

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. DESCRIÇÃO GERAL DA UNIDADE PRODUTIVA

A unidade industrial na qual se realizou o trabalho, objeto deste estudo é a de produção de filter tow, da Rhodia Acetow Brasil Ltda., localizada em Santo André.

Em linhas gerais a descrição do processo de produção, conforme esquematicamente representada na Figura 3.1, é idêntica à contida nas enciclopédias de referência (Kirk-Othmer, 1984; Ullmann's, 1994).

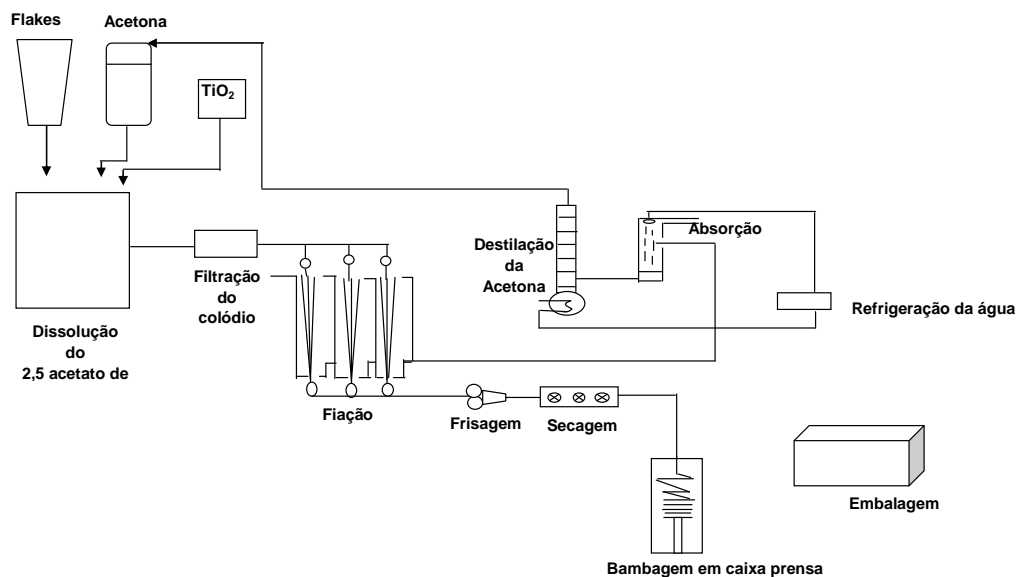


Figura 3.1 – Representação da produção de Filter Tow. Fonte: Nasser, 2005.

As soluções de polímeros são usualmente convertidas nas formas de fibras por

fiação ou extrusão.

A extrusão a seco é usada principalmente para a obtenção das fibras dos acetatos de celulose. A solução de polímero de acetato ou triacetato de celulose num solvente é forçada através de uma fieira de múltiplos pequenos furos, para uma célula com ar aquecido, que flui de forma concorrente, formando os filamentos por evaporação do solvente.

Na extrusão úmida, a solução de polímero é forçada através de uma fieira para um líquido não solvente, que coagula os filamentos, sendo em seguida retirados do líquido.

Em extrusão por fusão, polímero fundido é forçado para uma corrente de ar, que refrigera as faixas, formando os filamentos.

O processo de extrusão a seco, utilizado na produção de fibras de 2,5 acetato e triacetato de celulose, consiste de quatro operações principais:

- dissolução do acetato de celulose num solvente volátil;
- filtração da solução para remover a matéria insolúvel;
- extrusão da solução para formar fibras;
- lubrificação e condicionamento da fibra até a embalagem adequada.

Na unidade em estudo, utiliza-se o método mais usual, de acordo com as referências, isto é, a extrusão a seco, de um colódio obtido pela dissolução em acetona do 2,5 acetato de celulose, em uma concentração aproximada de 29% em massa, com baixo teor de dióxido de titânio, que garante a brancura da solução homogênea. O colódio descrito é obtido num misturador, que é em seguir filtrado, para eliminação de géis e impurezas, e alimentado às fieiras, onde ocorre a extrusão, ou fiação, por meio de bombas de deslocamento positivo, de volume constante, denominadas bombas de título. A fieira é constituída de múltiplos furos

de características precisas, para obtenção do perfil desejado do filamento, que, no caso deste produto, necessita ter um formato em Y após a evaporação da acetona do filamento, o que potencializa ainda mais o caráter de excelente meio filtrante do acetato de celulose.

O feixe de filamentos obtido passa pelo interior de uma coluna ou célula de fiação, com comprimento variando entre 6 a 8 metros, provida de camisa por onde passa vapor, condensado, ou ambos, aquecendo o ar ambiente, também alimentado pela porção superior da célula de fiação, mantida a pressão ligeiramente inferior à do ambiente, visto que a célula está ligada à sucção de ventiladores centrífugos, resultando, portanto, num fluxo de ar ao longo da célula, concorrente ao fluxo dos filamentos.

A acetona originalmente contida no colódio evapora, inicialmente, à saída da fieira, por *flash*, ou evaporação instantânea, devido à significativa diferença de pressão, e depois, ao longo da célula, de forma gradual, através de um processo de difusão da acetona, contida no interior do filamento, seguido de evaporação, à superfície do filamento, envolvendo processos de transferência de quantidade de movimento, massa e energia, indicados esquematicamente para um filamento na Figura 3.2, mas que ocorrem igualmente com todos os filamentos constituintes do fio produzido naquela célula de fiação.

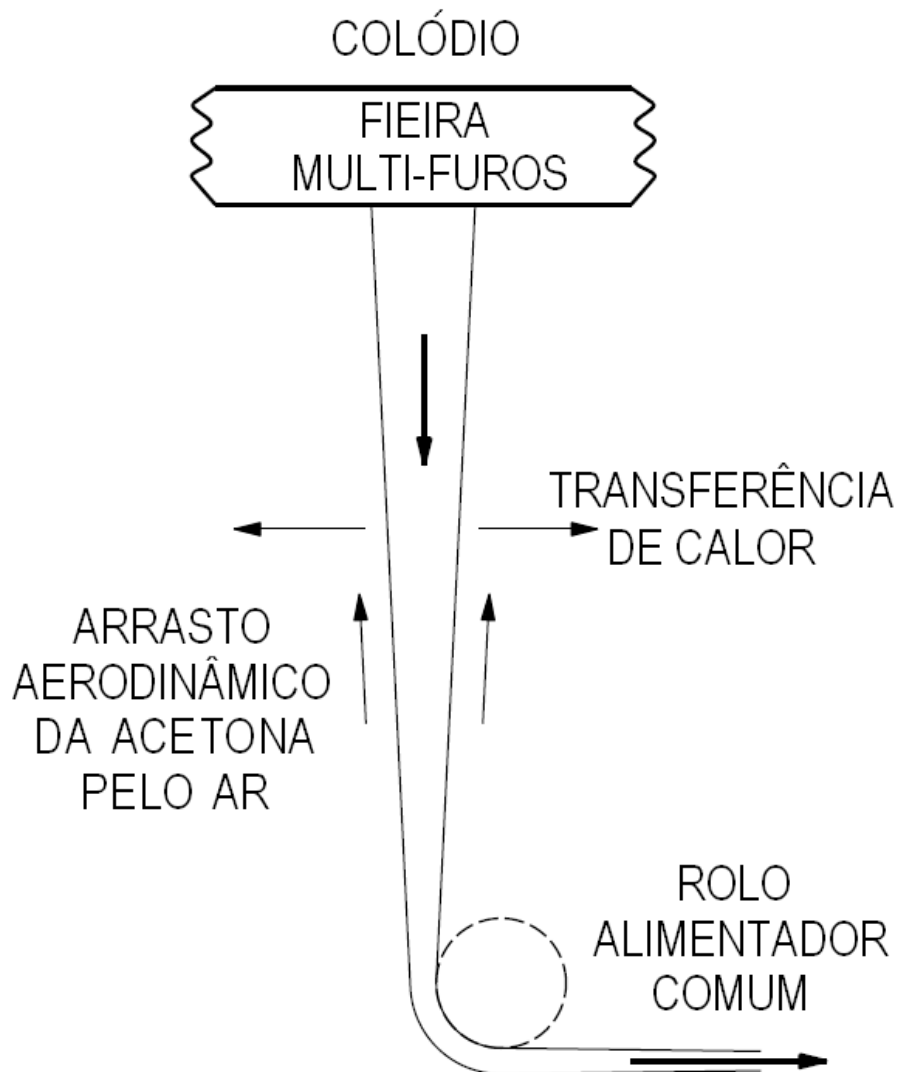


Figura 3.2 – Detalhe de operação de um filamento. Fonte: Miller, 2004.

A acetona evaporada do filamento passa para o ar, aspirado da célula de fiação por meio da ação de ventiladores centrífugos, inicialmente direcionado para os coletores das máquinas, onde ar novo, da atmosfera local, ou então, contendo teor inferior de acetona, vindo dos secadores, é alimentado, visando reduzir a concentração de acetona, com o objetivo de garantir a segurança da instalação. Esta diluição resulta num significativo aumento da dimensão dos equipamentos envolvidos, inclusive porque as velocidades nas correntes em que a concentração

de acetona é próxima ao limite inferior de explosividade é limitada a 10 m/s, para evitar acúmulos indevidos de energia eletrostática. A corrente de ar contendo acetona é denominada de ar acetonado, que, coletado através de grandes coletores de aspiração, é direcionado às inúmeras colunas de absorção, distribuído através de igualmente grandes coletores de recalque. A acetona é recuperada por absorção, utilizando água gelada alimentada no topo da coluna, fluindo em contra corrente com o ar acetonado, que sai do topo praticamente isento de acetona. Em consequência das grandes dimensões, baixas velocidades e concentrações, a eficiência dos equipamentos de troca de massa e energia é baixa. A solução aquosa de acetona, obtida no fundo das colunas de absorção, a uma concentração de 2,5 a 3,2 % em massa, é alimentada às colunas de destilação, onde a acetona recuperada é reciclada à dissolução do 2,5 acetato de celulose, e a água, obtida no fundo, contendo traços de acetona, é resfriada para reciclo às colunas de absorção.

De acordo com o descrito, a necessidade ambiental e econômica de recuperar e reciclar todo vapor de acetona obtido na fiação e nas seções subseqüentes resulta num custo operacional significativo, o que explica a tendência atual de aumentar o conteúdo de sólido no colódio, pela adição de pequenas quantidades de acetato de amido (Lepeniotis, 1998), visando a redução da viscosidade, melhorando o transporte de massa no colódio, resultando em menor teor de acetona e, conseqüentemente, num menor custo operacional para sua recuperação.

As centenas de filamentos formados à saída da fieira juntam-se para formar o fio, em que, à saída da célula de fiação, aproximadamente 80% da acetona inicialmente alimentada foi evaporada. O fio passa por um banho em solução de óleo de ensimagem, que tem a função de reduzir a carga eletrostática do produto, unindo-se aos outros fios, obtidos nas demais colunas de fiação constituintes da máquina de fiação, constituindo a mecha, passando então pela etapa de frisagem, que confere uma deformação permanente à mecha, seguida da de secagem e

posterior seqüência de embalagem, que inclui a prensagem do fardo, forma com que o produto é encaminhado ao cliente.

Cabe indicar, como precisão da descrição deste item, que a unidade em estudo é constituída de dois diferentes conjuntos de máquinas de fiação, respectivamente denominados de *Fiação 1* e *Fiação 2*.

A *Fiação 1* é constituída de máquinas de fiação individuais, cada qual montada em sua estrutura independente e provida de um coletor individual de ar acetinado. As mechas frisadas de duas máquinas adjacentes são encaminhadas a um secador de tambor, que requer alimentação de água adicional para garantir a secagem, devido ao baixo tempo de permanência da mecha em seu interior (Nasser & Cronemberger, 2003).

A *Fiação 2* é constituída de máquinas de fiação conjuntas, ou seja, cada estrutura contém de duas a três máquinas, havendo um único coletor de ar acetinado para cada conjunto. As mechas frisadas de cada conjunto de máquinas de fiação são encaminhadas a um secador de banda ou esteira, de grandes dimensões, que garante alto tempo de retenção da mecha, podendo não necessitar de água adicional para garantir a secagem (Nasser & Cronemberger, 2003).

3.2. DESCRIÇÃO DA UNIDADE DE RECUPERAÇÃO DE ACETONA

Toda a acetona utilizada como solvente no processo descrito de obtenção das fibras de acetatos de celulose por extrusão a seco precisa ser reciclada ao processo e esta recuperação tem um significativo custo operacional, sendo, portanto, considerada como parte integrante do processo (Kirk-Othmer, 1984).

A acetona evaporada nas diversas etapas é coletada através de sistemas de aspiração, constituídos de dutos interligando os diversos pontos em que a acetona é liberada a ventiladores centrífugos, que movimentam a mistura. O recalque dos ventiladores é então encaminhado ao fundo de colunas de absorção ou leitos de carvão ativado, caracterizando o processo de adsorção.

No processo de absorção, a acetona contida no ar é recuperada por água gelada em contra corrente, alimentada no topo das colunas, obtendo-se uma solução aquosa de acetona, que é então destilada.

No processo de adsorção, utilizando leitos de carvão ativado, a acetona contida no ar é adsorvida pelo carvão ativado, até que a superfície deste produto esteja saturada, quando se inicia a etapa de dessorção, fazendo passar vapor pelo leito de carvão, evaporando a acetona, obtendo uma mistura vapor, que, após a condensação, é destilada.

A recuperação de acetona como um todo evita a emissão de acetona ao meio ambiente, melhora a economia do processo, sendo executada de forma a garantir a segurança das instalações. A acetona recuperada é recirculada ao processo, bem como a água que, resfriada recircula ao processo, de tal forma que a unidade de produção de Filter Tow não tem efluentes líquidos.

Conforme indicado na representação esquemática, contida na Figura 3.1, na unidade fabril em estudo, o ar contendo acetona, obtido na fiação do produto, é alimentado às colunas de absorção, sendo as mais antigas (ano de construção: 1927), providas de pratos, que estavam para ser desativadas no início da etapa de levantamento de dados operacionais, substituídas por nova coluna provida de recheios estruturados. Existem três colunas providas de pratos adequados (ano de construção: 1971), identificadas por 14, 15 e 16, constituindo a Torre II, bem como duas colunas de absorção providas de recheios estruturados (ano de construção:

2005, a primeira, sendo que a partida da segunda ocorreu na metade de 2007, quando o presente estudo já havia sido iniciado).

A corrente de saída líquida, obtida nas colunas de absorção, contendo entre 2,5 a 3,2 % de acetona em massa é destilada em duas colunas providas de pratos valvulados, obtendo corrente a 97,8% em massa de acetona pelo topo, que é reciclada à dissolução do acetato de celulose, e, pelo fundo, água contendo níveis desprezíveis de acetona (entre 10 e 50 ppm), que é resfriada, inicialmente em economizadores das próprias colunas de destilação, aquecendo sua alimentação, saindo a aproximadamente 57°C, para ser resfriada em trocador de placas até 29°C, e, posteriormente, com refrigeradores, movidos a energia elétrica, utilizando fluidos térmicos, até 7°C, retornando às colunas de absorção.

3.3. METODOLOGIA FENOMENOLÓGICA

A execução dos diversos trabalhos mencionados na Unidade de Recuperação de Acetona e em específico na etapa da Absorção de acetona em água gelada, requereu que se padronizasse o procedimento de trabalho.

Criou-se então uma metodologia, que se demonstrou válida para esta fase inicial, bem como para os estudos subseqüentes, que consiste em criar uma *Fotografia* da situação estudada, estabelecendo uma simulação coerente com os dados tomados da operação normal da coluna de absorção estudada.

Entende-se por *Fotografia* o conjunto de resultados de modelagem efetuada por qualquer tipo de meio de cálculo científico que reproduza com fidelidade a situação operacional estudada (Nasser & Taqueda, 2008).

3.3.1. MEDIÇÕES REQUERIDAS PARA ESTABELEECER A *FOTOGRAFIA*

As colunas de absorção estudadas só dispõem de medição da vazão volumétrica (m^3/h) da água gelada alimentada, corrente em que também é medida a temperatura ($^{\circ}\text{C}$).

Na outra corrente alimentada às colunas de absorção, que é a de ar contendo acetona vinda da fiação, e diluída nos coletores das máquinas, mede-se, após o radiador de resfriamento, somente a concentração de acetona (g/Nm^3), temperatura ($^{\circ}\text{C}$) e pressão (mm ca ou kPa).

Na corrente líquida de saída, a solução aquosa de acetona, mede-se concentração de acetona (% em massa) e temperatura ($^{\circ}\text{C}$).

Por fim, na corrente gasosa de saída, o ar lavado, saindo pelo topo da coluna, mede-se a concentração de acetona (g/m^3), temperatura ($^{\circ}\text{C}$) e a velocidade do ar saindo pelo duto de saída (m/s), para as colunas providas de pratos, em que o ar lavado sai para o ambiente, ou, para as colunas providas de recheios estruturados, a vazão mássica, além de considerar a pressão barométrica local (mm Hg abs. ou kPa), para as colunas providas de pratos, e a pressão medida à saída do ar lavado (mm ca ou kPa), para as colunas providas de recheios estruturados.

A Figura 3.3 indica todas as medições executadas, base do estabelecimento da *Fotografia*.

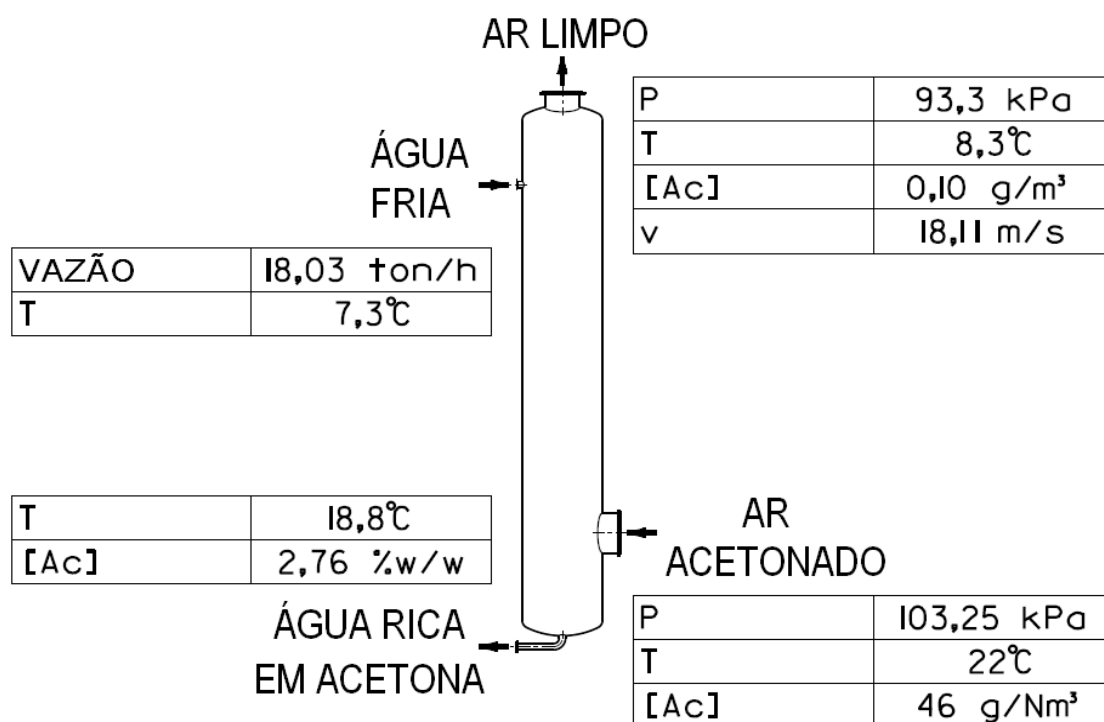


Figura 3.3 – Representação esquemática da *Fotografia*

3.3.1.1. DESCRIÇÃO DAS MEDIÇÕES DA *FOTOGRAFIA*

3.3.1.1.1. MEDIÇÕES NA CORRENTE DE ALIMENTAÇÃO DE AR ACETONADO

3.3.1.1.1.1. TEMPERATURA E PRESSÃO NA CORRENTE DE ALIMENTAÇÃO DE AR ACETONADO

Efetuada por sensores localizados na linha de alimentação, situados após os radiadores de resfriamento nas colunas providas de pratos, e na linha de alimentação, nas colunas providas de recheios.

O sinal elétrico obtido neste sensor é retransmitido ao painel de controle do sistema de recuperação de acetona. O sistema descrito é calibrado periodicamente.

3.3.1.1.1.2. CONCENTRAÇÃO DE ACETONA NA CORRENTE DE ALIMENTAÇÃO DE AR ACETONADO

Esta determinação é feita por um detector de ionização de chama, sigla FID (do inglês *Flame Ionization Detector*), que utiliza como princípio a ionização de átomos de carbono orgânico numa chama de hidrogênio, mantida pela alimentação de ar de combustão isento de hidrocarbonetos.

A chama de hidrogênio queima num campo elétrico gerado por uma corrente contínua entre dois eletrodos. Durante a combustão na chama de hidrogênio são geradas partículas ionizadas dos compostos orgânicos presentes no gás de análise. O resultado do processo é o fluxo de uma corrente de ionização entre os dois eletrodos, que é diretamente proporcional ao número de átomos de carbono presentes no gás de análise, o que é amplificado eletronicamente e convertido num sinal de voltagem.

O analisador é constituído por uma unidade central e por um módulo de análise, conectados por um cabo de conexão. O módulo de análise contém o detector com a câmara de combustão, bem como uma bomba integrada para a injeção de ar, além de reguladores de pressão. A pressão na entrada do gás de análise e na câmara de combustão é mantida abaixo da pressão atmosférica (0,6 – 0,7 bar). A maior parte do gás de análise (80 – 100 l/h) flui através do bocal de derivação, sendo transportado, juntamente com o ar de instrumentação, para a descarga de ar. Uma pequena e constante fração do gás de análise é misturada com o gás de combustão, passando através do bocal do queimador, para ser introduzida na câmara de combustão, onde é queimada com o ar de combustão.

As vazões de ar e do gás de combustão são mantidas constantes por meio dos reguladores de pressão. A linha de gás de análise é conectada à entrada do módulo, em que flutuações de pressão entre 0,8 e 1,2 bar são permitidas, sem alteração da vazão.

Assim que a temperatura do detector atingir 150°C, o ar de instrumentação para o injetor é ligado, bem como os reguladores de pressão, garantindo condições constantes. Uma resistência de ignição acende a chama de hidrogênio, monitorada por um sensor de temperatura.

A calibração é efetuada periodicamente. O conjunto é calibrado em dois pontos:

- zero, com ar;
- referência: gás de teste (propano) em nitrogênio.

No caso do presente estudo, de determinação da concentração de acetona em ar ambiente, o instrumento é adequado para concentrações superiores a 10.000 ppm, com um erro inferior a 2%. Na unidade em estudo, a concentração é expressa em g/Nm³ (ABB, 2009; ABB, 2000) .

3.3.1.1.2. MEDIÇÕES NA CORRENTE DE ALIMENTAÇÃO DE ÁGUA GELADA

3.3.1.1.2.1. VAZÃO DE ALIMENTAÇÃO DE ÁGUA GELADA

Efetuada por conjunto consistindo de placa de orifício, instalada na linha de alimentação de água, situada após os filtros. A pressão diferencial gerada na placa de orifício é transformada em sinal elétrico no transmissor específico, que é retransmitido ao painel de controle do sistema de recuperação de acetona.

O sistema descrito é calibrado periodicamente.

3.3.1.1.2.2. TEMPERATURA DE ALIMENTAÇÃO DE ÁGUA GELADA

Efetuada por sensor localizado na linha de alimentação.

O sinal elétrico obtido neste sensor é retransmitido ao painel de controle do sistema de recuperação de acetona.

O sistema descrito é calibrado periodicamente.

3.3.1.1.3. MEDIÇÕES NA CORRENTE GASOSA DE SAÍDA

3.3.1.1.3.1. VAZÃO DA CORRENTE GASOSA DE SAÍDA

Efetuada por um anemômetro, para as colunas providas de pratos, e por um sistema provido de tubo de Pitot, para as colunas providas de recheios estruturados, instrumentos que determinam a velocidade de escoamento da mistura.

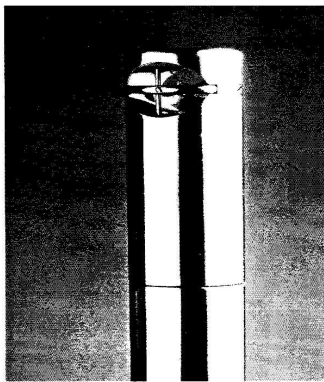
No tubo de Pitot, a diferença de pressão é retransmitida como sinal elétrico ao painel, lendo a vazão mássica, através da correção da massa específica. Por ser um conjunto integrado de instrumento e transmissor, sua descrição se torna idêntica aos demais instrumentos semelhantes.

O conjunto é calibrado periodicamente.

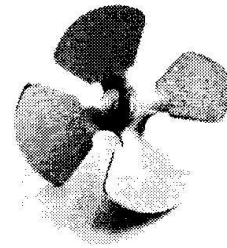
O anemômetro é portátil, utilizado para a medição local nas três colunas providas de partos.

O sensor do anemômetro é constituído por uma sonda provida de uma hélice integrada a um sensor de temperatura, instalados na ponta de uma haste cilíndrica de 25 mm de diâmetro, provida de indicação do sentido de fluxo. Um cabo elétrico de 1 m de comprimento interliga a haste ao visor portátil, programado através de teclas, utilizadas para a seleção da medida desejada.

O sensor e a hélice são apresentados na Figura 3.4.



(a)



(b)

Figura 3.4 (a) Sensor do anemômetro e (b) Hélice do anemômetro. Fonte: Höntzsch, 2003.

O conjunto é calibrado a 1, 2, 5, 10, 15, 20, 25 e 30 m/s, com um erro máximo de 4% para as menores velocidades, tendo, contudo, um erro inferior a 1% para as faixas usuais de velocidade (entre 15 e 25%). O conjunto é calibrado periodicamente (Höntzsch, 2003).

3.3.1.1.3.2. TEMPERATURA E PRESSÃO DA CORRENTE GASOSA DE SAÍDA

A temperatura é medida juntamente com a velocidade, no anemômetro portátil utilizado nas três colunas de pratos.

A calibração do instrumento considera a medição de temperatura.

Nas colunas providas de recheios estruturados, a temperatura é medida por sensor instalado à saída da coluna. O sinal elétrico obtido neste sensor é retransmitido ao painel de controle do sistema de recuperação de acetona. O sistema descrito é calibrado periodicamente.

Nas colunas providas de recheios estruturados, a pressão é medida por sensor instalado à saída da coluna. O sinal elétrico obtido neste sensor é retransmitido ao painel de controle do sistema de recuperação de acetona. O sistema descrito é calibrado periodicamente.

Nas colunas providas de pratos não há necessidade de efetuar a medição de pressão à saída da corrente de ar lavado, visto que a pressão é a atmosférica.

3.3.1.1.3.3. CONCENTRAÇÃO DE ACETONA DA CORRENTE GASOSA DE SAÍDA

Esta determinação, é feita de acordo com o procedimento Rhodia CQ CQ 257 (Urbaneja, 2005, Serrano, 2008).

A análise de concentração de acetona no ar limpo é realizada uma vez por turno para cada coluna de absorção em operação. A análise é feita com o equipamento Mini-RAE 2000, que mede em tempo real a concentração de voláteis no ar. Ao ser introduzido no orifício da coluna, irá medir a concentração de

acetona em gramas de acetona por centímetro cúbico de ar (g/cm^3), sendo necessário converter o valor encontrado para gramas por metro cúbico (g/m^3). A especificação determina valores de no máximo $0,3 \text{ g}/\text{m}^3$. Se forem encontrados valores fora dos limites de especificação é feita a atuação no processo, de forma a ajustar a concentração de acordo com a especificação.

O equipamento Mini-RAE 2000 é um monitor compacto portátil, específico para determinação de concentração de compostos orgânicos voláteis (COV) em misturas gasosa com ar, em faixas consideradas diluídas. É provido de uma lâmpada ultravioleta (UV) sem eletrodos como fonte de alta energia por foto ionização, denominado sensor PID. Ao passarem pela lâmpada, os vapores orgânicos são fotos ionizados e os elétrons ejetados são detectados como uma corrente. O sensor PID detecta uma ampla faixa de vapores orgânicos; com uma lâmpada de maior energia ($11,7 \text{ eV}$) detecta todos os compostos, e, com uma lâmpada de menor energia ($9,8 \text{ eV}$) é seletivo para compostos facilmente ionizáveis, como os aromáticos. É construído como uma pequena cavidade em frente à lâmpada UV, em frente da qual passa a amostra, aspirada por uma bomba instalada no monitor.

A precisão do monitor descrito para sua faixa usual de trabalho, para temperaturas entre 0 e 45°C , é expressa em concentração de isobutileno, pela faixa 0 a 2000 ppm é $0,2\%$. Acima de 2000 ppm a precisão é de 20% (RAE, 1999).

3.3.1.1.4. MEDIÇÕES NA CORRENTE LÍQUIDA DE SAÍDA

3.3.1.1.4.1. TEMPERATURA DA CORRENTE LÍQUIDA DE SAÍDA

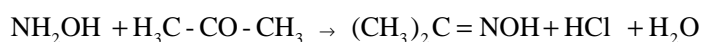
Efetuada por sensor localizado na linha de alimentação.

O sinal elétrico obtido neste sensor é retransmitido ao painel de controle do sistema de recuperação de acetona. O sistema descrito é calibrado periodicamente.

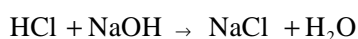
3.3.1.1.4.2. CONCENTRAÇÃO DE ACETONA NA CORRENTE LÍQUIDA DE SAÍDA

O procedimento utilizado, identificado como procedimento Rhodia CQ CQ 202 (Silva, 2006, Serrano, 2008) determina que a amostra para esta análise seja constituída de aproximadamente 10 ml de amostra, retirada da corrente líquida obtida na coluna de absorção, denominada água rica.

Este método baseia-se na reação da acetona contida na amostra com Cloridrato de Hidroxilamina, segundo a reação:



Titulando o Ácido Clorídrico formado com Hidróxido de Sódio, segundo a reação:



Adicionar em um erlenmeyer de 500 mL, 40 mL de Cloridrato de Hidroxilamina à 5% e 10 mL da amostra à ser analisada, homogeneizar a amostra e fechar com rolha o erlenmeyer.

Adicionar algumas gotas de Azul de Bromofenol alcalino a 0,25%. Homogeneizar e titular com Hidróxido de Sódio 0,5 N até a viragem da coloração amarelada para azul persistente, anotar o volume utilizado, sendo igual à “Vg”.

O teor de acetona na água rica é expresso por:

$$\%_{\text{acetona}} = \frac{V_g \times 0,0293 \times 100 \times F}{10 \times D} \quad (3.1)$$

onde:

V_g = Volume consumido de Hidróxido de Sódio;

0,0293 = Fator estequiométrico;

D = Densidade da amostra;

100 = Para expressar em porcentagem;

10 = volume de amostra;

F = Fator de correção do Hidróxido de Sódio 0,5N.

O erro desta determinação, praticada conforme descrito é $\pm 0,026\%$ (Sakumaite, 2009).

3.3.1.1.5. MEDIÇÃO DO DIFERENCIAL DE PRESSÃO NA COLUNA

A medição da diferença de pressão entre a corrente de alimentação da corrente gasosa de ar acetonado e a corrente gasosa de ar lavado, saindo pelo topo da coluna de absorção, é efetuada por um instrumento de medição de diferencial de pressão instalado junto à coluna. O sinal elétrico obtido neste sensor é retransmitido ao painel de controle do sistema de recuperação de acetona.

O sistema descrito é calibrado periodicamente.

Apesar das colunas providas de prato não serem providas desta medição específica, a diferença de pressão entre a corrente gasosa de alimentação de ar

acetonado e a corrente gasosa de ar lavado, saindo pelo topo da coluna de absorção, é dada pela leitura da pressão na corrente de alimentação de ar acetonado, através da medição de pressão na corrente gasosa de alimentação de ar acetonado, conforme o descrito em 3.3.1.1.1.1, visto que a saída da corrente de ar lavado pelo topo da coluna é feita à pressão atmosférica.

3.3.2. ESTABELECIMENTO DO BALANÇO COERENTE DE MASSA

As medições indicadas na Figura 3.3 das correntes de ar acetonado e água fria, além das de pressão e velocidade da corrente de ar limpo, efetuadas conforme o descrito em 3.3.1.1, são os dados de entrada do balanço coerente de massa, que é iniciado na corrente gasosa de saída, a partir da medição da velocidade, usando o anemômetro, provido também de um sensor de temperatura, conforme o descrito em 3.3.1.1.3.1, para as colunas providas de pratos, tomando inúmeras medidas de ambas. Como o diâmetro do bocal de saída é conhecido, é possível, portanto, determinar a vazão volumétrica. Conforme o descrito no mesmo item, para as colunas providas de recheios, a medição de vazão é feita através de um Pitot, interligado ao sistema de controle. Um monitor de compostos orgânicos voláteis, descrito no item 3.3.1.1.3.3, mede a concentração de acetona na corrente gasosa de saída. Devido à desprezível concentração de acetona, a concentração de água desta corrente e a massa específica são obtidas por carta psicométrica, para a pressão barométrica e temperatura da corrente de saída da coluna de absorção, no caso das colunas providas de pratos. Para as colunas providas de recheios, a pressão da corrente gasosa de saída é inferior à pressão atmosférica, sendo medida por um sensor de pressão. Subtraindo-se as vazões mássicas de acetona e água da vazão mássica calculada, a vazão mássica de ar na corrente gasosa de saída é então obtida.

Para a determinação da corrente de alimentação, a modelagem é iniciada impondo-se que a vazão mássica de ar que sai pelo topo, calculada

anteriormente, é idêntica à vazão de ar alimentada, o que não é afastado da realidade, considerada a baixíssima solubilidade do ar na corrente líquida de saída, pelo fundo da coluna. É, entretanto, importante assinalar que o simulador leva em consideração esta solubilidade, confirmando a hipótese de ser baixíssima.

Através de balanços de massa parcial e total das correntes, e, considerando válido o comportamento de gás ideal para as correntes gasosas de alimentação e ar lavado, é possível estabelecer o balanço material coerente, aplicando um método iterativo com correções, já que a medição de velocidade de ar não possui a confiabilidade desejada.

Ao contrário, as medições de vazão, temperatura e densidade da alimentação de água gelada, bem como as determinações de concentração de acetona, temperatura e densidade da corrente líquida de saída no fundo da coluna são confiáveis, auxiliando no estabelecimento do balanço. O método iterativo compara dados mássicos obtidos pelo parâmetro velocidade com os aqueles obtidos pela concentração de acetona. A cada iteração do método sugere uma velocidade ideal da corrente gasosa de saída, sendo este valor novamente inserido na planilha, recalculando todas as variáveis. A diferença entre os valores através da velocidade e da concentração constitui o erro minimizado pelo balanço material coerente (Nasser & Tutyia, 2005).

3.3.3. SIMULAÇÃO TERMODINÂMICA

O resultado do balanço coerente de massa é utilizado na modelagem da operação de absorção, tomando, como dados das correntes de entrada, a da corrente gasosa de ar com acetona, vinda da fiação, tal qual para as colunas providas de recheios estruturados, e, após resfriamento no radiador, no caso das colunas providas de pratos, e a corrente líquida de água gelada.

Para a primeira, são fornecidas sua vazão e composição mássica, temperatura e pressão, e, para a segunda, sua vazão volumétrica e temperatura. Informa-se ainda a pressão de saída, que é barométrica local para as colunas de pratos e a medida, para as colunas providas de recheios estruturados.

As concentrações de acetona nas correntes de saída, respectivamente a corrente gasosa de ar lavado, gerada no topo da coluna, e a corrente líquida contendo a acetona absorvida, gerada no fundo da coluna, são obtidas a partir do ajuste manual do número de estágios de equilíbrio (N_T), de tal modo que os resultados expressos para estas correntes, caracterizados principalmente por meio de suas concentrações de acetona, além de suas pressões, temperaturas e vazões, sejam suficientemente próximos aos valores medidos.

O número de estágios de equilíbrio é inicialmente obtido graficamente por McCabe-Thiele, conforme descrito em 2.1.4, e ilustrado na Figura 2.2, sendo fornecido ao simulador, realizando então a primeira verificação através de simulação, obtendo o conjunto completo de dados hidráulicos de cada estágio teórico, com o qual é possível melhorar a exatidão da determinação. A *Fotografia* da situação original está definida quando os resultados obtidos com o modelo estabelecido coincidem com as condições operacionais reais, levantadas a partir das medidas, de acordo com o detalhado em 3.3.1.

Um complemento hidrodinâmico é efetuado utilizando o modo Verificação ("Rating") do simulador, informando as características geométricas dos pratos ou dos recheios, obtendo, como resposta, para as colunas providas de pratos, seu desempenho quanto à inundação sobre o prato e no ladrão, perda de carga em cada prato, velocidade de escoamento da fase líquida sobre os pratos e ladrões, tempo de residência da fase líquida sobre os pratos, composição das misturas líquida e gasosa em cada estágio teórico, etc... Para os recheios, a resposta principal se refere à porcentagem da máxima capacidade operacional, perda de carga no leito, perda de carga por unidade de altura do leito de recheio, tempo de

residência da fase líquida no leito, composição das misturas líquida e gasosa em cada estágio teórico, etc... Para confirmar a verificação efetuada, a partir dos dados hidráulicos, disponíveis para cada prato teórico e para ambas as fases, uma verificação da hidrodinâmica dos internos pode ser feita por outros métodos publicados em centros de referência (FRI, 1966), ou através de programas de fornecedores diversos (Interpacking, 2007).

Existem diversos simuladores comerciais, que são programas disponíveis, providos de bancos de dados com propriedades físicas dos compostos químicos, modelos para cálculos de equilíbrio de fase e para reproduzir as operações unitárias comuns. O ASPEN PLUS dispõe de modelos provados para operações de estágios de equilíbrio, como ainda um conjunto abrangente de modelos de equilíbrio líquido-vapor, aliados a parâmetros da mistura binária água-acetona, tomados de bancos de dados (Ferreira, 2004).

3.4. METODOLOGIA EMPÍRICA

Conforme justificado na Introdução, apesar dos bons resultados obtidos ao longo dos anos, que possibilitaram acumular um bom conhecimento sobre o processo, a partir do estabelecimento e da utilização da metodologia fenomenológica, sua utilização é restrita ao objeto da *Fotografia*, constituído, no caso do presente estudo, das colunas de absorção, não se adequando a quaisquer impactos causados por outras áreas da produção, que se constituem nos “ruídos”, que interferem na qualidade dos resultados da *Fotografia*, principalmente quanto à sua reprodutibilidade. Além do mais, conforme o descrito no item 3.3.1, o estabelecimento da *Fotografia* envolve uma relativa complexidade, requerendo especialização de mão-de-obra, além de considerável tempo, ambos nem sempre disponíveis.

Desta forma, como bem descrito na Introdução, o objetivo específico deste estudo se constitui no estabelecimento de metodologia que possibilite uma avaliação mais simples e eficaz. Esta metodologia será estabelecida a partir da execução de uma análise estatística, elaborada a partir do levantamento de dados históricos das variáveis utilizadas na metodologia fenomenológica, que se restringem às colunas de absorção, incluindo outras, os designados “ruídos”, tais como variáveis da produção do Filter Tow, praticados nas máquinas de fiação, como o título dos fios e a velocidade de fiação, como também características hidrodinâmicas dos internos das colunas, sua limpeza e integridade mecânica, teor residual de acetona na água em recirculação, além da umidade absoluta do ar alimentado às diversas etapas de produção.

Propõe-se, portanto, o desenvolvimento de uma análise estatística visando estabelecer um modelo empírico, que mostre, de forma mais ampla, a influência das variáveis de operação, indo, por assim dizer, além do efetuado na metodologia fenomenológica, isto é, partindo de seu conhecimento e utilização das variáveis nela envolvidas, específicas das colunas de absorção, ou ainda então, restringindo o volume de controle às colunas de absorção, incluindo outras variáveis, tais como, as já citadas variáveis operacionais da fiação, características operacionais e de manutenção das colunas, sobre a operação das colunas de absorção, expandindo de forma significativa o volume de controle.

Para atingir os objetivos propostos e confirmar a hipótese, os procedimentos a serem seguidos são:

- i. levantamento de dados históricos das variáveis envolvidas, estabelecendo, para as variáveis de efeito fenomenológico conhecido, relativos à operação das colunas de absorção;
- ii. estabelecimento e discussão dos balanços de massa coerentes;
- iii. efetuar a análise estatística das variáveis disponíveis, sejam as de conhecido impacto fenomenológico, sejam as identificadas e

- anteriormente descritas neste item, denominadas como “ruídos”;
- iv. eliminar os conjuntos contendo dados inconsistentes;
 - v. estabelecer modelos empíricos ajustados às variáveis pertinentes;
 - vi. codificar as variáveis;
 - vii. estabelecer modelos empíricos ajustados às variáveis codificadas;
 - viii. verificar tendências, visando equacionar o peso ou importância das variáveis envolvidas;
 - ix. manter constantes as variáveis que não causam impacto sobre as concentrações de acetona das correntes de topo e de fundo;
 - x. congelar um modelo empírico final;
 - xi. interpretação e discussão dos resultados;
 - xii. efetuar verificações fenomenológicas adicionais eventualmente requeridas.

Visando cumprir o descrito para estabelecer a metodologia empírica, desde a execução do levantamento de dados históricos, modelagem, bem como a realização e acompanhamento de testes complementares, para a validação dos modelos estabelecidos, foram realizadas medições completas, conforme o descrito, nas diversas colunas de absorção da unidade de recuperação de acetona da fábrica de Filter Tow da Rhodia Acetow, localizada em Santo André, São Paulo.

Resumidamente, pode-se dizer que, esta etapa, utilizando sempre as mesmas colunas de absorção, operadas de forma constante, será constituída do teste do menor número possível de fatores distintos de operação, sempre observando as respostas concentração de acetona na corrente gasosa de saída de ar lavado, pelo topo, e da corrente líquida contendo acetona absorvida, saindo pelo fundo, de todas as colunas de absorção avaliadas (Box et alli, 1978, Taqueda, 2002).

A verificação da efetividade da modelagem empírica será possível a partir

da discussão da influência de todas variáveis operacionais, de efeito fenomenológico já comprovado, bem como os “ruídos” descritos, sobre o controle das colunas de absorção utilizadas na recuperação da acetona, caracterizado pela adequação das concentrações de acetona nas correntes de topo e de fundo das colunas de absorção, estabilizando o processo, permitindo sua otimização.

3.4.1. DESCRIÇÃO DAS MEDIÇÕES REQUERIDAS PELA METODOLOGIA EMPÍRICA

3.4.1.1. DETERMINAÇÃO DA VELOCIDADE DE FIAÇÃO

A determinação da velocidade de fiação é feita através da medição da rotação do eixo do rolo da fridadeira, através da expressão:

$$v = r \times \frac{f \times 10}{\pi^2} \quad (3.2)$$

onde:

- v - velocidade de fiação, expressa em m/min (metros por minuto);
- r - rotação do eixo da fridadeira, expressa em rpm (rotações por minuto);
- 10 - acerto de unidades;
- f - fator de escorregamento do produto em relação aos rolos da fridadeira (para o Filter Tow, este fator é 0,54).

A rotação do eixo da fridadeira é medida utilizando um tacômetro, cuja precisão é $\pm 0,006\%$ (Shimpo, 2009).

Para a produção de um determinado título, ajusta-se, portanto, a rotação do eixo da frisadeira à vazão da bomba de título, resultando na velocidade de fiação desejada (Morila, 2009).

3.4.1.2. DETERMINAÇÃO DO TÍTULO GLOBAL

O objetivo deste método (Sakumaite, 1999^A, Sakumaite, 1999^B, Serrano, 2008) é o de determinar o título global, através da pesagem, após umedecimento, tensionamento e secagem de uma amostra de filter tow.

A amostra a ser medida constitui-se de aproximadamente 1,5 metro de filter tow, tomada do fardo analisado. Em ambas extremidades da amostra são feitos nós, de forma a garantir a integridade da mecha durante o ensaio. O umedecimento da amostra é realizado por imersão em água, retirando o excesso, espremendo a amostra entre os dedos, de tal modo que ela fique somente saturada. O aparelho em que se executa o ensaio é constituído de uma régua vertical, provida de pinças, entre as quais a amostra é fixada; a pinça inferior é provida de um peso de aproximadamente 500 gramas. O tensionamento da amostra é executado, movimentando a outra pinça para cima. Após aproximadamente 20 minutos, tempo requerido para secagem da amostra, efetua-se a medida de seu comprimento na régua. Retira-se a amostra do aparelho, pesando-a em balança analítica. O resultado de título global será obtido, extrapolando o resultado para 9.000 metros.

O erro desta determinação, praticada conforme descrito é ± 119 , expresso em termos de leitura, dependendo do título nominal com que se está trabalhando, o que varia entre 30000 e 38000 den (Sakumaite, 2009).

3.4.1.3. DETERMINAÇÃO DO TEMPO DE LIMPEZA DOS INTERNOS

A necessidade da limpeza de qualquer dos tipos de colunas é definida pela elevação da perda de carga.

As colunas providas de pratos perfurados são limpas somente com água quente, sendo inundadas com a própria água de processo, aquecida pela alimentação de vapor pela parte inferior da coluna. A duração usual da limpeza de uma coluna é de um dia.

As colunas providas de recheios estruturados são limpas de acordo com um método, estabelecido a partir de uma determinação de laboratório, em que os recheios contaminados foram limpos de forma efetiva, fazendo circular por eles um surfactante a base de fosfatos, a quente, seguido de desinfecção com hidroperóxido de hidrogênio e passagem de vapor (Iacovone & Nasser, 2006). A duração usual da limpeza da coluna, segundo este método é de 3 dias.

A determinação do presente estudo foi criada durante o seu desenvolvimento, pela observação de quanto, pelo menos qualitativamente, esta variável pode influenciar o desempenho das colunas de absorção.

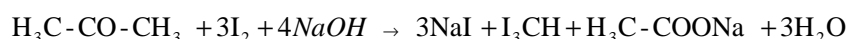
Apesar dos métodos de limpeza das colunas serem, conforme descritos, o tempo considerado como a presente variável é expresso em dias desde cada coluna limpa tenha voltado a operar (Santos, 2009).

3.4.1.4. DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE ACETONA NA ÁGUA POBRE

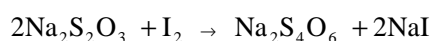
O procedimento utilizado, identificado como procedimento Rhodia CQ CQ 203 (Wohnrat, 1993, Serrano, 2008) determina que a amostra para esta análise seja constituída de aproximadamente 100 ml de amostra, retirada da corrente de água

obtida na destilação de acetona, denominada água pobre.

Este método baseia-se na reação da acetona contida na amostra com iodo e hidróxido de sódio, segundo a reação:



Titulando o iodo não reagido com tiosulfato de sódio, segundo a reação:



Após o resfriamento da amostra, adicionar em um erlenmeyer de 250 mL, 5 ml de Hidróxido de Sódio 2N e 10 ml de Iodo N/10 sob constante agitação.

Deixar em repouso e ao abrigo da luz por 15 minutos. Adicionar 7 ml de ácido sulfúrico 2N, 4 à 5 gotas de amido solúvel 0,5 % e titular com tiosulfato de sódio N/10 até virar para incolor, sendo o valor igual à "V_g". Fazer um ensaio em branco nas mesmas condições usando 100 ml de água destilada. Titular com tiosulfato de sódio e anotar o volume gasto sendo este, igual à "P_b".

O teor de acetona na água pobre é expresso por:

$$ppm_{\text{acetona}} = \frac{(P_b - V_g) \times 0,000968 \times 10^6 \times F}{100} \quad (3.3)$$

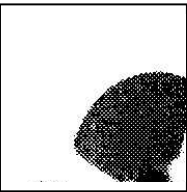
onde:

P_b = Volume gasto de Tiosulfato de Sódio N/10 no ensaio em branco;

V_g = Volume gasto de solução de Tiosulfato de Sódio N/10 na amostra;

0,000968 = Fator estequiométrico;

10% = Para relacionar em ppm;



100 = volume de amostra;

F = Fator de correção do Tiosulfato de Sódio N/10.

O erro desta determinação, praticada conforme descrito é $\pm 0,05\%$ (Sakumaite, 2009).

3.4.1.5. DETERMINAÇÃO DA UMIDADE ABSOLUTA DO AR AMBIENTE

A determinação da umidade absoluta do ar tomado do ambiente, utilizado na diluição da corrente de ar saindo das células de fiação, bem como daquele aspirado nas diversas células de fiação, é feito através de um transmissor de umidade temperatura, que as convertem um sinal de 4÷20 mA. O sensor de umidade relativa possui compensação de temperatura, já que possui dois sensores, um capacitivo, para medição de umidade relativa e outro resistivo em platina (Pt100), para a medição de temperatura. Os transmissores medem a umidade relativa, a temperatura no sensor e calculam a temperatura do bulbo úmido, a temperatura do ponto de orvalho, a umidade absoluta (g/m^3) e a relação da mistura (g/kg - gramas de água por kg de ar seco).

A precisão desta determinação é 1% da leitura de temperatura e 2,5% da de umidade relativa (Delta, 2009).