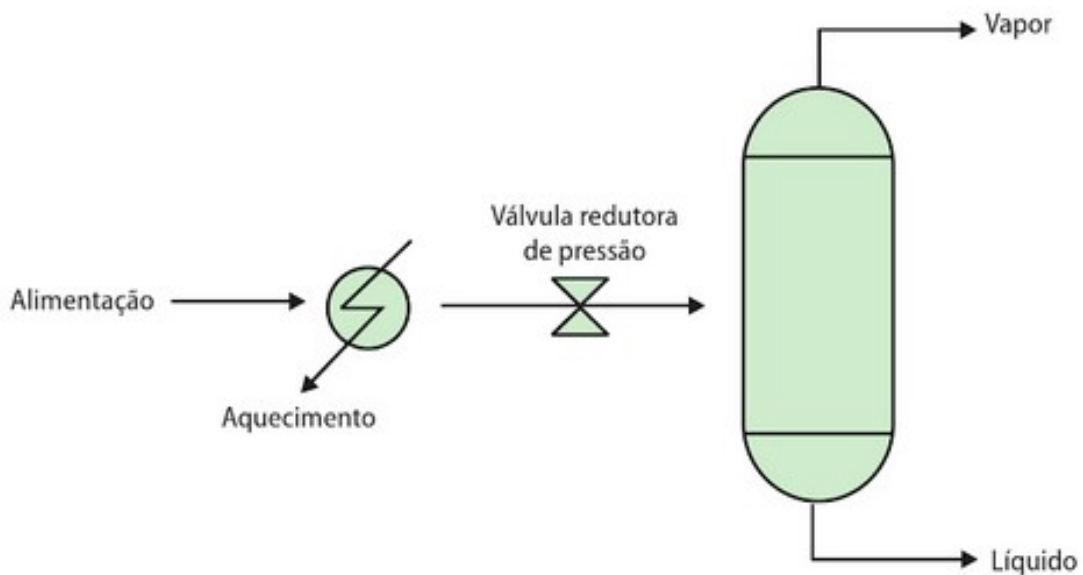
### 2.2.2.1 Destilação Contínua de Equilíbrio ou Destilação Flash

A destilação flash é uma operação de um único estágio no qual a mistura líquida é parcialmente vaporizada, o vapor entra em ebulição com o líquido no tanque e as fases são

separadas e removidas por diferentes tubulações. A destilação flash constitui em um processo mais simples de separação por destilação. Consiste na vaporização de uma fração definida da corrente de alimentação, de maneira que o vapor obtido no processo é separado e condensado, de forma que fique em equilíbrio termodinâmico com o líquido residual obtido. (BRITO, 2010)

A Figura 6 apresenta um diagrama esquemático de destilação flash.

Figura 6-Diagrama esquemático de destilação contínua de equilíbrio ou destilação flash.



Fonte: Gauto; Rosa (2013).

#### 2.2.2.2 Destilação Contínua Fracionada

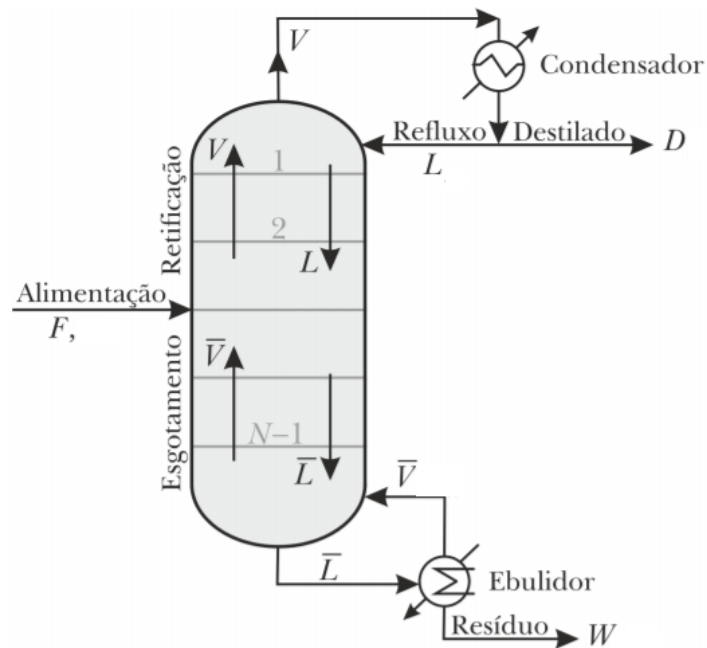
Destilação fracionada é uma operação unitária amplamente utilizada na indústria química. Esta operação unitária é também denominada fracionamento ou destilação fracionada, onde apresenta como objetivo principal a separação de compostos com volatilidades diferentes. Esse processo de separação é utilizado quando os componentes de uma mistura não possuem muita diferença entre os pontos de ebulição. (STRACKE; NUNES, 2017)

A destilação fracionada consiste na utilização de uma coluna de fracionamento colocada entre o balão de destilação e o conector do condensador. O efeito dessa coluna é proporcionar em uma única destilação uma série de micro destilações simples que ocorrem sucessivamente. Os vapores quentes sobem através da coluna arrastando consigo pequenas frações do componente menos volátil, no entanto, eles condensam e retornam de volta para baixo da coluna, arrastando consigo pequenas quantidades do componente mais voláteis. O condensado, ao ser encaminhado às partes mais quentes da coluna, é revaporizado, e os componentes mais

voláteis prosseguem coluna acima mais uma vez, e os vapores mais “pesados” (correspondentes ao componente menos volátil) acabam condensando e retornando novamente ao balão. (STRACKE; NUNES, 2017)

A Figura 7 apresenta um esquema de um aparato experimental de destilação fracionada.

Figura 7-Diagrama esquemático de destilação contínua fracionada.



Fonte: Azevedo; Alves (2013).

## 2.3 EQUIPAMENTOS DA DESTILAÇÃO

Em um sistema de destilação os principais equipamentos de instalação são o refeedor, o condensador, a coluna de destilação e a sua parte interna (recheios ou pratos). (SILVA, 2015)

### 2.3.1 Refervedor

Os refeedores consistem em trocadores de calor que apresentam como função vaporizar as substâncias, gerando como produto vapores para a separação. Esses equipamentos de troca térmica fornecem calor a corrente líquida proveniente da base da coluna, para em seguida, vaporizá-las. Nos processos de vaporização, o líquido oriundo da base ao ser aquecido, pode sofrer vaporização parcial ou total, no primeiro caso, o refeedor é chamado de refeedor total quando todo o líquido que vem da base da coluna é transformado em vapor, por outro lado,

quando somente parte do líquido é vaporizado, o refeedor é chamado de refeedor parcial, formando uma mistura de líquido e vapor, sendo geralmente considerado como um estágio ideal. (SILVA, 2015; GRANATO, 2016)

O vapores gerados por esses trocadores de calor que retornam para a base da coluna são comumente chamados de boilup. Dessa forma, assim como a vazão de alimentação, refluxo e vazão das correntes de produto são importantes para o processo, o boilup também constitui em um parâmetro importante para o ajuste do comportamento e perfil da coluna, sendo diretamente relacionado pela taxa de adição de calor ao refeedor. (LUYBEN, 1990; SILVA, 2015)

### **2.3.2 Condensador**

Equipamentos utilizados para resfriar o produto do topo de uma coluna de destilação, são os condensadores, onde os mesmos são trocadores de calor que tem a missão de condensar o vapor proveniente da ebulição de uma mistura em um sistema de destilação. A corrente quente de vapor passa pela coluna e perde calor para a corrente de fluido de resfriamento que passa por tubos internos no equipamento, em contrapartida, o fluido de resfriamento é aquecido, onde ele absorve calor da corrente de vapor até que o ela sofra condensação parcial ou total. (SILVA, 2015)

Esses trocadores de calor apresentam geralmente geometria tubular contendo certo números de tubos internos que são utilizados para a passagem do fluido de resfriamento que tem a tarefa de promover a transferência de calor e, em seguida, condensar a corrente quente. Fluidos, como a água e ar são comumente utilizados para resfriar a corrente de vapor, podendo ainda ser empregados outros fluidos de resfriamento, dependendo apenas das condições do processo. (SILVA, 2015)

### **2.3.3 Colunas de destilação**

Os dispositivos que permitem um contato entre as fases líquido-vapor nos processos de destilação são as colunas de retificação ou destilação, onde as mais utilizadas atualmente são os de pratos ou bandejas e de enchimento ou recheios. (SOUZA, 2012; FIGUEIREDO, 2008)

Os pratos podem ser descritos como dispositivos de contato onde cada estágio é separado um do outro, isto é, cada prato classifica-se como um estágio. Os pratos funcionam como se fossem mini colunas, onde em cada um é realizada uma parte da separação. A dispersão no gás no líquido é feita através da mistura entre o líquido e o vapor. Deduza-se então que

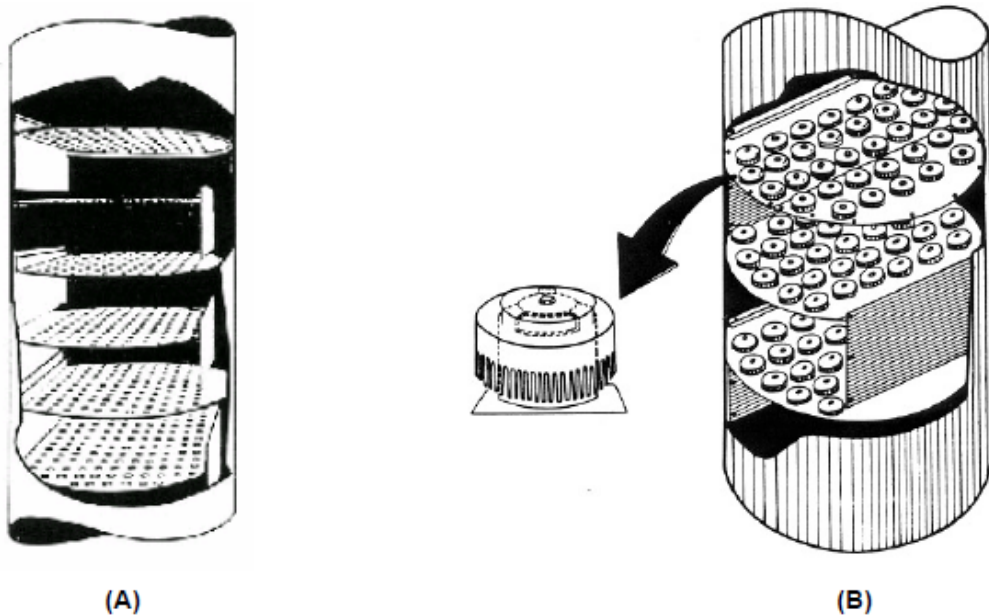
quanto maior a quantidade de pratos que uma coluna possuir, melhor é o grau de separação, dessa forma, a eficiência de separação é uma função do tipo e do número de pratos. (SOUZA, 2012; FIGUEIREDO, 2008)

As colunas de pratos são projetados de forma a maximizar o contato líquido-vapor, levando em consideração a distribuição do líquido e a distribuição do vapor no prato, pois quanto melhor o contato líquido-vapor, maior a eficiência no prato, significando um melhor desempenho da coluna. A escolha de pratos adequados, pode significar um menor número de pratos para o mesmo grau de separação pretendido, tendo a vantagem de reduzir os custos de funcionamento. (FIGUEIREDO, 2008)

Na literatura são apresentados diversos tipos de bandejas ou pratos que são classificados em função do seu princípio de funcionamento, onde cada dispositivo proporciona o contato entre o líquido e o vapor. Os pratos ou bandejas podem ser de três tipos: pratos perfurados, pratos com borbulhadores e pratos valvulados. (FAHIM, 2012)

As Figuras 8 e 9 apresentam os diferentes tipos de pratos ou bandejas.

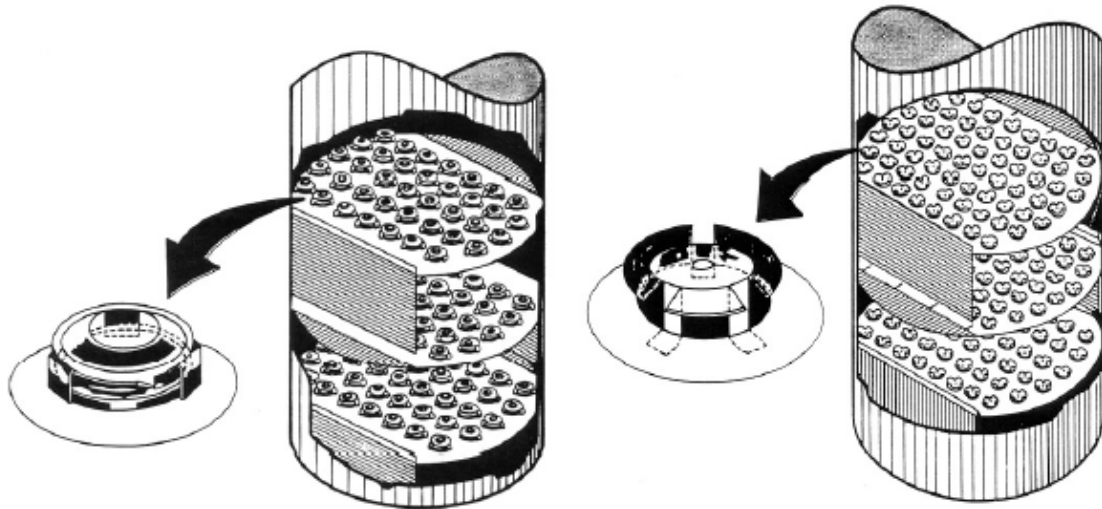
Figura 8-Colunas com pratos valvulados (A) e com pratos com borbulhadores (B).



Fonte: Fahim; Al-Sahhaaf (2012).



Figura 9-Colunas com pratos perfurados.



Fonte: Fahim; Al-Sahhaaf (2012).

As colunas de retificação podem ser compostas também por enchimentos ou recheios, que são dispositivos colocados no interior das colunas de destilação que mantêm um contato contínuo entre o vapor e o líquido em toda a extensão do leito recheado. Os enchimentos ou recheios apresentam o papel fundamental de aumentar a área interfacial do contato entre as fases líquido-vapor. Nas seções de recheios são onde ocorrem as transferências de calor e massa entre o líquido e o vapor. (SILVA, 2015; FAHIM; AL-SAHHAAF, 2012)

Quando as partículas do recheio são colocadas na coluna, elas tem um papel de promover um bom contato líquido-vapor, sem que causem um elevada queda de pressão, que impeça a ascensão do vapor ao longo da coluna, portanto, a eficiência de uma coluna recheada é um função do número de seções recheadas, o que obriga um redistribuição do líquido para garantir o máximo de área molhada do recheio. (SILVA, 2015; CADORE, 2011)

Um bom recheio deve possuir as seguintes características: (FILHO; RODRIGUES, 2003)

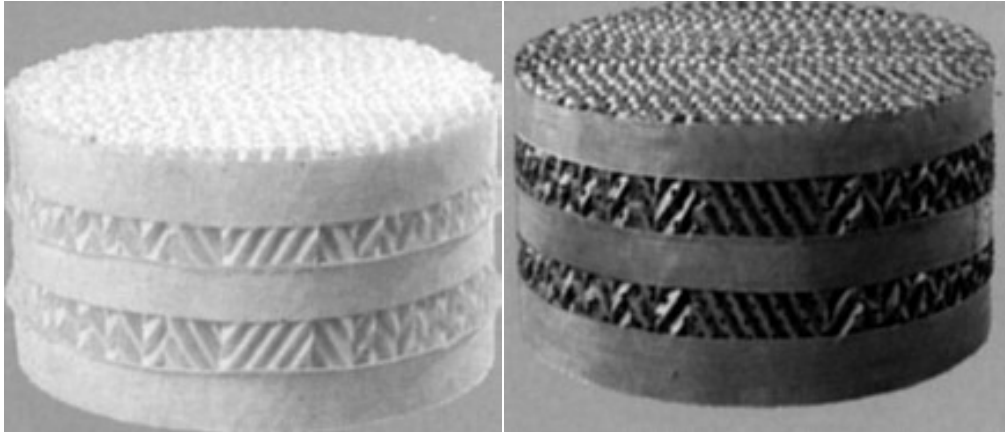
- Devem apresentar grande superfície de interface entre líquido e vapor;
- Os recheios devem ser quimicamente inertes para os fluidos processados;
- Os recheios devem possuir boa resistência mecânica, a fim de evitar quebras;
- Deve ser de baixo custo.

Os recheios podem ser de dois tipos, randômicos (aleatórios) ou estruturados. Os recheios aleatórios constituem-se de peças de diversas formas geométricas, das mais simples até as mais complexas, em forma de anéis lisos ou recortados, por outro lado, os recheios estruturados são montados em blocos no interior da coluna, formados por estrutura de chapas,

às vezes corrugadas e perfuradas, dobradas e montadas, encaixadas em diferentes formatos geométricos. (PRADA, 2012)

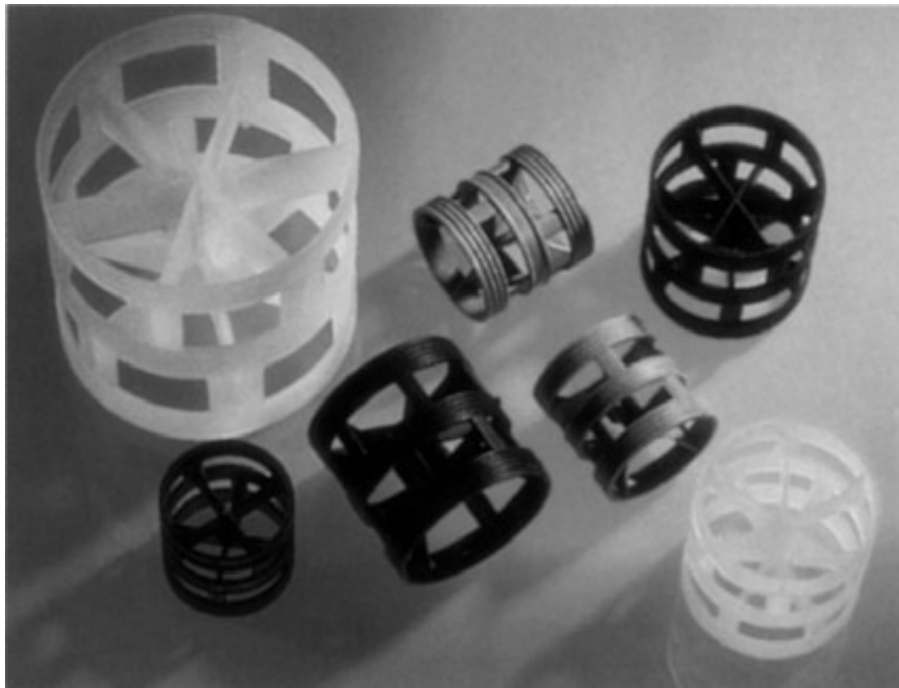
As Figuras 10 e 11 apresentam os recheios estruturados e randômicos.

Figura 10-Recheios Estruturados.



Fonte: Filho; Rodrigues (2003).

Figura 11-Recheios Randômicos (Aleatórios).



Fonte: Filho; Rodrigues (2003).

## 2.4 PLANTA PILOTO

A planta piloto pode ser definida como um processo químico em escala reduzida que tem como objetivo reunir dados e informações de operação de um sistema em estudo. Os equipamentos de planta piloto são utilizados no emprego de estudos de aperfeiçoamento de processos já existentes e também na investigação de novos processos. Esses equipamentos são utilizados para reduzir o risco da construção de plantas em tamanho industrial e o custo associado à implantação de uma planta industrial. (FAVARO, 2012; SHENEIDER; OLIVEIRA; BONASSA, 2015)

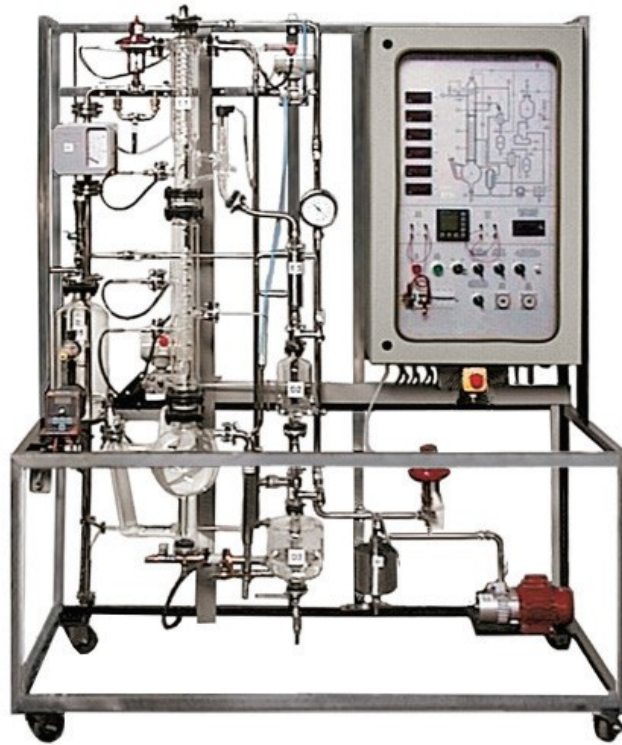
Uma planta piloto apresenta como vantagem para o estudo de uma operação é o fato que ela é capaz de reproduzir um processo industrial em escala menor, permitindo dessa forma, variações nas condições de operação sem que haja grande impacto econômico na indústria. (FAVARO, 2012; SHENEIDER; OLIVEIRA; BONASSA, 2015)

Um material adequado e confiável na construção de plantas piloto para destilações contínuas e em batelada é o vidro. O vidro oferece como principal vantagem a viabilização a visualização do processo hidrodinâmico dentro da coluna durante sua operação, como também este material pode ser produzido em vários formatos diferentes, como pérolas de vidro ou tubos com as pontas alongadas e mais finas. O vidro de borossilicato é o material mais empregado para a fabricação das colunas, pois é um material muito resistente a produtos químicos e suportam altas temperaturas, assim como, grandes variações. (KRELL, 1982)

A espessura de uma parede das colunas de uma planta piloto fornece ao equipamento suficiente resistência mecânica para o processo a ser empregado devido ao seu baixo coeficiente de expansão. O equipamento de planta piloto utilizam, na maioria das vezes, peças padrões, como por exemplo, tubos com encaixes, trocadores de calor, balões de fundo redondo, recipientes cilíndricos, pratos *bubble-cap* e componentes especiais, como controladores automáticos de refluxo e válvulas pneumáticas de vidro. (KRELL, 1982)

A Figura 12 apresenta um esquema de um equipamento de planta piloto.

Figura 12- Planta Piloto de Destilação Contínua.



Fonte: Didatech (2015).

## 2.5 MÉTODO DE MCCABE-THIELE

O método de McCabe-Thiele é um método gráfico e matemático para a determinação do número necessário de pratos e etapas teóricas para a separação de uma mistura binária, através de balanços de massa em partes da torre, se produz linhas de operação e uma curva de equilíbrio do sistema. O balanço de massa realizada para as diferentes seções é capaz de dar a linha de operação do sistema, esta linha traçada em um gráfico  $y$  vs  $x$  junto com a curva de equilíbrio possibilita a utilização do presente método. Este permite a determinação do número de pratos necessários para a separação da mistura e em qual prato a coluna deve ser alimentada. O método de McCabe-Thiele é mais utilizado quando a diferença de temperatura entre o topo e o fundo da coluna não é muito grande (menor que 50 °C). (TREYBAL, 1980; BISPO, 2013)

O método de McCabe-Thiele consiste em um método elaborado por Warren McCabe e Ernest Thiele em 1925, onde através desse método é possível combinar curvas de equilíbrio líquido-vapor com as linhas operatórias para estimar, em uma dada mistura binária e pressão de funcionamento da coluna, o número de equilíbrio e a razão de refluxo necessários para se atingir o grau de separação desejado. Esse método baseia-se na representação das equações de

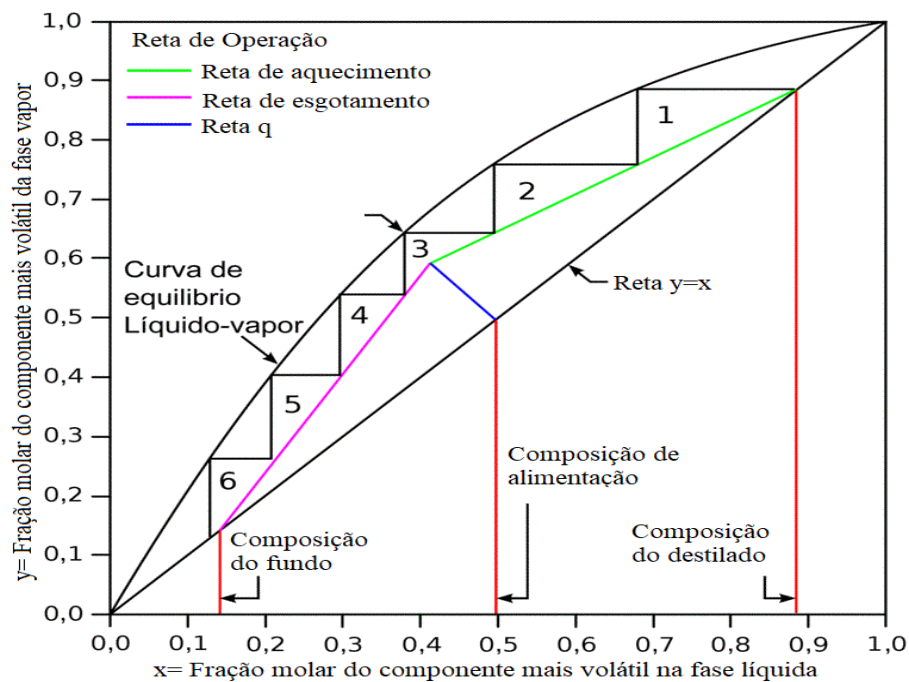
balanço material como linhas de operação em um diagrama  $y-x$ , onde  $y$  é a fração do componente na fase vapor e  $x$  a fração do mesmo componente na fase líquida. (FIGUEREIDO, 2008; MORIIZUMI, 2012; BISPO, 2013)

No método de McCabe-Thiele considera-se que a coluna de destilação opera em estado estacionário, em uma mesma pressão, onde o líquido e o vapor que estão saindo dos estágios apresentam-se em equilíbrio, dessa forma, um diagrama ou curva de equilíbrio (“ $x-y$ ”) constitui em uma das ferramentas básicas para o método de McCabe-Thiele, onde para sistemas binários a pressão constante, esses diagramas fornecem a fração do vapor em equilíbrio com um líquido e vice-versa. (MALAVAZI; MOTTA, 2014)

Os balanços de massa para componentes mais voláteis na seção superior da coluna (seção de retificação) e na seção inferior da coluna (seção de esgotamento) constituem em equações que governam o método de McCabe-Thiele, levando em consideração que as vazões do líquido e do vapor são constantes para cada seção. (MALAVAZI; MOTTA, 2014)

A Figura 13 apresenta um diagrama de McCabe-Thiele.

Figura 13-Diagrama de McCabe-Thiele.



Fonte: Faccioli (2013).

## 2.6 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

O planejamento experimental é uma ferramenta essencial no desenvolvimento de novos processos e no aprimoramento de processos em utilização. Um planejamento adequado permite, além do aprimoramento de processos, a redução da variabilidade de resultados, a redução de tempos de análise e dos custos envolvidos. (BUTTON, 2005)

A realização do planejamento fatorial, primeiramente deve-se definir os níveis de trabalho em que cada fator irá operar. Para que a análise da influência que um parâmetro de operação tem sobre uma variável de resposta é preciso que se realize uma variação nos níveis dos fatores e observar o comportamento do sistema através dos valores das variáveis de saída. Desta forma, para  $k$  variáveis a serem controladas, um planejamento completo de dois níveis, requer  $2^k$  de experimentos ímpares. A reunião de todas as variações possíveis dos níveis estabelecidos é o que determina a matriz de planejamento. (BRASIL, 2010)

A seguir, destacam-se alguns benefícios da utilização das técnicas estatísticas de planejamento experimental: (BUTTON, 2005)

- Redução do número de ensaios sem prejuízo da qualidade da informação;
- Estudo simultâneo de diversas variáveis, separando seus efeitos;
- Determinação da confiabilidade dos resultados;
- Realização da pesquisa em etapas, num processo iterativo de acréscimo de novos ensaios;
- Seleção das variáveis que influem num processo com número reduzido de ensaios;
- Representação do processo estudado através de expressões matemáticas; elaboração de conclusões a partir de resultados qualitativos.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção serão apresentados os materiais e métodos, assim como o equipamento que foi utilizado no desenvolvimento das etapas necessárias para a realização dos objetivos.

#### 3.1 CARACTERIZAÇÃO DO EQUIPAMENTO

No laboratório de Engenharia Química da Escola Superior de Tecnologia da Universidade do Estado do Amazonas, há uma planta de destilação contínua em escala piloto que foi utilizada para a realização dos experimentos do seguinte trabalho. Segundo o material do professor/estudante, a unidade de destilação é composta essencialmente por uma coluna *bubble-cup*, uma caldeira de fundo com resistor elétrico (J1), um condensador (E1) e uma bomba de alimentação (G1). (DIDATECH,2015)

A Figura 14 apresenta a planta de destilação contínua em escala piloto.

Figura 14- Planta destilação contínua em escala piloto.



Fonte: Própria (2019).

Conforme o manual do professor/estudante Didatech (2015), tem -se que o equipamento de destilação contínua em escala piloto é composto pelos seguintes itens, conforme a Figura 14:

- Estrutura de aço AISI 304 com rodízios;
- Tanque de alimentação de vidro borossilicato, código D<sub>1</sub>;
- Caldeira de fundo de vidro de borossilicato, código C<sub>1</sub>;
- Aquecedor elétrico com revestimento de quartzo, código J<sub>1</sub>;
- Coluna de destilação de vidro de borossilicato;
- Cabeça de refluxo e overhead condenser de vidro de borossilicato, código E<sub>1</sub>;
- Válvulas solenoides para controle da taxa de vidro de borossilicato, código EV<sub>1</sub>;
- Tanque de coleta de destilado feito de vidro de borossilicato, código D<sub>2</sub>;
- Fundo do tanque de coleta de produto feito de vidro de borossilicato, código D<sub>3</sub>;
- Trocadores de calor tubo e tubo feitos de aço inoxidável AISI 304, código E<sub>2</sub>, E<sub>3</sub> e E<sub>4</sub>;
- Bomba de alimentação com cabeça de teflon, 0,8 L/h a 7 bar, código G<sub>1</sub>;
- Medidor de vácuo feito de aço inoxidável AISI 304, 0 a 1 bar, código PI<sub>1</sub>;
- Rotâmetro de área variável em vidro e aço, faixa de 20 a 250 L/h, código FI<sub>1</sub>;
- 6 RTDs PT 100 duplos, carcaça de aço inoxidável AISI 316;
- 6 indicadores eletrônicos de temperatura;
- 2 temporizadores para controle da taxa de refluxo;
- Unidade tiristona para controle do aquecedor elétrico, J<sub>1</sub>;
- Armadilha feita de aço inoxidável AISI 304, código S<sub>1</sub>;
- Linhas de conexão e válvulas em aço inoxidável AISI 304 e 316.

## 3.2 METODOLOGIA

### 3.2.1 Materiais

1. Balão volumétrico de 1000 mL;
2. 5 Balões volumétricos de 10 mL;
3. Pipeta graduada de 10 mL;
4. Pipeta graduada de 1 mL;



5. Proveta de 1000 mL;
6. Refratômetro de bancada tipo Abbe.

### 3.2.2 Reagentes

1. Álcool Anidro 99 %;
2. Água destilada.

### 3.2.3 Preparo da Solução

O preparo da solução foi mediante o uso da equação das diluições, segundo a metodologia proposta por Burtins e Bruns (2016).

$$C_1V_1 = C_2V_2 \quad (09)$$

Onde:

$C_1$ = Concentração final de etanol;

$V_1$ = Volume final esperado da solução;

$C_2$ = Concentração inicial de etanol;

$V_2$ = Volume final esperado de etanol.

A solução para o experimento foi preparada mediante a Equação 9, onde o volume final desejado da solução foi de 1000 mL (1 L) de etanol-água a partir de álcool anidro 99 % e água destilada. O procedimento para a realização do cálculo para preparação da solução etanol-água a 30% (%v/v) está descrito a seguir: (BURTINS; BRUNS, 2016)

$$0,30 \times 1000 \text{ mL} = 0,99 \times V_2$$

$$300 \text{ mL} = 0,99 \times V_2$$

$$V_2 = 303,03 \text{ mL (volume de etanol)}$$

$$V_1 = 696,97 \text{ mL (volume de água)}$$

Com auxílio de uma proveta de 1000 mL e das pipetas de 10 mL e 1 mL, mediram-se o volume de etanol, e em seguida, o mesmo foi despejado no balão volumétrico de 1000 mL e completado com água destilado até atingir o volume total de 1 mL.

Ainda foram preparadas pequenas soluções com concentrações de 20, 40, 60 e 80 % (%v/v) de etanol em água para a construção da curva de calibração para a comprovação das concentrações do alimentado, destilado e resíduo. O procedimento do cálculo de preparo das soluções foi a mesma descrita no parágrafo anterior. Para a construção da curva de calibração, uma pequena alíquota das soluções preparadas foram lidas mediante o uso de um refratômetro de bancada tipo Abbe. (DIDATECH, 2015)

### **3.2.4 Procedimento Experimental Utilizando uma Planta de Destilação Contínua em Escala Piloto**

O ensaios experimentais de destilação contínua em escala piloto foram realizados mediante a metodologia proposta pelo manual professor/estudante da planta de destilação contínua localizada na Escola Superior de Tecnologia-UEA. O procedimento foi realizado à pressão atmosférica e pressão a vácuo utilizando uma solução etanol-água a 30%(%v,v). (DIDATECH,2015)

#### **3.2.4.1 Início do Procedimento à Pressão Atmosférica**

- Primeiramente fechou-se as válvulas V2, V3, V4, V6, V9, V15 e V16;
- Em seguida, abriu-se as válvulas V1, V5, V7, V8, V10, V11, V12, V13 e V14;
- Encheu-se o tanque D1 e a caldeira até que a mistura transbordasse para o tanque D3 com a mistura binária (água-etanol);
- Ligou-se o equipamento na tomada e inseriu-se o disjuntor ELCB;
- Ajustou-se a vazão da água de resfriamento a 150 L/h, operando-se a válvula V6;
- Colocou-se a chave do “controle de aquecimento” na posição 1;
- Em seguida, girou-se o potenciômetro da resistência elétrica no sentido horário até potência desejada;
- Deixou-se a coluna em refluxo total por cerca de 20 minutos para obtenção de valores estacionários de temperatura;

- Ligou-se a bomba dosadora G1, pressionando-se o botão START no teclado da bomba e ajustou-se a vazão a 0,2 L/h;
- Fixou-se o temporizador de início, “Start” e fixou-se o temporizador de parada, “Stop”;
- Colocou-se a chave de “controle de refluxo” na posição 1;

#### 3.2.4.2 Finalização do Procedimento à Pressão Atmosférica

- Primeiramente desligou-se o aquecedor J1;
- Em seguida, desligou-se a válvula de “controle de refluxo”;
- Desligou-se a bomba dosadora G1, pressionando-se o botão START no teclado da bomba;
- Após cerca de 2-3 minutos, fechou-se a entrada de água para o condensador (fechar a válvula V6);
- Esvaziou-se o tanque de destilado D2;
- Esvaziou-se o tanque de ebulição D3.

#### 3.2.4.3 Início do Procedimento a Pressão à Vácuo

- Primeiramente ligou-se a bomba à vácuo;
- Em seguida, fechou-se as válvulas V2, V3, V4, V6, V8, V14; V15 e V16;
- Abriu-se as válvulas V1, V5, V7, V10, V11, V12, V13;
- Encheu-se o tanque D1 e a caldeira até que a mistura transbordasse para o tanque D3 com a mistura binária (água-etanol);
- Ligou-se o equipamento na tomada e inseriu-se o disjuntor ELCB;
- Ajustou-se a vazão da água de resfriamento a 150 L/h, operando-se a válvula V6;
- Colocou-se a chave do “controle de aquecimento” na posição 1;
- Em seguida, girou-se o potenciômetro da resistência elétrica no sentido horário até potência desejada;
- Deixou-se a coluna em refluxo total por cerca de 20 minutos para obtenção de valores estacionários de temperatura;
- Ligou-se a bomba dosadora G1, pressionando-se o botão START no teclado da bomba e ajustou-se a vazão a 0,2 L/h;
- Fixou-se o temporizador de início, “Start” e fixou-se o temporizador de parada, “Stop”;

- Colocou-se a chave de “controle de refluxo” na posição 1;

#### 3.2.4.4 Finalização do Procedimento a Pressão à Vácuo

- Primeiramente desligou-se o aquecedor J1;
- Em seguida, desligou-se a válvula de “controle de refluxo”;
- Desligou-se a bomba dosadora G1, pressionando-se o botão START no teclado da bomba;
- Após cerca de 2-3 minutos, fechou-se a entrada de água para o condensador (fechou-se a válvula V6);
- Esvaziou-se o tanque de destilado D2;
- Esvaziou-se o tanque de ebulição D3.

#### 3.2.5 Cálculo para a determinação da composição e vazão das variáveis de resposta

Para a determinação dos valores de composição em fração molar foi necessário realizar a conversão dos valores lidos em frações mássicas em frações molares utilizando a Equação 10.

$$x_D = \frac{\frac{x_D}{46,07}}{\frac{x_D}{46,07} + \frac{1 - x_D}{18,01}} \quad (10)$$

Para a determinação dos valores de vazão molar de alimentação foi necessário primeiramente converter o valor da vazão da alimentação de L/h para kmol/h.

$$F = 0,20 \frac{\text{L}}{\text{h}} * 938,8 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} * \frac{1 \text{ m}^3}{1000 \text{ L}} \Rightarrow F = 0,18776 \frac{\text{kg}}{\text{h}}$$

$$MF = 0,094 * (46,07) + 0,906 * (18,01) = 20,647 \frac{\text{kg}}{\text{kmol}}$$

$$F = \frac{0,18776 \frac{\text{kg}}{\text{h}}}{20,647 \frac{\text{kg}}{\text{kmol}}} \Rightarrow F = 0,00909 \frac{\text{kmol}}{\text{h}}$$

Em seguida foram utilizadas equações de balanço de massa total e de componente para a determinação dos valores de vazão de destilado e de resíduo, mediante o uso das Equações 11 e 12.

$$F = D + W \quad (11)$$

$$Fz_f = Dx_D + Wx_w \quad (12)$$

### 3.2.6 Matriz Experimental

Uma matriz experimental foi criada para fazer os experimentos da planta piloto em estudo. Na Tabela 2 estão apresentados os fatores para o estudo do comportamento do sistema. O método aplicado neste trabalho é o planejamento fatorial, o qual avalia tanto o significado das variáveis do processo, como também as interações executáveis. Portanto, definiram-se quantas variáveis seriam estudadas e em seguida montou-se a matriz experimental, onde o número de experimentos é igual a  $2^k$ , sendo k o número de variáveis. Tais variáveis foram definidas como potência do refeedor, pressão da coluna e taxa de refluxo.

O planejamento experimental empregado foi de  $2^3$ , e mais 3 repetições no ponto central, totalizando 11 experimentos (Tabela 3). As variáveis de resposta desta matriz foram: concentração do destilado, quantidade de destilado, concentração e quantidade de resíduo. Através desse resultado, foi analisada a influência dos fatores nas variáveis de resposta, e a informação necessária para que se obtivesse o melhor resultado tendo em consideração todos os fatores de controle.

Tabela 2 – Matriz de planejamento fatorial  $2^3$  dos diferentes fatores analisados.

Fatores	Níveis	
	Baixo (-1)	Alto (+1)
Potência	700 W	800 W
Pressão	0,60 Bar	1,01 Bar
Refluxo	0,5	1

Fonte: Própria (2019).

Tabela 3 - Matriz experimental com três repetições no ponto central.

<b>Experimentos</b>	<b>Potência</b>	<b>Pressão</b>	<b>Refluxo</b>
<b>A</b>	+1	+1	+1
<b>B</b>	-1	-1	-1
<b>C</b>	+1	-1	-1
<b>D</b>	-1	+1	+1
<b>E</b>	+1	-1	+1
<b>F</b>	-1	+1	-1
<b>G</b>	-1	-1	+1
<b>H</b>	+1	+1	-1
<b>I</b>	0	0	0
<b>I</b>	0	0	0
<b>I</b>	0	0	0

Fonte: Própria (2019).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nessa seção serão apresentados os resultados e as discussões referentes a análise estatística dos ensaios experimentais utilizando a planta piloto de destilação contínua do Laboratório de Engenharia Química (LEQ) da Universidade do Estado do Amazonas-UEA.

A análise dos resultados obtidos para a pressão, potência e refluxo, tendo como resposta a fração molar do  $x_D$  e  $x_W$  e a vazão molar de D e W, foram realizadas através do método estatístico, utilizando-se o programa Minitab versão 18.0 de acordo com o planejamento experimental  $2^3$  com três repetições no ponto central. A Tabela 7 referente a todos os resultados coletados durante os experimentos apresenta-se em anexo ao final do trabalho.

Para todos os experimentos foi utilizado uma vazão de alimentação de  $0,2 \text{ L.h}^{-1}$ , uma vazão de água no condensador de  $150 \text{ L.h}^{-1}$  e uma tempo total de operação de 150 minutos.

### 4.1 RESULTADOS PARA A DETERMINAÇÃO DA CURVA DE CALIBRAÇÃO

Os dados referentes as análises realizadas para a construção do curva de calibração estão apresentadas na Tabela 4:

Tabela 4 – Dados da curva de calibração da mistura Etanol-Água.

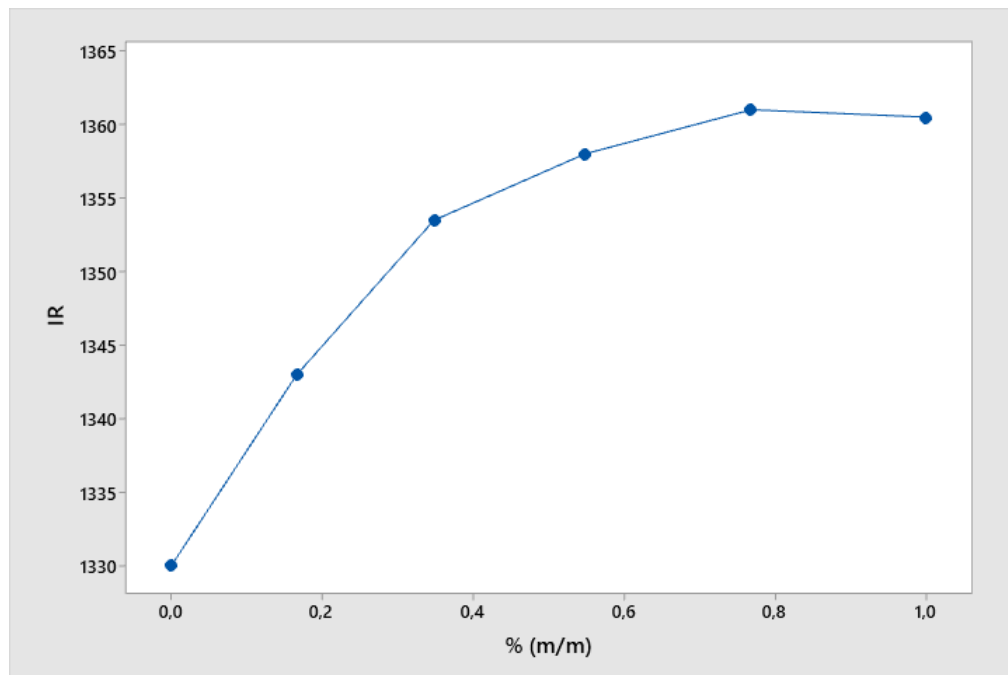
% (m/m)	IR
0	1.330
0,1665	1.343
0,3485	1.353,50
0,5483	1.358
0,7686	1.361
1	1.360,50

\*IR=Índice de Refração.

Fonte: Própria (2019).

A Figura 15 apresenta a curva de calibração para a mistura Etanol-Água, onde a mesma foi utilizada para a determinação da fração molar da mistura de alimentação, do resíduo e do destilado, referentes a cada um dos ensaios realizados.

Figura 15 – Curva de Calibração da mistura Etanol-Água.



Fonte: Própria (2019).

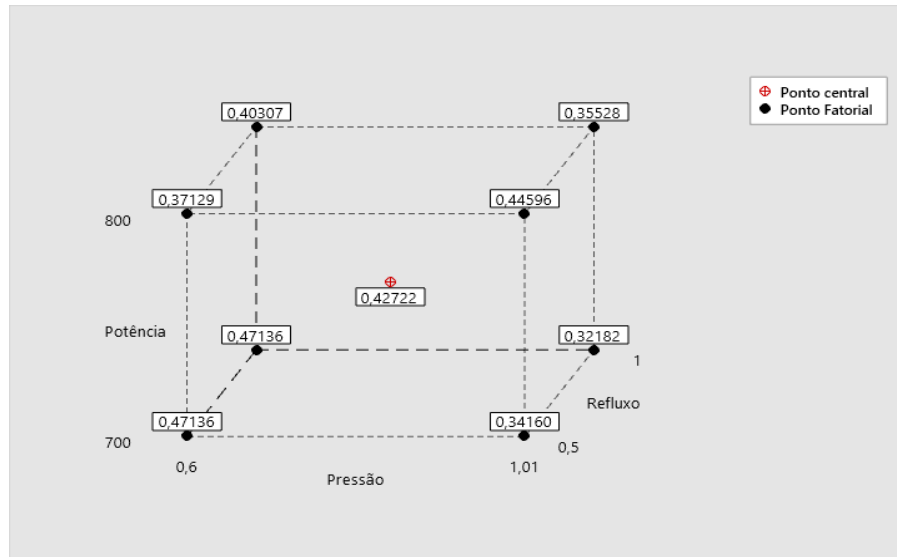
## 4.2 RESULTADOS DO PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL $2^3$ E ANÁLISE ESTATÍSTICA

### 4.2.1 Influência Estatística em $x_D$

A Figura 16 apresenta um gráfico de cubo do planejamento experimental em relação aos fatores independentes e a variável de resposta  $x_D$ . É possível observar em cada vértice do cubo os valores da composição do destilado resultantes da análise experimental, onde os mesmos foram determinados mediante a leitura do índice de refração no refratômetro e em seguida, pelo curva de calibração.



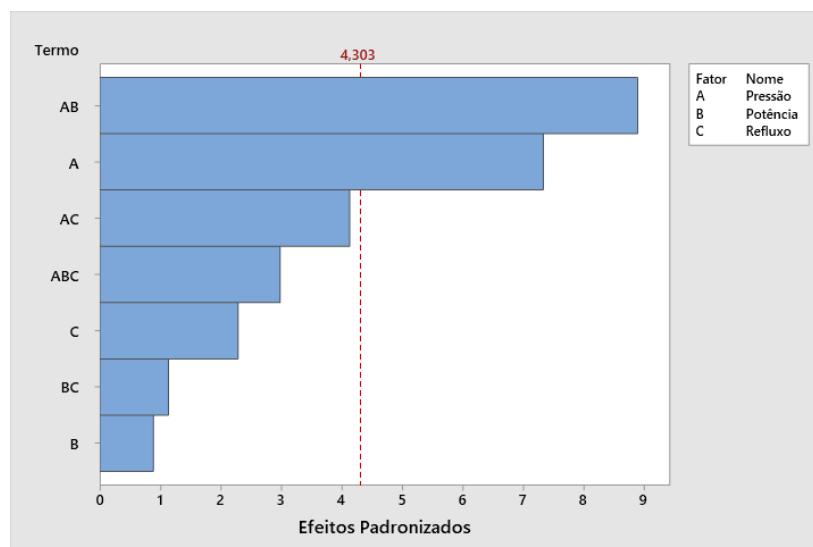
Figura 16 - Gráfico de Cubo para  $x_D$ .



Fonte: Própria (2019).

O Figura 17 apresenta o gráfico de Pareto, uma das formas de se avaliar visualmente a influência dos fatores estudados na resposta. A magnitude dos efeitos é representada pelas colunas, enquanto que a linha transversal à coluna representa a magnitude dos efeitos com significância estatística para  $\alpha = 0,05$ , ou seja, os fatores que são estatisticamente significativos a nível de 95 % de confiança. Mediante a essa análise, é possível observar que o fator pressão e a interação pressão/potência foram as que apresentaram maiores influências dentro do modelo estudado.

Figura 17 - Gráfico de Pareto dos Efeitos para  $x_D$ .

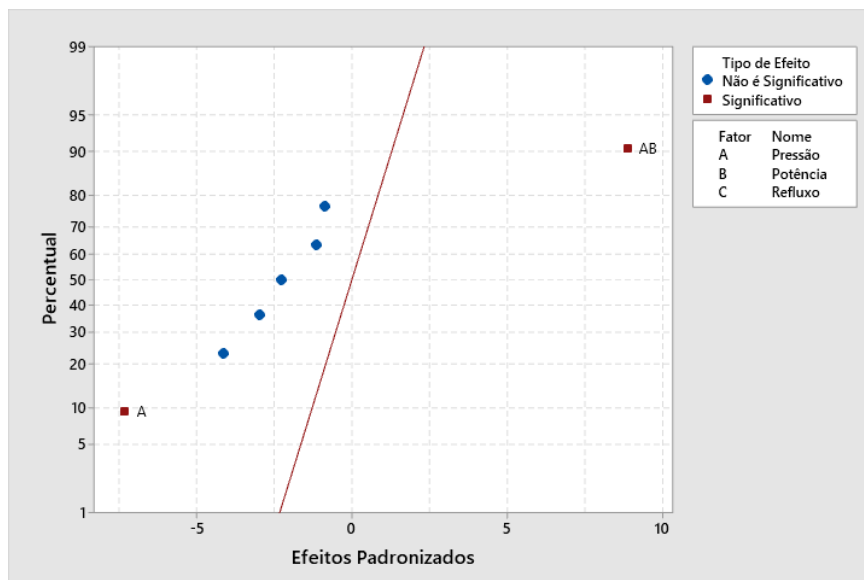


Fonte: Própria (2019).

Como o gráfico 17 exibe o valor absoluto dos efeitos, é possível determinar quais efeitos são significativos, mas não é possível determinar quais efeitos aumentam ou diminuem a resposta. O gráfico de probabilidade normal dos efeitos é utilizado para examinar a magnitude e a direção dos efeitos nos experimentos.

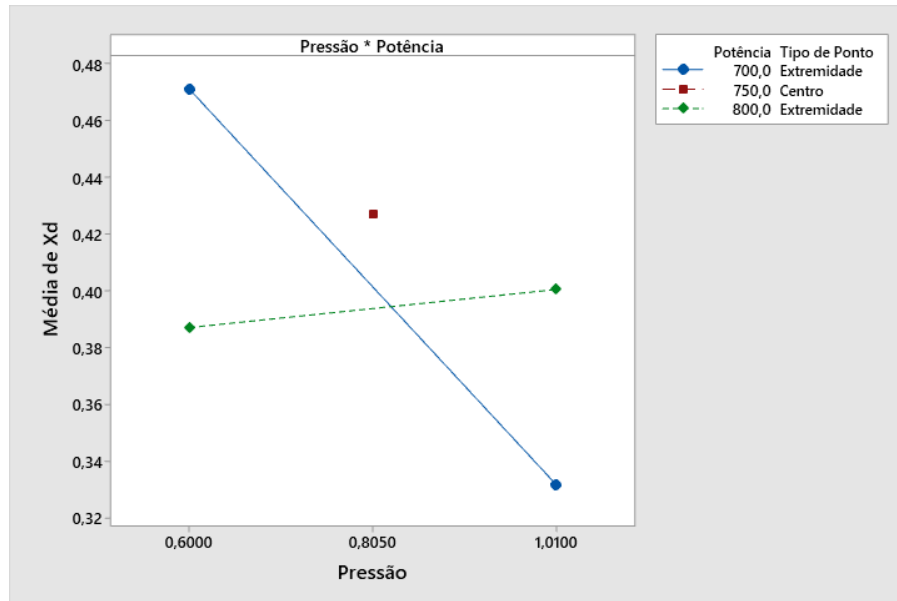
A Figura 18 mostra que a interação pressão/potência (AB) e o fator pressão (A) são estatisticamente significativos a nível de 0,05, onde os mesmos apresentam cor e forma diferente dos pontos para os efeitos não significativos. Além disso, o gráfico indica a direção do efeito. O processo (AB) tem um efeito positivo, ou seja, quando o processo muda de nível baixo para nível alto do fator, a resposta aumenta, por outro lado, o fator pressão sozinho apresenta um efeito negativo, ou seja, quando a sua pressão aumenta, a sua resposta diminui.

Figura 18 - Gráfico Normal dos Efeitos para  $x_D$ .



Fonte: Própria (2019).

O Figura 19 mostra o impacto de dois fatores, a pressão e a potência na resposta. Como uma interação significa que o efeito de um fator depende do nível do outro fator, avaliar as interações também é importante. Mediante a isso, na Figura 19, é possível observar que a linha de potência de 700 W apresentou uma inclinação bem maior quando comparada com a linha de potência de 800 W. Quando a pressão muda de 0,60 bar para a pressão de 1,01 bar, na linha de 700 W, a diferença na composição do destilado é bem significativa quando comparada com linha de 800 W que não apresentou uma variação muito grande quando a pressão mudou de 0,60 bar para 1,01 bar.

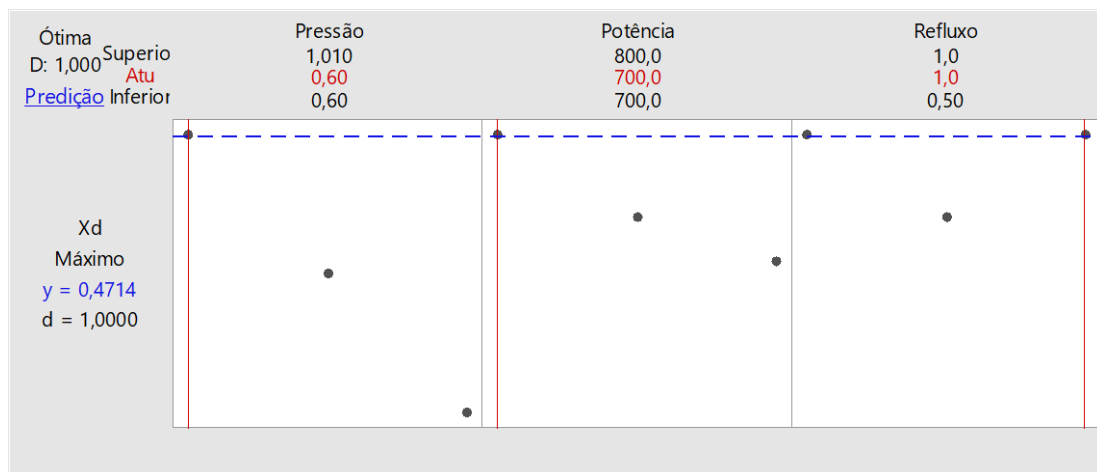
Figura 19 - Gráfico de Interação para  $x_D$ .

Fonte: Própria (2019).

A equação de regressão que descreve o modelo estudado é dada da seguinte forma:

$$\begin{aligned}
 X_D = & 4,701 - 0,005813 * \text{Potência} - 5,511 * \text{Pressão} - 1,245 * \text{Refluxo} + 0,007490 * \text{Potência} \\
 & * \text{Pressão} + 0,001820 * \text{Potência} * \text{Refluxo} + 1,705 * \text{Pressão} * \text{Refluxo} \\
 & - 0,002504 * \text{Potência} * \text{Pressão} * \text{Refluxo}
 \end{aligned} \quad (13)$$

Como resposta, as condições ótimas de operação avaliadas para esta variável de resposta que o software estatístico encontrou é mostrado na Figura 20:

Figura 20 - Dados para o ponto ótimo para determinação de  $x_D$ .

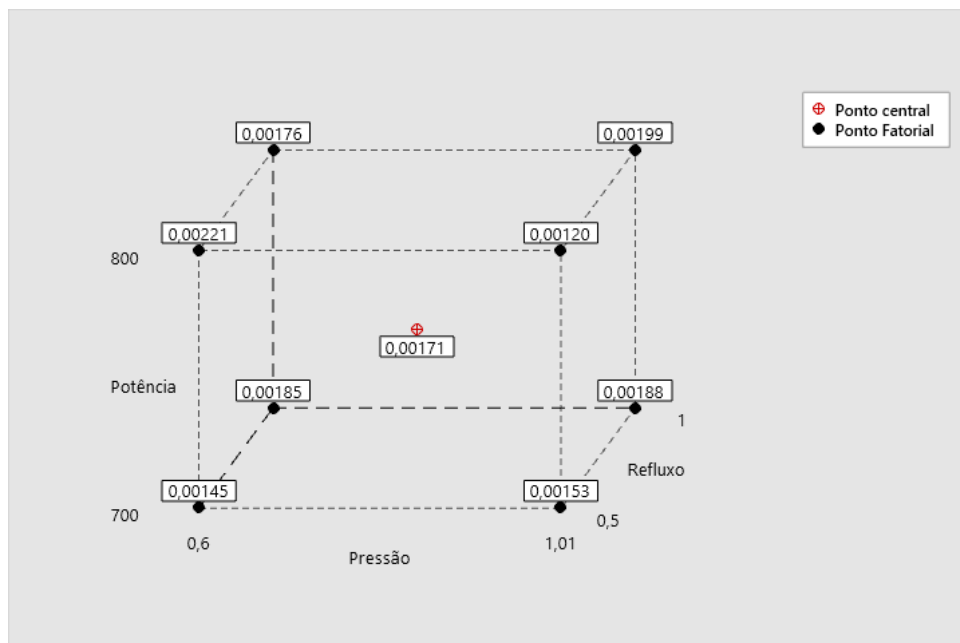
Fonte: Própria (2019).

A Figura 20 mostra a combinação dos níveis dos fatores, o qual maximiza  $x_D$ . Portanto para valores de Pressão = 0,6 bar, Potência = 700 W e Refluxo = 1 se obtêm o maior valor para  $x_D = 0,4714$ .

#### 4.2.2 Influência Estatística em D

A Figura 21, apresenta o gráfico de cubo do planejamento experimental em relação aos fatores independentes e a variável de resposta D. Assim como para a composição do destilado, é possível observar em cada vértice do cubo os valores de quantidade de destilado (D) resultantes da análise experimental, onde os mesmos foram determinados mediante o balanço de massa total e de componente da coluna.

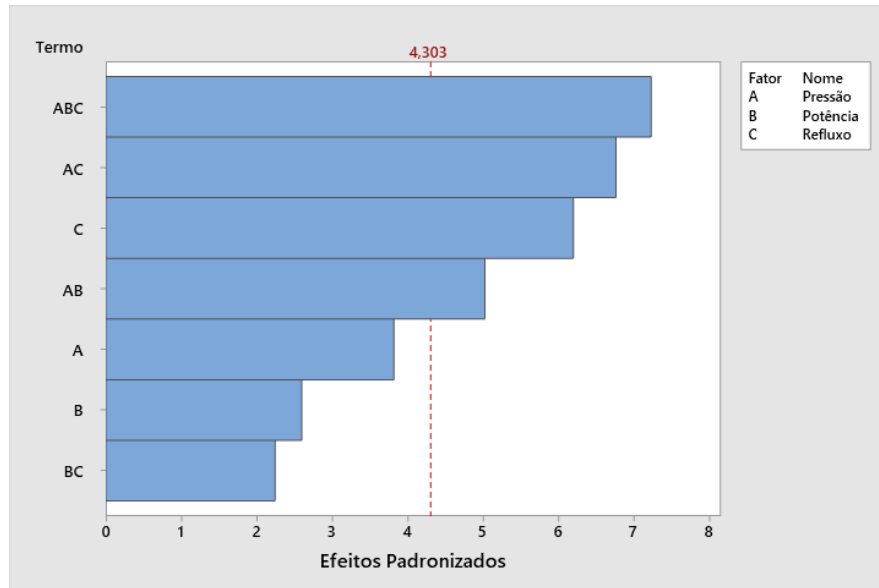
Figura 21 - Gráfico de Cubo para D.



Fonte: Própria (2019).

O gráfico de Pareto, que é apresentado na Figura 22, mostra que o fator refluxo (C) e as interações pressão/refluxo (AC) e pressão/potência (AB) se estendem além da linha de referência, ou seja, são significativos a nível de 95 % de confiança, dessa forma apresentando maiores influências dentro do modelo em estudo.

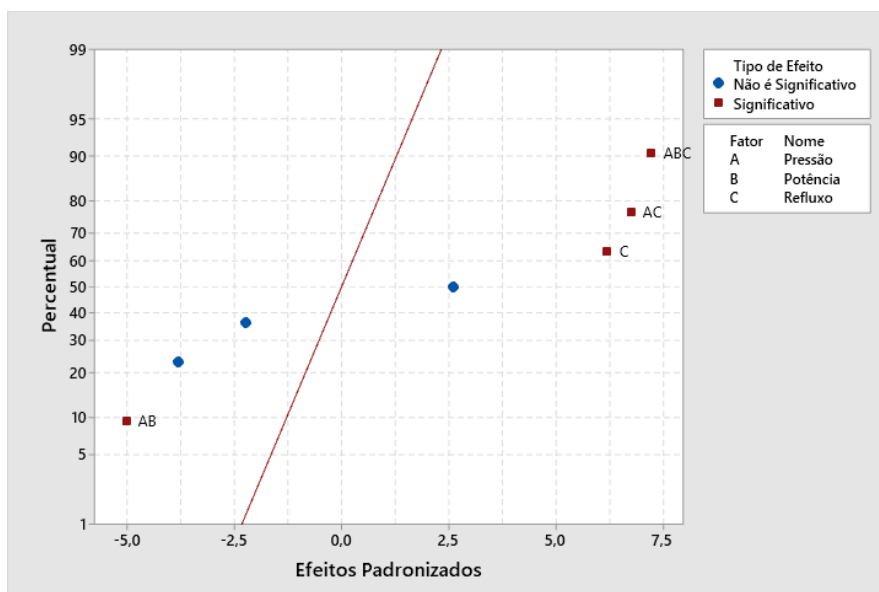
Figura 22 - Gráfico de Pareto dos Efeitos Padronizados para D.



Fonte: Própria (2019).

No gráfico normal dos efeitos, Figura 23, indica que o fator refluxo (C) e as interações pressão/refluxo (AC) apresentam um efeito positivo, ou seja, quando o processo mudou de nível baixo para nível alto do fator, a resposta da quantidade de destilado aumenta. Já o processo (AB) tem um efeito negativo, dessa forma, quando o processo mudou de nível baixo para nível alto do fator, a resposta diminui.

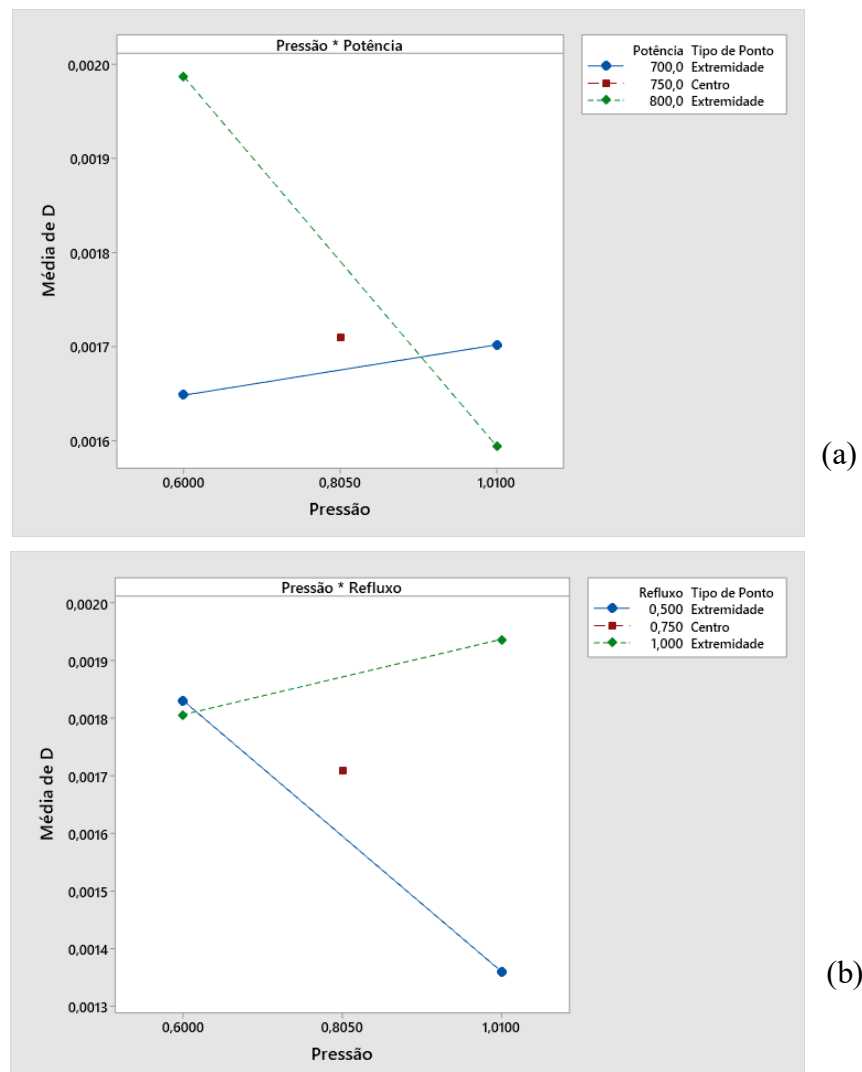
Figura 23 - Gráfico Normal dos Efeitos para D.



Fonte: Própria (2019).

No gráfico de interações, Figura 24 (a), é possível observar que a linha de potência de 800 watts apresentou uma inclinação bem maior quando comparada com a linha de potência de 700 W, dessa forma, para a potência de 800 W quando a pressão muda de 0,60 bar para uma pressão de 1,01 bar a diferença na composição do destilado é bem mais significativa quando comparada com linha de 700 W que não apresentou uma variação muito grande quando ocorreu o aumento da pressão de 0,60 bar para 1,01 bar. Na Figura 24 (b), nota-se que a linha de refluxo 0,50 apresentou uma inclinação bem maior quando comparada com a linha de 1,0, dessa forma, tem-se que para o refluxo 0,50 tem-se uma diminuição da resposta quando a potência passou do nível baixo para o nível alto do fator, onde o comportamento inverso foi visto para o refluxo de 1,0 que teve um aumento da resposta quando aumentou-se o fator do nível baixo para o nível alto.

Figura 24 - Gráfico de Interação para D.



Fonte: Própria (2019).

A equação de regressão que descreve o modelo estudado é dada pela equação 14:

$$D = -0,03469 + 0,000051 * \text{Potência} + 0,04087 * \text{Pressão} + 0,01954 * \text{Refluxo} - 0,000058 * \text{Potência} * \text{Pressão} - 0,000027 * \text{Potência} * \text{Refluxo} - 0,02207 * \text{Pressão} * \text{Refluxo} + 0,000031 * \text{Potência} * \text{Pressão} * \text{Refluxo} \quad (14)$$

Como resposta, as condições ótimas de operação avaliadas para esta variável de resposta que o software estatístico encontrou é mostrado na Figura 25:

Figura 25 - Dados para o ponto ótimo para determinação do D.



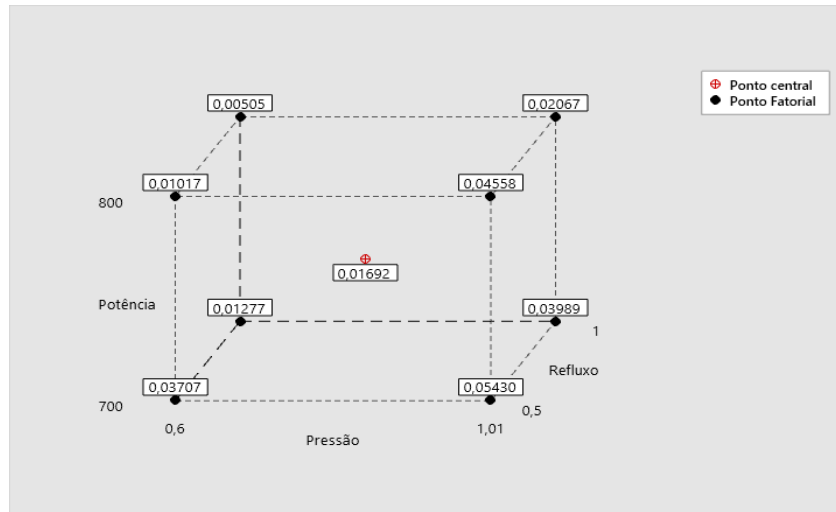
Fonte: Própria (2019).

A Figura 25 mostra a combinação dos níveis dos fatores, o qual maximiza D. Portanto para valores de Pressão = 0,6 bar, Potência = 800 W e Refluxo = 0,5 se obtêm o maior valor para  $D = 0,0022 \text{ kmol.h}^{-1}$

#### 4.2.3 Influência Estatística de $x_w$

A Figura 26, apresenta o gráfico de cubo do planejamento experimental em relação aos fatores independentes e a variável de resposta  $x_w$ . Assim como para os parâmetros anteriores, é possível observar em cada vértice do cubo os valores da composição do resíduo ( $x_w$ ) resultantes da análise experimental, onde os mesmos foram determinados mediante a leitura do índice de refração no refratômetro e em seguida, fez-se a leitura na curva de calibração.

Figura 26 - Gráfico de Cubo para  $x_w$ .

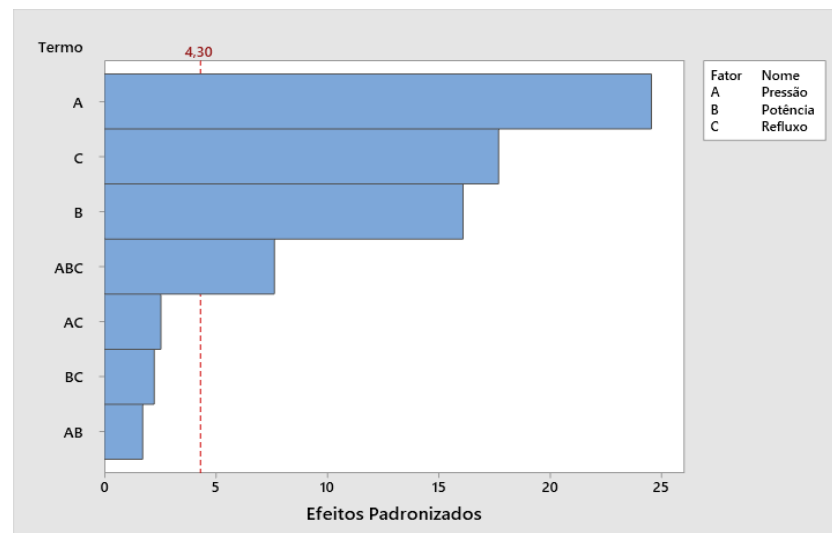


Fonte: Própria (2019).

Analisando a Figura 27 que se refere à concentração de álcool no produto de fundo, nota-se que o fator mais influente foi a pressão no topo da coluna. Quando a coluna é operada com valores mais elevados de pressão a concentração de álcool no produto de fundo aumentou também, por isso o ideal para favorecer esta variável de resposta é que a coluna opere em pressões mais baixas, para diminuir esta concentração.

O gráfico de Pareto, mostra que os fatores pressão (A), potência (B), refluxo (C) e as interações (ABC) se estendem além da linha de referência, apresentando significância a nível de 95 % de confiança, dessa forma, apresentando maiores influências dentro do modelo em estudo para a obtenção da variável dependente  $x_w$ .

Figura 27 - Gráfico de Pareto dos Efeitos para  $x_w$ .

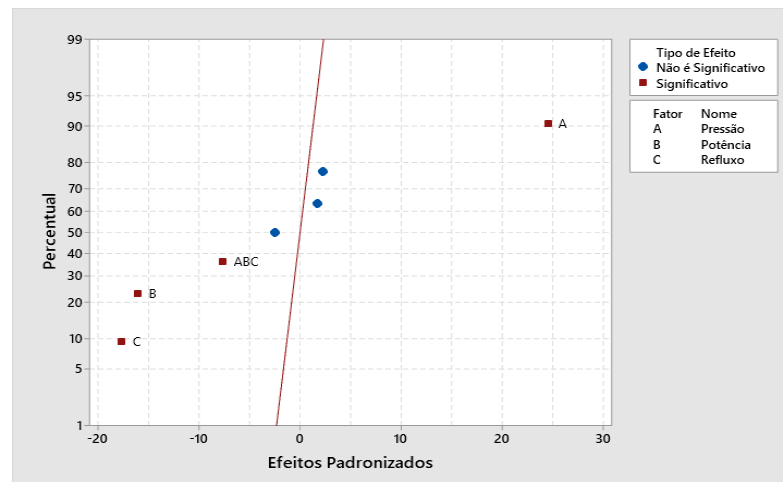


Fonte: Própria (2019).



No gráfico normal dos efeitos, Figura 28, indica que o fator pressão (A) apresentou um efeito positivo dentro do modelo, ou seja, quando o processo mudou de nível baixo da pressão para nível alto desse fator, a resposta da quantidade de resíduo aumentou. Já o processo (A), (B) e (ABC) apresentam um efeito negativo, ou seja, quando o processo mudou de nível baixo para nível alto do fator, a resposta diminuiu.

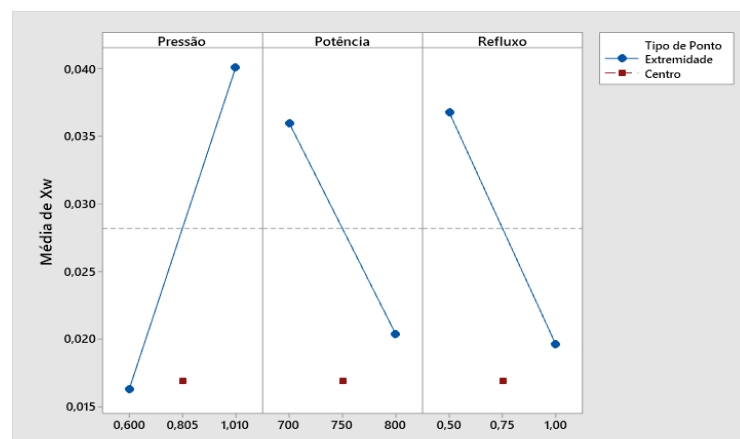
Figura 28 - Gráfico Normal dos Efeitos pra  $x_w$ .



Fonte: Própria, 2019.

Analisando o gráfico de efeitos principais na Figura 29 se observa o comportamento da variáveis  $x_w$ . Nota-se que a pressão apresenta maior capacidade de alterar os valores de concentração, como visto no gráfico de Pareto da Figura 27. É possível observar também que as variáveis de potência e refluxo apresentam uma capacidade de também alterar os valores da composição de  $x_w$ .

Figura 29 - Gráfico de Efeitos Principais para  $x_w$ .



Fonte: Própria, 2019.

A equação de regressão que descreve o modelo estudado é dada pela equação 15:

$$X_w = 0,8632 - 0,001161 * \text{Potência} - 0,7989 * \text{Pressão} - 0,4769 * \text{Refluxo} + 0,001167 * \text{Potência} * \text{Pressão} + 0,000626 * \text{Potência} * \text{Refluxo} + 0,5306 * \text{Pressão} * \text{Refluxo} - 0,000724 * \text{Potência} * \text{Pressão} * \text{Refluxo} \quad (15)$$

Como resposta, as condições ótimas de operação avaliadas para esta variável de resposta que o software estatístico encontrou é mostrado na Figura 30:

Figura 30 - Dados para o ponto ótimo para determinação do  $X_w$ .



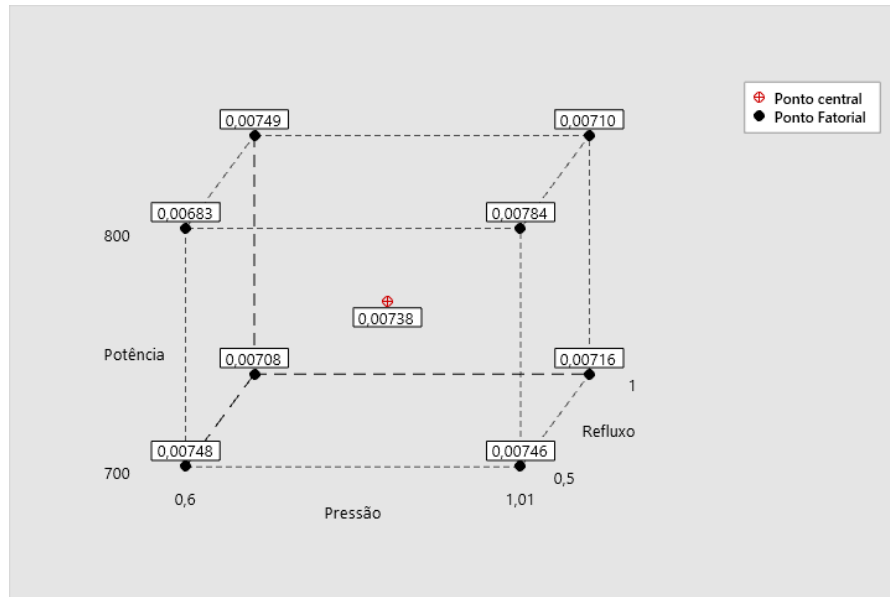
Fonte: Própria, 2019.

A Figura 30 mostra a combinação dos níveis dos fatores, o qual obteve  $x_w$ . Portanto para valores de Pressão = 1,01 bar, Potência = 700 W e Refluxo = 0,5 se obtêm o maior valor para  $x_w = 0,0580$ .

#### 4.2.4 Influência Estatística de W

Analisando o gráfico da Figura 31, é possível observar o gráfico de cubo que é apresentado como resposta do planejamento experimental em relação aos fatores independentes e o fator dependente W. Assim como para a determinação dos valores de D, os valores de W também foram determinados mediante o uso dos balanços de massa total e de componente na coluna.

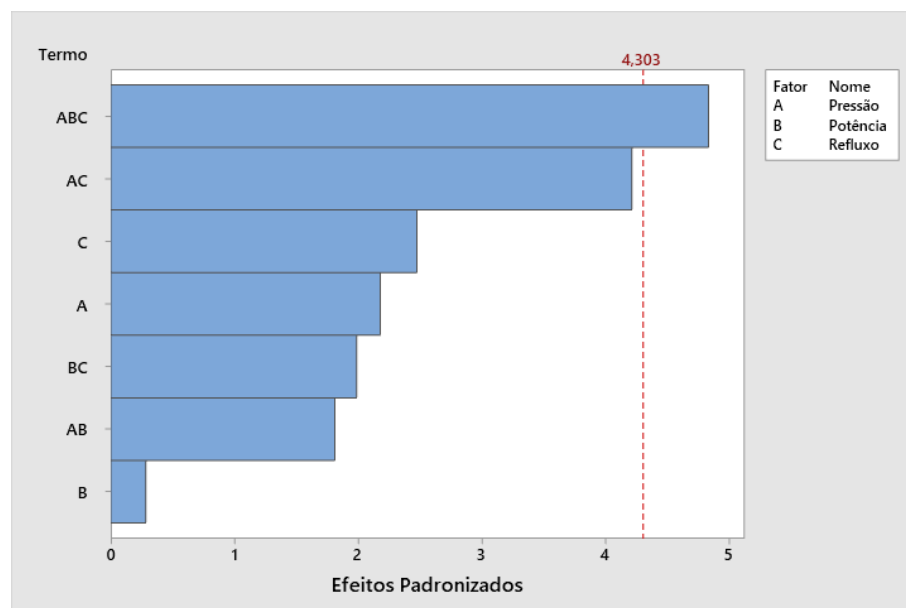
Figura 31 - Gráfico de Cubo para W.



Fonte: Própria (2019).

O gráfico da Figura 32 representa os fatores que tiveram uma maior influência para a geração do fluxo de produto de fundo. Analisando a figura, tem-se que somente a interação dos três fatores fundos foram capazes de alterar a resposta final do sistema nos níveis aplicado ao nível de 95% de confiança.

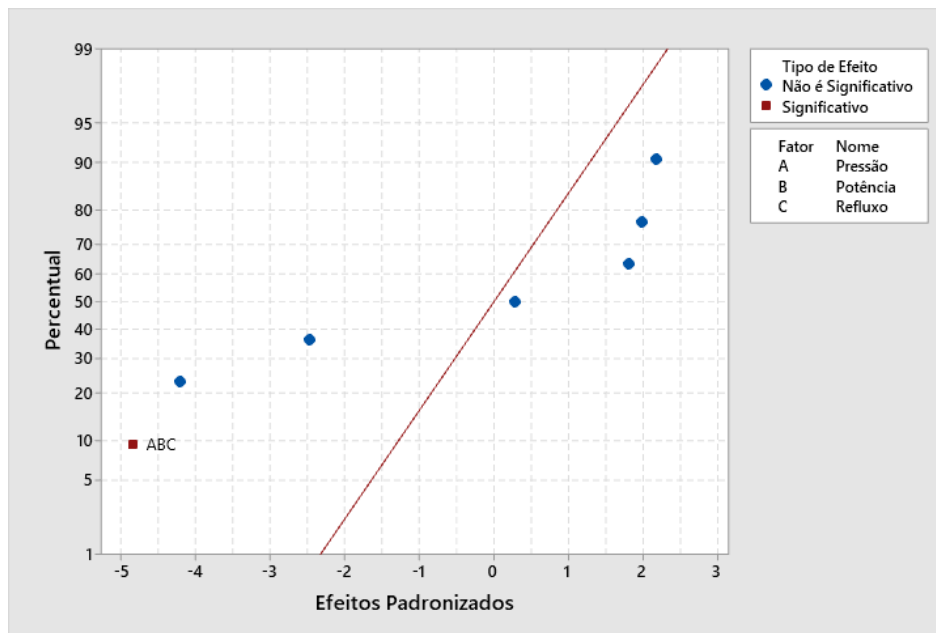
Figura 32 - Gráfico de Pareto dos Efeitos para W.



Fonte: Própria (2019).

Analisando o gráfico normal dos efeitos, Figura 33, apresenta que os três fatores juntos (ABC) apresentaram um fator negativo dentro do modelo em estudo, em outras palavras, quando o processo muda de nível baixo e vai para níveis mais alto dos fatores a resposta diminui, o que está de acordo com a literatura, uma que vez que quanto maiores os valores de pressão, potência e refluxo, menores são a quantidade de produto de fundo.

Figura 33 - Gráfico Normal dos Efeitos para W.



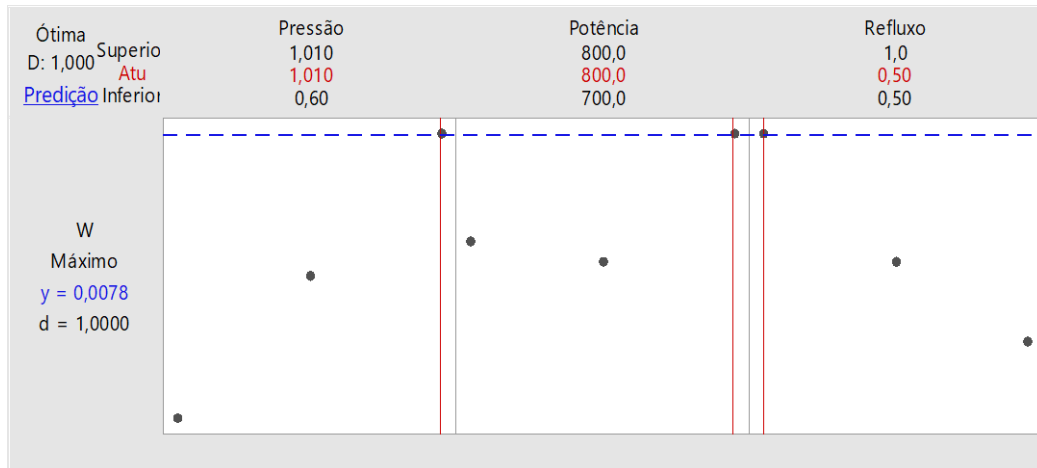
Fonte: Própria (2019).

A equação de regressão que descreve o modelo estudado é dada pela equação 16:

$$\begin{aligned}
 W = & 0,04609 - 0,000054 * \text{Potência} - 0,04370 * \text{Pressão} - 0,02342 * \text{Refluxo} + 0,000062 \\
 & * \text{Potência} * \text{Pressão} + 0,000033 * \text{Potência} * \text{Refluxo} + 0,02596 * \text{Pressão} \\
 & * \text{Refluxo} - 0,000037 * \text{Potência} * \text{Pressão} * \text{Refluxo}
 \end{aligned} \tag{16}$$

Como resposta, as condições ótimas de operação avaliadas para esta variável de resposta que o software estatístico encontrou é mostrado na Figura 34:

Figura 34 - Dados para o ponto ótimo para determinação do W.

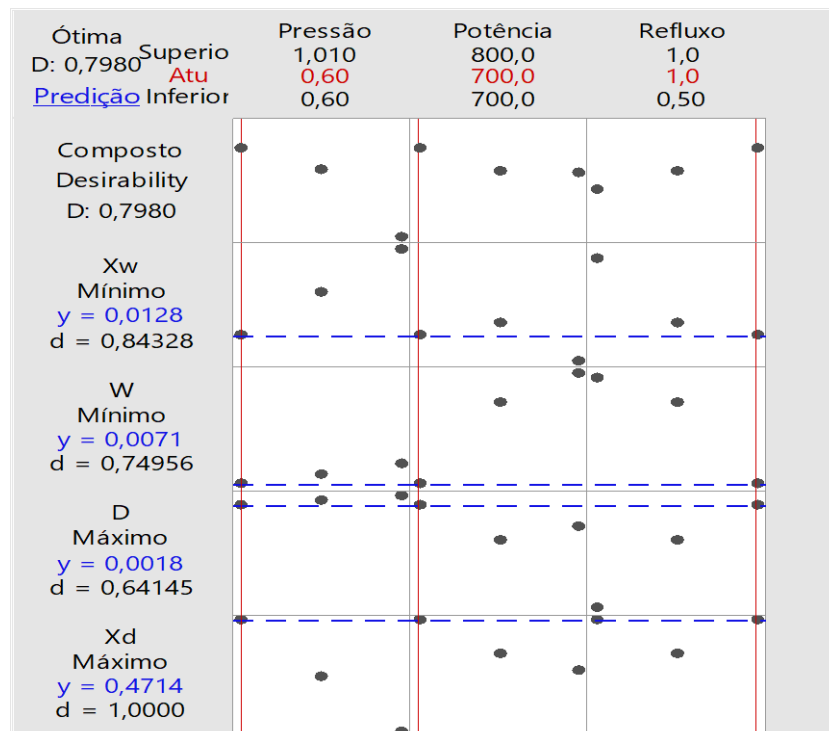


Fonte: Própria (2019).

A Figura 34 mostra a combinação dos níveis dos fatores, o qual maximiza W. Portanto para valores de Pressão = 1,01 bar, Potência = 800 W e Refluxo = 0,50 se obteve o maior valor para  $W = 0,0078 \text{ kmol.h}^{-1}$

Como resposta as condições ótimas de operação levando em consideração as quatro variáveis estudados para valores máximos de  $x_D$  e D e para valores mínimos de  $x_w$  e W, tem-se na Figura 35:

Figura 35 - Dados para o ponto ótimo para determinação de W,  $x_w$ , D,  $x_D$ .



Fonte: Própria (2019).

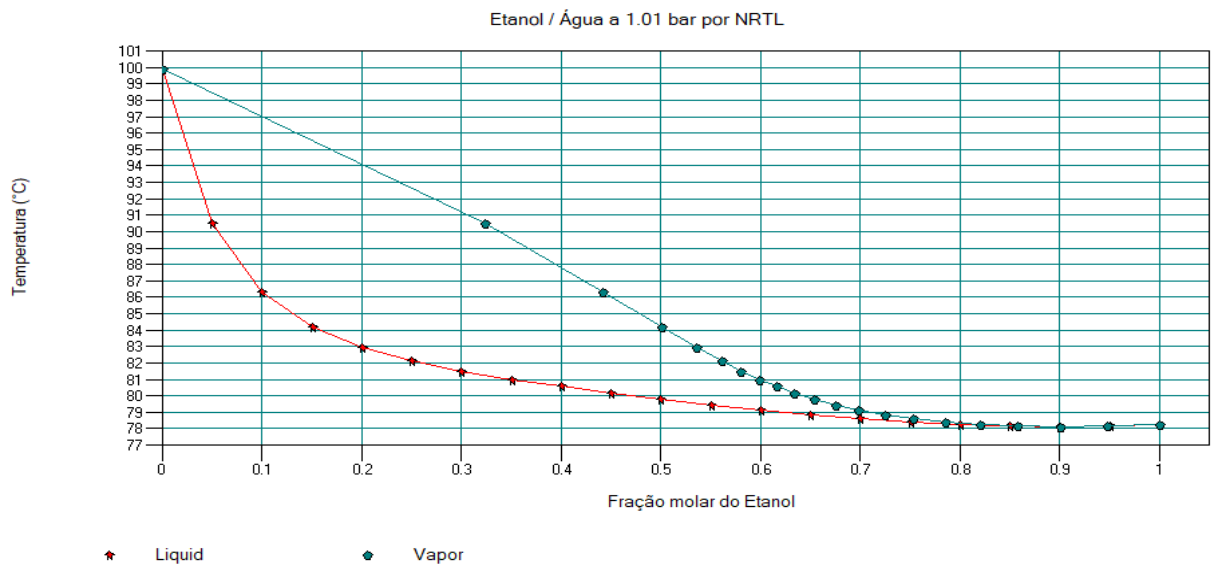
A Figura 35 mostra a combinação dos níveis dos fatores, o qual maximiza  $x_D$  e  $D$  e minimiza  $x_W$  e  $W$ . Portanto para valores de Pressão = 0,60 bar, Potência = 800 W e Refluxo = 1,0 se obteve os maiores valores para  $x_D = 0,4714$  e  $D = 0,0018 \text{ kmol.h}^{-1}$  e os menores valores para  $x_W = 0,0128$  e  $W = 0,0071 \text{ kmol.h}^{-1}$

#### 4.3 INFLUÊNCIA DA PRESSÃO NO PROCESSO

Os gráficos das Figuras 36, 37 e 38 foram obtidos utilizando o simulador CHEMCAD 7.0 e mostram o equilíbrio de fases líquido-vapor para uma mistura de etanol e água submetida a diferentes pressões. Comparando os três gráficos observa-se que, conforme a pressão do sistema diminuiu as temperaturas de ebulição dos componentes também diminuíram. É importante destacar, que a distância entre as linhas de equilíbrio aumentam conforme a pressão diminui, o que torna a separação dos componentes pelo método de destilação mais fácil de ser realizada. (BRASLAVSKY,2015)

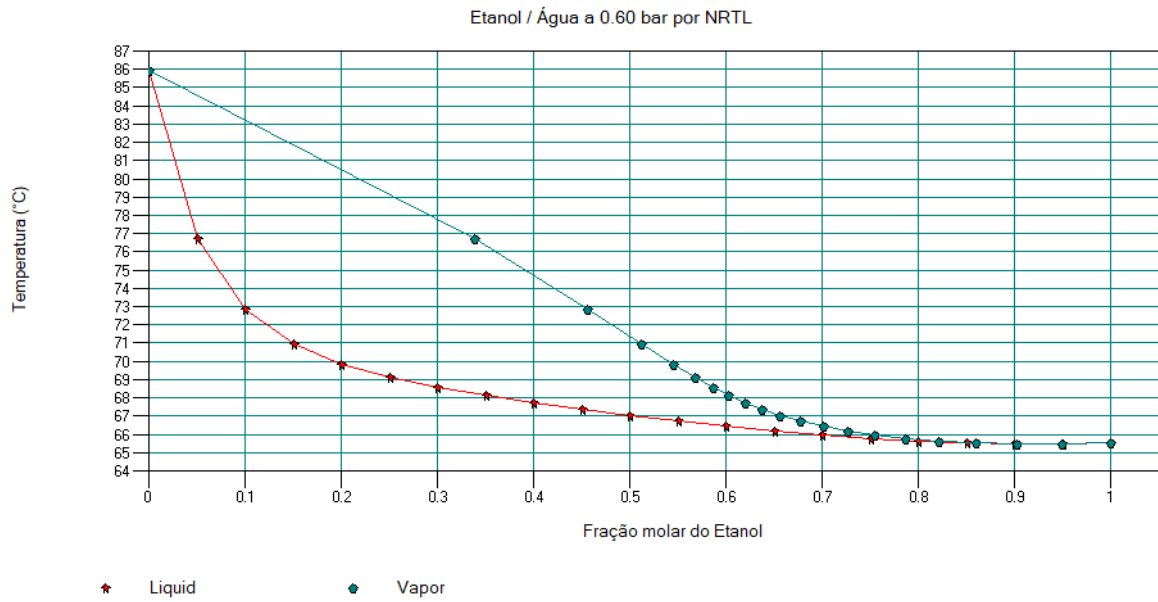
O efeito das pressões podem ser visto na Figura 39.

Figura 36 - Diagrama de fase (x,y) vs. (T) e pressão de 1,01 bar de uma mistura etanol-água.



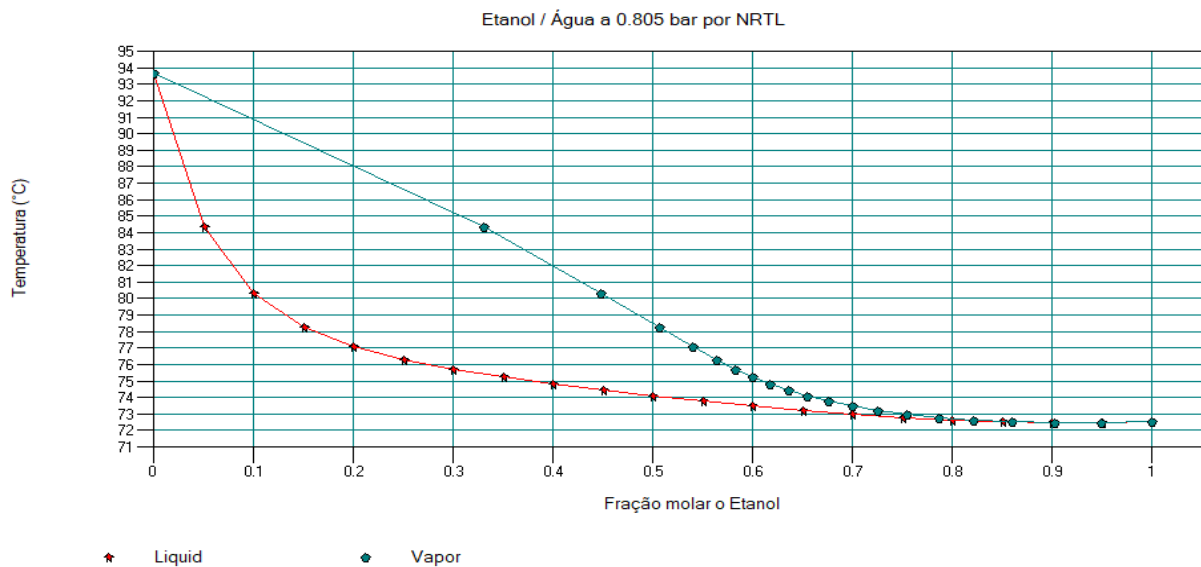
Fonte: Própria (2019).

Figura 37 - Diagrama de fase (x,y) vs. (T) e pressão de 0,60 bar de uma mistura etanol-água.



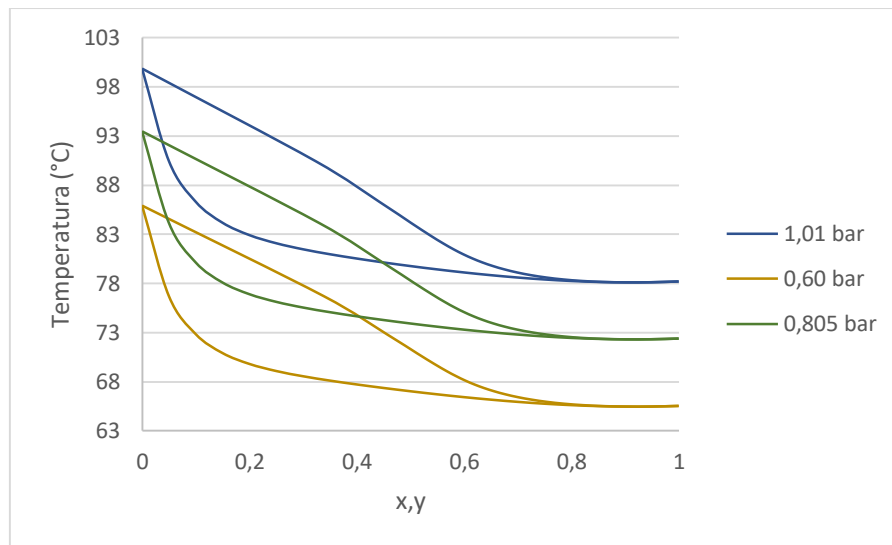
Fonte: Própria (2019).

Figura 38 - Diagrama de fase (x,y) vs. (T) e pressão de 0,805 bar de uma mistura etanol-água.



Fonte: Própria (2019).

Figura 39 – Efeito da Pressão no Diagrama de fases (x,y) vs. (T) e pressões de 1,01 bar, 0,805 bar e 0,60 bar de uma mistura etanol-água.



Fonte: Própria (2019).

Comparando os resultados dos experimentos A e E da Tabela 6 que apresentam configurações com níveis de fatores iguais com exceção da pressão, é possível observar o efeito da pressão e da potência nos experimentos.

Tabela 5 – Efeito da pressão nos teste de 1,01 e 0,60 bar.

<b>Experimento</b>	<b>P (bar)</b>	<b>Potência (W)</b>	<b>Refluxo</b>	<b>x<sub>D</sub></b>
<b>A</b>	1,01	800	0,5	0,44596
<b>E</b>	0,60	800	0,5	0,37129

Fonte: Própria (2019).

A Tabela 5 apresenta que na pressão de 1,01 bar o valor para a composição do destilado foi de 0,44596 e para a pressão de 0,60 bar a composição foi de 0,37129, essa diferença nas composições pode ser explicada pelo fato de que para a pressão de 0,60 bar a potência está muito elevada, conseqüentemente, fazendo com que a água também evaporasse durante o processo, dessa forma diminuindo o valor da composição.

Na Tabela 6 estão apresentados os resultados dos experimentos D e G com as mesmas configurações da Tabela 5.



Tabela 6 – Efeito da pressão nos teste de 1,01 e 0,60 bar.

<b>Experimento</b>	<b>P (bar)</b>	<b>Potência (W)</b>	<b>Refluxo</b>	<b>x<sub>D</sub></b>
<b>D</b>	1,01	700	0,5	0,34160
<b>G</b>	0,60	700	0,5	0,47136

Fonte: Própria (2019).

De acordo com a Tabela 6, a pressão de 1,01 bar o valor para a composição do destilado foi de 0,34160 e para a pressão de 0,60 bar a composição do destilado foi de 0,47136, dessa forma mostrando que para uma pressão de 0,60 bar associada a um valor de potência menos elevado, a resposta da composição do destilado mostrou-se melhor quando comparada com o experimento E. Este resultado demonstra que a baixa pressão com um mesmo número de etapas a concentração atingida no destilado é maior a baixa pressão. (SILVA, 2016)

## 5. CONCLUSÃO

Em conformidade com os resultados obtidos e com as metodologias empregadas para a execução do presente estudo, concluiu-se que a planta piloto permitiu obter os melhores fatores que maximizassem as variáveis de resposta: concentração e vazão de destilado (D) e concentração e vazão do resíduo (W) aplicando um planejamento fatorial  $2^3$  para mistura binária (etanol-água).

No presente estudo também analisou-se o efeito da pressão de operação na destilação contínua. A diminuição da pressão teve como característica a diminuição do ponto de ebulição e da energia fornecida a caldeira, e em consequência disso como resposta, um melhor aumento da concentração do destilado do componente mais volátil.

O estudo também permitiu obter a melhor combinação de fatores que maximizassem os efeitos da composição e a quantidade de destilado e ao mesmo tempo minimizassem os efeitos da composição e a quantidade de resíduo utilizando o software Minitab. A combinação de fatores que permitiu essa combinação foi dada por uma pressão de 0,60 bar, uma potência de 700 W e um refluxo de 1,0.

## 6. PERSPECTIVAS

- Recomenda-se a realização de cálculos de balanço de energia para a real determinação da condição térmica do alimentando, para que se possa ter conhecimento do grau de vaporização da alimentação;
- Recomenda-se a realização de estudos de simulações em colunas de destilação utilizando o software CHEMCAD para a comprovação dos resultados obtidos;
- Recomenda-se operar a planta piloto em diferentes faixas de pressão, potência e refluxo para que se possa ter uma maior base de dados;
- Recomenda-se operar a planta piloto em diferentes faixas de vazão do alimentado para que se possa ter uma melhor relação do fenômeno de inundação.

## REFERÊNCIAS

- AZEVEDO, E. G., ALVES, A. M. **Engenharia de Processos de Separação**. Lisboa: IST Press, 2ª edição, 2013.
- BENADUCCI, João Lucas Franco; MAZZETTO, Marcelo Martini. **Estudo sobre coluna de destilações para a mistura binária acetato de butila-etanol**. Dissertação (Monografia em Engenharia Química). Escola Politécnica. Universidade de São Paulo. São Paulo. 2014.
- BISPO, José Ailton Conceição. **Apostila de Operações Unitárias III**. Departamento de Tecnologia. Universidade Estadual de Feira de Santana. Bahia. 2013.
- BRASIL, Ana Bernadete. **Análise de parâmetros operacionais para o projeto ótimo de uma coluna de destilação multicomponente em batelada**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade de Campinas. Campinas. São Paulo. 1993.
- BRASIL, Jorge de Lima. **Uso de Planejamento Estatístico de Experimentos Aplicados a Sistemas de Adsorção**. Dissertação (Doutorado em Química) Instituto de Química. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. Rio Grande do Sul. 2010.
- BRASLAVSKY, Giulia Lofiego. **Avaliação das Condições de Operação no Processo de Destilação Contínua com Aplicação do Simulador Chemcad 6.1**. Dissertação (Monografia em Engenharia Química). Universidade do Amazonas. Manaus. Amazonas, 2015.
- BRITO, Felipe de Oliveira. **Avaliação da influência da pressão, temperatura e condições de operação sobre um sistema de destilação fracionada de uma solução glicerínica proveniente de uma unidade de produção de biodiesel**. Dissertação (Monografia em Engenharia Química). Universidade do Ceará. Fortaleza. 2010.
- BURTINS, Carl A; BRUNS, David E. Tietz. **Fundamentos de química clínica e diagnóstico**. 1 ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2016.
- BUTTON, Sérgio Tonini. **Metodologia Para Planejamento Experimental E Análise De Resultados**. Campinas-São Paulo, 2005.
- CADORE, Ígor Renz. **Eficiência de Torres de Destilação**. Dissertação (Monografia em Engenharia Química). Departamento de Engenharia Química. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. 2011.
- DIDATECH. **Unidade de Destilação Contínua**. Manual do professor/estudante. 2015.
- FACCIOLI, Matheus Martinez. **Simulação planejada de uma coluna de destilação**. Dissertação (Monografia em Engenharia Industrial Química). Escola de Engenharia de Lorena. Universidade de São Paulo. Lorena. 2013.
- FAHIM, Mohamed A; AL-SAHHAAF, Taher. **Introdução ao refino de petróleo**. São Paulo: Elsevier-Campus, 2012.
- FAVARO, J. **Controle Preditivo Aplicado à Planta Piloto de Neutralização de pH**. In: CRUZ, J. J. São Paulo: Universidade de São Paulo – Escola Politécnica, 2012.

FIGUEIREDO, Ana Sofia de Oliveira. **Projeto e construção de um piloto de destilação contínua: Estudo da sua Maneabilidade.** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Manutenção Industrial). Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto. Porto. 2008.

FILHO, Jair Ferreira; RODRIGUES, Renato Consenza. **Monitoramento e controle de processos.** Rio de Janeiro: SENAI/DN, 2003.

FOUST, Alan S; WENZEL, Leonard A; CLUMP, Curtis W. **Princípio das Operações Unitárias.** Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora, 1982.

GARCIA, Claudio. **Modelagem e Simulação de Processos Industriais e de Sistemas Eletromecânicos.** 2 ed. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 2005.

GAUTO, Marcelo; ROSA, Gilber. **Química Industrial.** Porto Alegre: Bookman, 2013.

GRANATO, Daniel; NUNES, Domingos Sávio. **Análises químicas, propriedades funcionais e controle de qualidade de alimentos e bebidas: uma abordagem teórico-prática.** 1ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2016.

KETZER, Felipe. **Modelagem, simulação e controle de uma coluna de destilação descontínua apropriada à produção de etanol em pequena escala.** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos). Universidade de Santa Maria. Santa Maria. Rio Grande do Sul. 2013.

KRELL, E. **Handbook of Laboratory Distillation.** 2nd ed. Amsterdam, Elsevier Scientific Publishing Company, 1982.

LOBO, Lélío Quaresmo; FERRREIRA, Abel Gomes Martins. **Termodinâmica e Propriedades Termofísicas.** Coimbra. 2006.

LUYBEN, William L. **Process Modeling, Simulation, and Control for Chemical Engineers.** 2. ed. New York: McGraw-Hill, 1990.

MACIEL, Jéssica Caroline da Silva Linhares. **Estudo do equilíbrio líquido-vapor do sistema água+etanol+líquido iônico visando a separação do álcool anidro.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Centro de Tecnologia. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal. 2012.

MALAVAZI, G.M; MOTTA, O.C.L. **Método McCabe-Thiele: Determinação da razão de refluxo no projeto e operação de colunas com saída lateral na seção de retificação.** Blucher Chemical Engineering Proceedings. v.1,n.1,2014.

MAYER, Flávio Dias. **Desenvolvimento da tecnologia de destilação apropriada à produção de álcool combustível em pequena escala.** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos). Universidade de Santa Maria. Santa Maria. 2010.

MORIIZUMI, Alessandro. **Aplicação da metodologia de McCabe-Thiele na modelagem de uma coluna de destilação utilizando o software Excel.** Dissertação (Monografia em Engenharia Química). Escola de Engenharia de Lorena. Universidade de São Paulo. São Paulo. 2012.

NETZ, Paulo A; ORTEGA, George Gonzáles. **Fundamentos de físico-química: uma abordagem conceitual para ciências farmacêuticas**. Porto Alegre: Artmed, 2008.

OLIVEIRA, Mário José de. **Termodinâmica**. São Paulo: Editora Livraria da Física, 2005.

OLIVEIRA, Humberto Neves De Maia. **Determinação de dados de Equilíbrio Líquido-Vapor para Sistemas Hidrocarbonetos e Desenvolvimento de uma nova Célula Dinâmica**. Dissertação (Tese de Doutorado). Natal/RN.2003.

PRADA, Ronald Jaimes. **Estudo de colunas de destilação de alta eficiência: HIGEE**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Estadual de Campinas. Campinas.2012.

SARTORI, Elen Romão; BATISTA, Érica Ferreira; SANTOS, Vagner Bezerra dos. Construção e aplicação de um destilador como alternativa simples e criativa para a compreensão dos fenômenos ocorridos no processo de destilação. **Química Nova na Escola**, v.31, nº 1,2009.

SCHENEIDER, Lara Talita, OLIVEIRA, Carlos de Jesus de; BONASSA, Gabriela. Otimização do processo de destilação em planta piloto para produção de etanol hidratado. **Revista Brasileira de Energias Renováveis**, v.4, p. 105- 118, 2015.

SCHETTERT, Giseane Fumagalli. **Desempenho de uma coluna de destilação frente a variação das concentrações e vazões de alimentação utilizando-se solução hidroalcoólica padronizada**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos). Universidade Federal de Santa Maria, 2012.

SILVA, Maxwell Gomes da. **Modelagem e simulação de uma coluna de destilação para separação dos componentes reacionais do biodiesel em Matlab**. Dissertação (Monografia em Engenharia Química). Centro de Tecnologia. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal. 2015.

SILVA, Romário Barroso. **Avaliação da Planta Piloto de Destilação Contínua com Fins Didáticos**. Dissertação (Monografia em Engenharia Química). Universidade do Estado do Amazonas. Manaus. Amazonas, 2015.

SKOURAS, S; SKOGESTAD, S; KIVA, V. Analysis and control of heteroazeotropic batch distillation. **Aiche Journal**. New York, v.51, n. 4, p. 1144-1157, 2005.

SMITH, J. M.; VAN NESS, H. C.; ABBOTT, M. M. **Introduction to Chemical Engineering Thermodynamics**. 7. ed. New York: McGraw-Hill, 2005.

SMITH, William F; HASHEMI, Javad. **Fundamentos de Engenharia e Ciência dos Materiais**. Porto Alegre: AMGH Editora Ltda, 2012.

SOUZA, Wagner Leandro de. **Estudo do desempenho de uma coluna de destilação recheada na produção de etanol anidro usando glicerol como solvente**. Dissertação (Mestrado em Ciências). Instituto de Tecnologia. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro. Seropédica. 2012.

SOUZA, Bruno Dias de, ALVARES, João Gabriel. **Projeto de uma coluna de destilação didática**. Dissertação (Monografia em Engenharia Química). Instituto de Tecnologia. Universidade de Alfenas. Poços de Caldas.2013.

STRACKE, Marcelo Paulo; NUNES, Isaac do Santos. **Experimentando a Química Orgânica**. Curitiba: Appris, 2017.

TREYBAL, Robert Ewald. **Operaciones de Transferencia de Masa**. 2 ed. McGraw-Hill, 1980.

## ANEXOS

## ANEXO 1- Resultados do experimento utilizando o planejamento experimental.

Tabela 7 – Resultados do planejamento experimental 2<sup>3</sup> utilizando a planta de destilação.

Experimento	IR <sub>Z</sub>	z <sub>f</sub>	z <sub>f</sub> <sup>*</sup>	IR <sub>D</sub>	x <sub>D</sub>	x <sub>D</sub> <sup>*</sup>	IR <sub>W</sub>	x <sub>w</sub>	x <sub>w</sub> <sup>*</sup>	T <sub>w</sub> (°C)	T <sub>D</sub> (°C)	Fluxo (kg/h)	Fluxo <sup>*</sup> (kmol/h)	D <sup>*</sup> (kmol/h)	W <sup>*</sup> (kmol/h)
<b>A</b>	1.346,00	0,2185	0,098530	1.359,70	0,67310	0,445963	1.338,50	0,10886	0,04558	90,3	79,6	0,18776	0,009038	0,001195	0,007843
<b>B</b>	1.347,00	0,2358	0,107640	1.360,00	0,69520	0,471359	1.332,50	0,03202	0,01277	65,5	55,3	0,18776	0,008928	0,001847	0,007081
<b>C</b>	1.344,00	0,1838	0,080910	1.358,50	0,63333	0,403070	1.331,00	0,01281	0,00505	66,5	55,5	0,18776	0,009258	0,001765	0,007494
<b>D</b>	1.346,50	0,2272	0,103083	1.358,30	0,57030	0,341603	1.340,00	0,12807	0,05430	85,9	78,7	0,18776	0,008983	0,001525	0,007457
<b>E</b>	1.346,00	0,2185	0,098530	1.359,00	0,60170	0,371291	1.332,00	0,02562	0,01017	64,8	55,8	0,18776	0,009038	0,002211	0,006827
<b>F</b>	1.346,00	0,2185	0,098530	1.358,00	0,54830	0,321818	1.337,50	0,09606	0,03989	85,2	78,9	0,18776	0,009038	0,001880	0,007158
<b>G</b>	1.347,00	0,2358	0,107640	1.360,00	0,69520	0,471359	1.337,00	0,08965	0,03707	65,5	53,3	0,18776	0,008928	0,001451	0,007477
<b>H</b>	1.345,50	0,2098	0,094032	1.358,50	0,58500	0,355282	1.334,00	0,05123	0,02067	85,6	78,8	0,18776	0,009093	0,001994	0,007100
<b>I</b>	1.345,00	0,2012	0,089639	1.359,50	0,65860	0,429921	1.333,00	0,03842	0,01538	69,2	66,6	0,18776	0,009148	0,001639	0,007509
<b>I</b>	1.346,00	0,2185	0,098530	1.359,60	0,66580	0,437827	1.333,50	0,04483	0,01802	68,5	66,6	0,18776	0,009038	0,001733	0,007305
<b>I</b>	1.345,50	0,2098	0,094032	1.359,30	0,64370	0,413922	1.333,40	0,04325	0,01737	68,2	66,5	0,18776	0,009093	0,001758	0,007335

Fonte: Própria (2019).

\*Resultados em base molar.



**ANEXO 2-** Dados da construção dos gráficos de equilíbrio líquido vapor.

Tabela 8 – Dados do equilíbrio líquido-vapor para a pressão de 1,01 bar.

<b>Temperatura (°C)</b>	<b>y</b>	<b>x</b>
99,884	0	0
90,470	0,32324	0,05
86,332	0,44214	0,1
84,196	0,50087	0,15
82,943	0,53601	0,2
82,114	0,56063	0,25
81,500	0,58046	0,3
80,998	0,59838	0,35
80,560	0,61601	0,4
80,161	0,63430	0,45
79,794	0,65390	0,5
79,454	0,67528	0,55
79,144	0,69879	0,6
78,867	0,72473	0,65
78,627	0,75340	0,7
78,429	0,78507	0,75
78,278	0,82005	0,8
78,178	0,85864	0,85
78,133	0,90122	0,9
78,148	0,94818	0,95
78,227	1	1

Fonte: Própria (2019).

Tabela 9 – Dados do equilíbrio líquido-vapor para a pressão de 0,805 bar.

<b>Temperatura (°C)</b>	<b>y</b>	<b>x</b>
93,486	0	0
84,164	0,33021	0,05
80,154	0,44837	0,1
78,115	0,50585	0,15
76,932	0,53992	0,2
76,153	0,56369	0,25
75,576	0,58285	0,3
75,103	0,60026	0,35
74,687	0,61749	0,4
74,308	0,63548	0,45
73,955	0,65487	0,5
73,629	0,67608	0,55
73,329	0,69948	0,6
73,062	0,72534	0,65
72,829	0,75396	0,7
72,637	0,78559	0,75
72,489	0,82052	0,8

72,389	0,85906	0,85
72,342	0,90155	0,9
72,352	0,94838	0,95
72,423	1	1

Fonte: Própria (2019).

Tabela 10 – Dados do equilíbrio líquido-vapor para a pressão de 0,60 bar.

<b>Temperatura (°C)</b>	<b>y</b>	<b>x</b>
85,926	0	0
76,716	0,33876	0,05
72,859	0,4559	0,1
70,934	0,51182	0,15
69,832	0,54456	0,2
69,112	0,56729	0,25
68,578	0,58566	0,3
68,138	0,60245	0,35
67,748	0,61921	0,4
67,39	0,63685	0,45
67,055	0,65597	0,5
66,743	0,67700	0,55
66,457	0,70027	0,6
66,2	0,72605	0,65
65,976	0,75461	0,7
65,789	0,78619	0,75
65,645	0,82108	0,8
65,546	0,85956	0,85
65,498	0,90195	0,9
65,502	0,94862	0,95
65,563	1	1

Fonte: Própria (2019).