

## Controle do Processo TCPSD para Separação da Mistura

### Acetonitrila/Benzeno/Metanol

#### TCPSD Process Control for Separation of Acetonitrile/Benzene/Methanol Mixture

#### Control del Proceso TCPSD para la Separación de la Mezcla Acetonitrilo/Benceno/Metanol

Recebido: 23/12/2021 | Revisado: 01/01/2022 | Aceito: 06/01/2022 | Publicado: 09/01/2022

**Lucas de Melo Jurema Guimarães**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5031-5412>

Universidade Federal de Campina Grande, Brasil

E-mail: [lucas.guimaraes@eq.ufcg.edu.br](mailto:lucas.guimaraes@eq.ufcg.edu.br)

**Wagner Brandão Ramos**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9375-6995>

Universidade Federal de Campina Grande, Brasil

E-mail: [wagner.ramos@eq.ufcg.edu.br](mailto:wagner.ramos@eq.ufcg.edu.br)

#### Resumo

Visando uma maior economia em custos operacionais, a inclusão de correntes de reciclo e integrações térmicas são rotineiras nos processos químicos, gerando a necessidade de estruturas de controle mais robustas, capazes de impedir perdas devido a distúrbios rotineiros e proporcionar segurança operacional. A separação via *Triple-Column Pressure-Swing Distillation* (TCPSD) pode ser utilizada para separar diferentes solventes da indústria de química fina, e devido ao grande número de variáveis envolvidas, juntamente a integrações térmicas e correntes de reciclo, a definição de uma estrutura de controle eficaz se torna um problema complexo. Neste contexto, este trabalho tem como principal objetivo o desenvolvimento e avaliação de estruturas de controle *plantwide* para o processo TCPSD, utilizado para separação da mistura acetonitrila/benzeno/metanol. Utilizando os *softwares* Aspen Plus<sup>©</sup> e Aspen Plus Dynamics<sup>©</sup>, foram avaliadas duas estruturas de controle, nas quais as composições dos produtos são controladas por inferência, através do controle da temperatura de pratos sensíveis. A principal diferença entre as duas estruturas é que a Estrutura de Controle 1 possui uma malha de controle de soma dual de temperatura de pratos sensíveis na coluna de baixa pressão, manipulando a razão de refluxo. Ao avaliar os resultados das composições dos produtos ao atingir estado estacionário e valores de ISE, concluiu-se que ambas as estruturas são capazes de controlar distúrbios do tipo degrau na vazão e composição de alimentação do processo. Contudo, observaram-se melhores resultados na Estrutura de Controle 1.

**Palavras-chave:** TCPSD; Controle *plantwide*; Controle por inferência.

#### Abstract

Aiming for greater saving on operating costs, the inclusion of recycle streams and thermal integrations are routine in chemical processes, generating need for more robust control structures capable of preventing losses due to routine disturbances and providing operational safety. The Triple-Column-Pressure-Swing-Distillation (TCPSD) separation can be used to separate different solvents from the fine chemical industry, and due to the large number of variables involved, together with thermal integrations and recycle streams, the definition of an effective control structure becomes a complex problem. At this context, this paper has as main objective the development and evaluation of plantwide control structures for a TCPSD process used to separate the acetonitrile/benzene/methanol mixture. Using the Aspen Plus<sup>©</sup> and Aspen Plus Dynamics<sup>©</sup> software, two control structures were evaluated, in which the product compositions are controlled by inference, by controlling the temperature of sensitive plates. The main difference between the two structures is that Control Structure 1 has a dual sum control loop of temperature sensitive plates in the low-pressure column, manipulating the reflux ratio. When evaluating the results of compositions of products when reaching steady state and ISE values, it was concluded that both structures are capable of controlling step-type disturbances in flow and composition at feed stream of the process. However, the better results were observed in Control Structure 1.

**Keywords:** TCPSD; Plantwide control; Control by inference.

#### Resumen

Con el objetivo de lograr mayores ahorros en los costos operativos, la inclusión de corrientes de reciclaje y las integraciones térmicas son rutinarias en los procesos químicos, lo que genera la necesidad de estructuras de control más robustas capaces de prevenir pérdidas debido a perturbaciones rutinarias y proporcionar seguridad operativa. La *Triple-Column-Pressure-Swing-Distillation* (TCPSD) puede ser utilizada para separar diferentes disolventes de la industria química fina y, debido a la gran cantidad de variables involucradas, juntamente con las integraciones térmicas y las corrientes de reciclado, la definición de una estructura de control efectiva se vuelve un problema complejo. En este contexto, este trabajo tiene como objetivo principal el desarrollo y evaluación de estructuras de control *plantwide* para el proceso TCPSD, utilizadas para separar la mezcla acetonitrilo/benceno/metanol. Utilizando el *software Aspen Plus*<sup>©</sup>

y *Aspen Plus Dynamics*®, se evaluaron dos estructuras de control, en las que las composiciones del producto se controlan por inferencia, controlando la temperatura de platos sensibles. La principal diferencia entre las dos estructuras es que la Estructura de Control 1 posee un circuito de control de doble suma de platos sensibles a la temperatura en la columna de baja presión, que manipula la relación de reflujo. Al evaluar los resultados de las composiciones de los productos al alcanzar valores de estado estacionario y de ISE, se concluyó que ambas estructuras son capaces de controlar perturbaciones de tipo escalonado en el flujo y composición de la alimentación del proceso. Aún, se observaron mejores resultados en la Estructura de Control 1.

**Palabras clave:** TCPSD; Control *plantwide*; Control por inferencia.

## 1. Introdução

Nos últimos anos, devido a crises econômicas, aumentos nos valores de insumos energéticos (combustíveis e energia elétrica) e alta concorrência estrangeira, torna-se cada vez maior a necessidade de desenvolver processos economicamente viáveis, não afetando a segurança, a qualidade dos produtos, nem o meio-ambiente. Dentro deste contexto, a destilação se destaca por ser um dos processos mais utilizados na indústria para separação de misturas, porém é um processo que demanda um consumo de energia bastante elevado.

Dentre as diversas misturas que existem no universo de processos de separação, alguns possuem um comportamento não usual, onde a Lei de Raoult não representa de forma satisfatória, comumente sendo exemplificada por misturas onde os componentes possuem pontos de ebulição próximos (Seader *et al.* 2011). Estas misturas formam azeótropos, e quando isto ocorre, torna-se impossível a separação destas misturas através da destilação convencional.

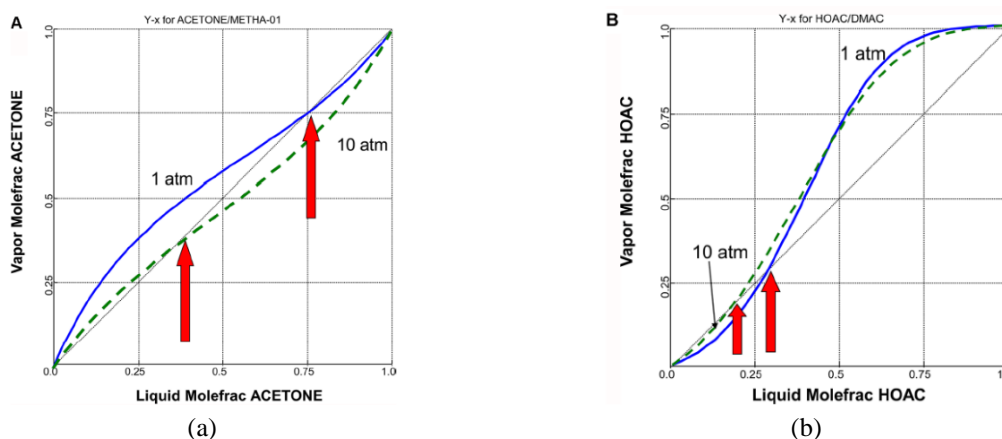
Caso haja, num sistema azeotrópico, a forte presença de forças repulsivas entre as espécies químicas, coeficiente de atividade maiores que a unidade, tem-se um azeótropo homogêneo de mínima fervura. Se, ao invés de repulsão, existir atração entre os componentes químicos, ou seja, coeficientes de atividade inferiores à unidade, tem-se a existência de um azeótropo de máxima fervura (Luyben *et al.* 2012).

Algumas metodologias podem ser aplicadas para a separação de misturas azeotrópicas, como a destilação extrativa ou destilação por mudança de pressão (*pressure-swing*). O processo de destilação extrativa, composto por duas colunas de destilação, é amplamente utilizado para separar azeótropos e misturas cujos componentes tenham pontos de ebulição próximos (Seader *et al.* 2011). Tais processos se valem de um solvente de alto ponto de ebulição sendo introduzido próximo ao topo da primeira coluna para extrair um dos componentes do azeótropo, enquanto o outro componente sai praticamente puro no destilado. Enquanto isso, os demais componentes (primeiro componente do azeótropo e o solvente) saem pela base para alimentar uma segunda coluna onde serão separados em alta pureza, sendo na base a saída do solvente (que voltará a alimentar a primeira coluna através de um reciclo (Luyben *et al.* 2012).

Segundo Luyben (2012), os principais problemas nesse método são a escolha de um solvente apropriado para que o consumo energético e a controlabilidade não sejam afetados.

Um comportamento comum em azeótropos é a variação do ponto de azeotropia ao alterar-se a pressão do sistema. Desta forma, caso a variação deste ponto seja significativa ao aumentar-se a pressão (acima de 5% mol, como o que acontece nos exemplos da Figura 1), temos azeótropos sensíveis à pressão, onde o processo via *pressure-swing* pode ser aplicado (Seader *et al.* 2011).

**Figura 1:** Diagramas x vs y de azeótropos de (a) mínimo e (b) máximo pontos de ebulição.



Fonte: Luyben (2012).

Zhang *et al.* (2019) explicam que ao utilizar tal método, evita-se a potencial contaminação dos produtos-chave com traços de solventes utilizados. Contudo, deve-se destacar a necessidade de alto consumo energético para manter a pressão em algumas das colunas, que pode ser contornado, para ambas os processos, utilizando integrações térmicas.

Ao estudar o comportamento do ternário tetrahydrofurano/etanol/água bem como uma estrutura de controle *plantwide* utilizando *Aspen Plus Dynamics*® num processo de TCPD, Yang *et al.* (2019) obtiveram a sequência de separação mais viável economicamente (água/etanol/tetrahydrofurano com as pressões das colunas em 0,1; 0,52 e 1 MPa). A estrutura de controle proposta utiliza controle por inferência com diferença dual de temperatura visando redução de desvios e *offsets* de pureza dos produtos.

Ao trabalhar com o mesmo ternário, Wang *et al.* (2019) testaram diferentes configurações para a ordem de separação do sistema utilizando comparações entre a aplicação e não-aplicação de cruzamento de limite de curva ou na integração térmica do processo e analisou a economia obtida através deste método. A configuração mais notável foi a utilizando integração parcial na sequência de separação tetrahydrofurano/água/etanol utilizando a técnica de cruzamento de limite de curva, contudo vale destacar que a metodologia foi comprovada como mais rentável em comparação à não aplicação.

Outros três solventes orgânicos muito comuns nas indústrias química e farmacêutica, segundo Zhu *et al.* (2016), são a acetonitrila, o benzeno e o metanol, devido às suas excelentes propriedades físico-químicas. Logo, torna-se interessante investigar o comportamento deste ternário de azeótropos com comportamento sensível à pressão.

Primeiramente sugerido por Knapp e Doherty (1992) como uma alternativa para a separação de misturas azeotrópicas ternárias sem o uso de destilação extrativa, a TCPD (*Triple-Column Pressure-Swing Distillation*) tem como objetivo a separação completa dos três componentes da mistura trabalhando apenas com colunas de destilação em diferentes pressões, o que evita o uso de um solvente. Contudo, é destacável que se necessita de uma avaliação para obter um processo eficiente de separação considerando posição de alimentação, a sequência em que os componentes serão retirados e as pressões ideais de cada coluna, por isso poucos sistemas na literatura foram trabalhados até então.

Na literatura, tal processo apresenta diversas modificações visando separar a 99,9% de pureza todos os componentes e visando uma redução cada vez maior de custos. No trabalho de Zhu *et al.* (2016) foram apresentadas diferentes configurações do processo, com foco nas pressões de operação e sequenciamento das colunas. Em Luyben (2017) a aplicação de controle *plantwide* é avaliada. Nos trabalhos de Zhu *et al.* (2017a) e Zhu *et al.* (2017b) foram avaliados a integração térmica e configurações de reciclo, respectivamente, enquanto Zhang *et al.* (2019) avaliaram a combinação da integração térmica com o reciclo.

You *et al.* (2019) estudaram o binário álcool isopropílico/éter diisopropílico tendo em vista a integração térmica parcial

e total, além do uso de pré-aquecimento das alimentações das colunas (HP-PSD) com seus próprios produtos de base como fluidos de aquecimento. Economicamente falando, a utilização da integração térmica total e pré-aquecimento (HP-PSD) forneceram melhores resultados do que a integração parcial e a total apenas, com uma redução de mais de 31% no custo total em relação ao processo convencional.

Zhang *et al.* (2020) analisaram a controlabilidade em processos de PSD com integração térmica parcial em sistemas de máximo ponto de ebulição (etilenodiamina/água). Os autores observaram o efeito de bola de neve (*snowball*); situação onde, principalmente em processos com reciclo e integração térmica ocorre um acúmulo dinâmico ou de material ou de energia das quais pode afetar de alguma forma negativamente o processo; e o comportamento de estruturas de controle por inferência a serem utilizadas para reduzir os offsets que o acúmulo de material gerado no processo.

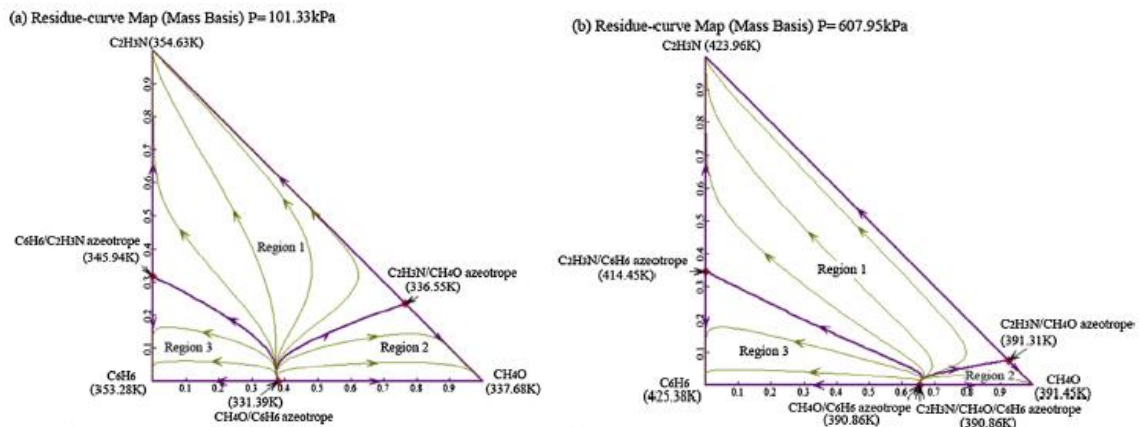
De acordo com Silva (2013), toda vez em que há a o desenvolvimento de uma estrutura de controle em que exista uma abordagem em toda planta, tem-se uma estrutura de controle *plantwide*. O propósito do controle *plantwide* é prover uma estrutura global para o controle coordenado de muitas variáveis importantes de um processo. Toda essa filosofia de controle surgiu com o objetivo de coordenar diferentes controladores locais, numa tentativa de redução de custos de estocagem de intermediários (Lyman e Georgakis, 1995, *apud* Hori, 2005). Enquanto Luyben *et al.* (1998) segue uma abordagem mais heurística e experimental para a seleção de tais estruturas, o trabalho combinado de Skogestad (2000), Halvorsen *et al.* (2003) e Skogestad (2004) acabaram por gerar uma metodologia matemática focada no uso álgebra linear de forma extensa e minuciosa afim de produzir uma estrutura de controle mais eficiente.

Malhas de controle robustas são cada vez mais necessárias dentro de um processo, sendo um ponto chave tanto na questão da segurança para os colaboradores quanto para a qualidade de especificação dos produtos, ou seja, a pureza deles, visto que, segundo Seborg *et al.* (2004), o controle em um processo deve atender três necessidades básicas: manter os balanços de massa e energia, atingir a qualidade desejada e atender às restrições do processo. Contudo, apesar de valerem-se de metodologias de controle consideradas de ponta, alguns estudos encontrados na literatura ainda fogem da realidade, quando se utilizam de distúrbios simples para avaliação e sensores que medem diretamente a composição nas correntes de produto, o que não é economicamente viável no campo industrial. Neste sentido, este trabalho se propõe a estabelecer e avaliar estruturas de controle aplicáveis ao processo TCPSD, para a separação da mistura acetonitrila/benzeno/metanol, nas quais as purezas dos produtos são controladas por inferência. Neste trabalho, tem-se como objetivo avaliar estruturas de controle aplicadas ao processo TCPSD para a separação da mistura acetonitrila/benzeno/metanol seguindo como etapas básicas: a simulação do mesmo em regime estacionário no *software* Aspen Plus; selecionar as variáveis de controle; obter o modelo dinâmico no Aspen Plus Dynamics; implementar as estruturas de controle ao processo e avaliá-las qualitativa e quantitativamente.

## 2. Metodologia

O processo TCPSD (*Triple-Column Pressure-Swing Distillation*), para a separação da mistura ternária de acetonitrila/metanol/benzeno, foi utilizado como estudo de caso para o desenvolvimento deste trabalho, tomando com o base o trabalho de Zhang *et al.* (2019). A Figura 2 apresenta os diagramas ternários da mistura acetonitrila/metanol/benzeno, em diferentes pressões, onde é possível observar a formação de azeótropos. Como pode ser notado na Figura 2, os azeótropos formados nessa mistura são sensíveis à mudança de pressão, logo, a TCPSD é uma possibilidade.

**Figura 2:** Diagramas ternários da mistura acetonitrila/metanol/benzeno.



Fonte: Zhu *et al.* (2016).

## 2.1 Simulação em Regime Estacionário

Para a simulação em regime estacionário, utilizou-se a rotina *Radfrac* para as três colunas de destilação, visto que é uma rotina robusta e representa bem as colunas de destilação reais. O fluxograma utilizado como base deste trabalho é apresentado na Figura 3. A simulação base utilizou um *Splitter* para dividir o destilado da coluna de baixa pressão na proporção mássica 6 para 4, onde 40% retornava, juntamente com o destilado total da terceira coluna numa rotina de *Mixer* (havendo o uso de uma bomba para igualar a pressão) para a 1ª coluna.

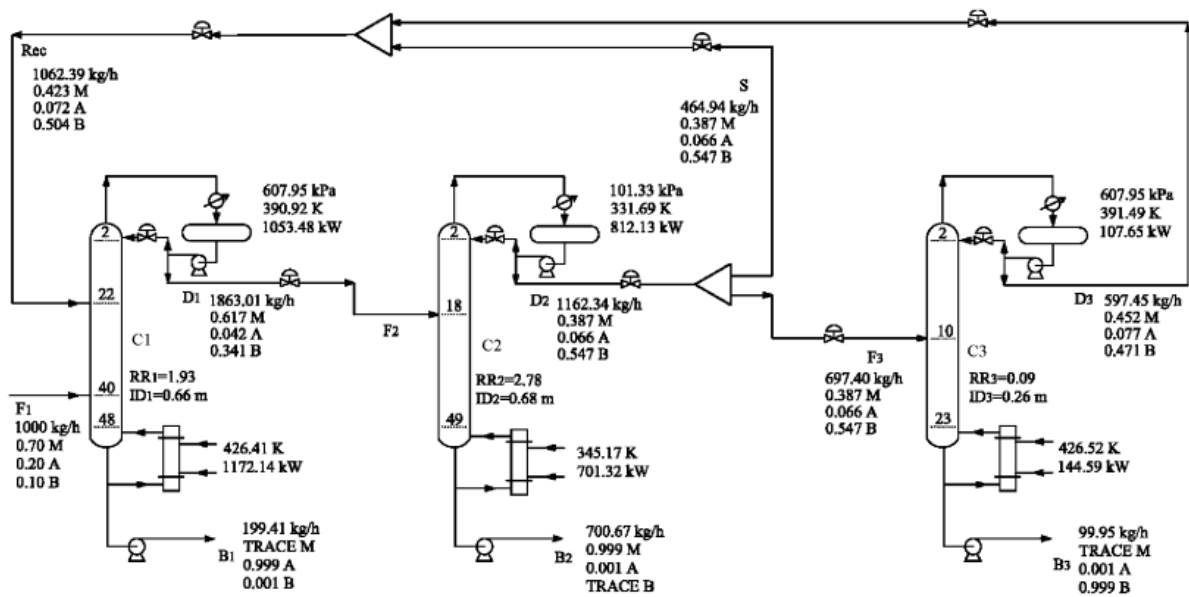
Zhu *et al.* (2016) realizaram um estudo de qual seria a ordem de separação dos componentes da mistura e quais as pressões de operação de cada uma das colunas do processo para obter composições de base, visto que são todos azeótropos de mínimo ponto de ebulição, em 99,9%. Zhu *et al.* (2016) utilizaram parâmetros de interação a partir de regressão para o modelo termodinâmico de Wilson, tal qual demonstrado na Tabela 1.

**Tabela 1:** Parâmetros de interação via regressão para o método de Wilson.

	$CH_4O/C_2H_3N$	$CH_4O/C_6H_6$	$C_2H_3N/C_6H_6$
$A_{ij}$	0	-9,70	0
$A_{ji}$	0	5,07	0
$B_{ij}$	-97,08	2399,15	-233,59
$B_{ji}$	-262,83	-1965,61	-179,20
$C_{ij}$	0	0	0
$C_{ji}$	0	0	0

Fonte: Zhu *et al.* (2016).

**Figura 3:** Fluxograma para separação da mistura acetonitrila/metanol/benzeno.



Fonte: Zhu *et al.* (2017b).

## 2.2 Simulação em Regime Transiente

Para realizar a exportação para o regime transiente, utilizou-se o modo *Flow Driven* que utiliza as vazões das correntes como variáveis manipuladas na simulação dinâmica.

Neste trabalho, o controle de composição das correntes de produto será feito por inferência. Para isto, faz-se necessário determinar quais estágios das colunas deverão ter a temperatura controlada, de modo a manter o perfil de temperatura da coluna. Para a definição destas variáveis, foi utilizado o critério da sensibilidade, proposta por Luyben (2013).

### 2.2.1 Definição da Estrutura de Controle

As estruturas de controle propostas neste trabalho foram definidas com base na literatura, mais especificamente, a partir dos trabalhos de Luyben (2017) e Zhang *et al.* (2019), utilizando controle *plantwide*. A avaliação das estruturas de controle foi realizada aplicando distúrbios do tipo degrau na alimentação, conforme apresentado na Tabela 2. Com o objetivo de enfatizar a eficácia do controle por inferência, os distúrbios foram aplicados em malha aberta e em malha fechada de controle de temperatura.

**Tabela 2:** Valores dos distúrbios efetuados.

Natureza do distúrbio	Fluxo (kg/hr)	Composição (wt/wt)		
		Acetonitrila	Metanol	Benzeno
Neutro	1000	20%	70%	10%
Positivo	1100	25%	65,625%	9,375%
Negativo	900	15%	74,375%	10,625%

Fonte: Autores.

Com os distúrbios aplicados após uma hora de simulação, foi possível obter as respostas dinâmicas das composições dos produtos-chave de cada corrente de base, valores das temperaturas dos estágios controlados, níveis dos vasos de refluxo e *sump* e pressão de topo de cada uma das colunas.

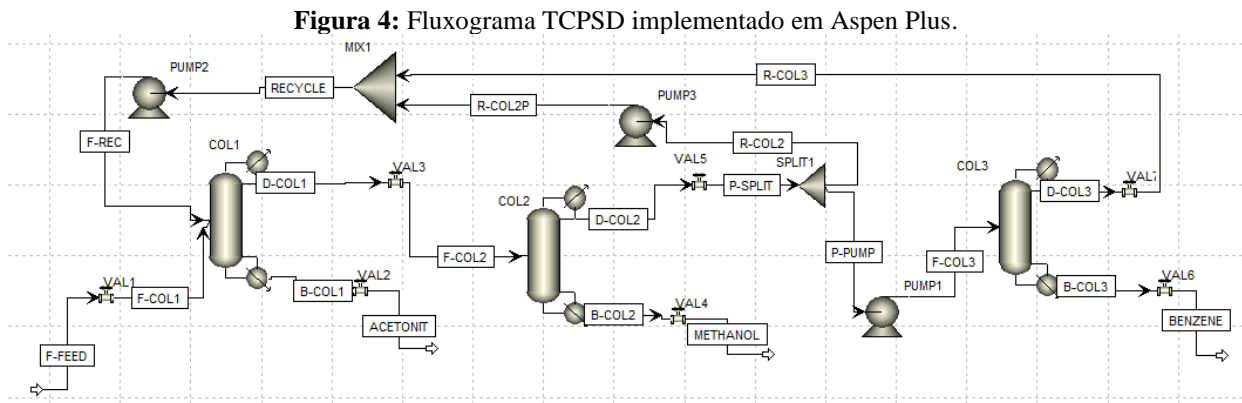
Outro resultado também obtido foi o cálculo do ISE (Integral do Erro Quadrático) que mede o quão distante está a composição dos produtos-chave dos valores de referência. A partir de tais valores, torna-se possível avaliar de maneira quantitativa qual estrutura de controle gerou melhor resultado diante dos distúrbios aplicados.

Além dos valores de ISE, também foram obtidos os valores das composições dos produtos após a simulação atingir novo estado estacionário. A avaliação conjunta dos valores de ISE e composição final dos produtos contribuiu para uma conclusão mais assertiva sobre qual estrutura de controle é mais eficaz.

### 3. Resultados e Discussão

#### 3.1 Simulação em Regime Estacionário

A Figura 4 apresenta o fluxograma simulado no Aspen Plus, baseado no trabalho de Zhu *et al.* (2017b). Os dados obtidos na simulação estacionária estão apresentados nas Tabelas 3 e 4.



Fonte: Autores.

**Tabela 3:** Cargas térmicas e razão de refluxo das colunas.

	Carga Térmica (kW)		Razão de Refluxo
	Refrervador	Condensador	
<b>Coluna 1</b>	1119,7	-1021,91	1,83072
<b>Coluna 2</b>	804,009	-908,759	3,2
<b>Coluna 3</b>	141	-102,441	0,0291359

Fonte: Autores.

**Tabela 4:** Composições e vazões das correntes de processo.

	F-FEED	D-COL1	ACETONIT	D-COL2	METHANOL	D-COL3	BENZENE
<b>Acetonitrila</b>	0,7000	0,6143	0,0000	0,3841	0,9991	0,4478	0,0000
<b>Metanol</b>	0,2000	0,0408	0,9992	0,0646	0,0009	0,0752	0,0010
<b>Benzeno</b>	0,1000	0,3449	0,0008	0,5513	0,0000	0,4770	0,9990
<b>Vazão (kg/hr)</b>	1000,00	1871,68	199,41	1171,01	700,67	602,66	99,95

Fonte: Autores.

Após alcançar as especificações de produto, conforme verificado na Tabela 4, pode-se iniciar os procedimentos para obtenção do modelo em regime transiente. A partir dos resultados dos cálculos de hidráulica das colunas, realizados pelo próprio

Aspen Plus, foram obtidos os valores das vazões internas, utilizados para os cálculos dos volumes dos vasos de refluxo e *sumps* das colunas. Os diâmetros das colunas foram calculados utilizando a ferramenta *Column's Internals*, do Aspen Plus.

Baseado nas metodologias estabelecidas por Luyben *et al.* (2010), e usando um tempo de *hold up* de 5 minutos, tal qual também definido pela literatura, foram obtidos os valores para as dimensões dos vasos para mostrados na Tabela 5.

**Tabela 5:** Dimensões dos *sumps* e vasos de refluxos.

Coluna	Coluna 1		Coluna 2		Coluna 3	
Equipamento	<i>Sump</i>	Vaso de refluxo	<i>Sump</i>	Vaso de refluxo	<i>Sump</i>	Vaso de refluxo
Diâmetro (m)	0,625174	0,924144	0,73	0,862355	0,252647	0,448922
Altura (m)	5,574801	1,848287	1,848216	1,724711	7,5037324	0,8978436

Fonte: Autores.

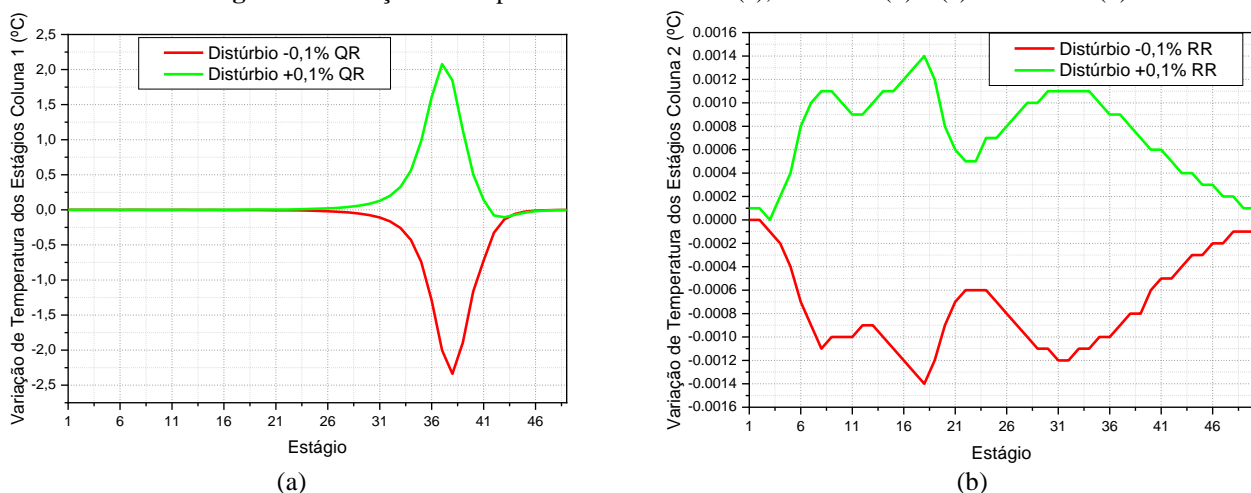
### 3.2 Dimensionamento e Estratégias de Controle

O modelo obtido em regime estacionário, apresentado na Figura 4, foi utilizado para determinação das variáveis controladas, mais especificamente, as temperaturas dos estágios sensíveis, utilizando o critério da sensibilidade, baseado no trabalho de Luyben (2006).

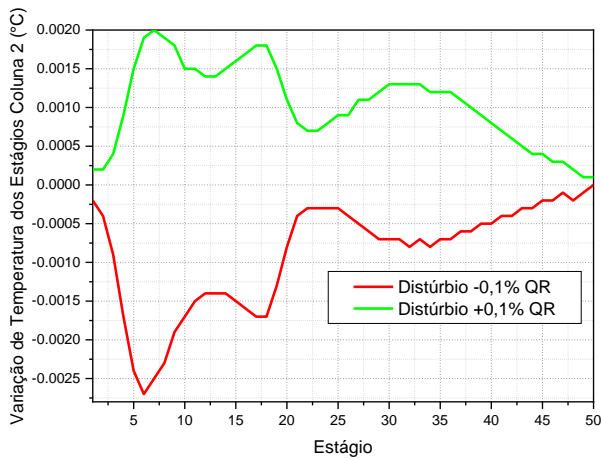
A partir do fluxograma simulado em estado estacionário, foram registrados os perfis de temperatura das colunas 1, 2 e 3, e foram aplicados distúrbios positivos e negativos de 0,1% no valor da variável manipulada de cada coluna (carga térmica do refeedor nas colunas 1, 2 e 3 e razão de refluxo na coluna 2). Os resultados obtidos estão apresentados na Figura 5.

Observa-se na Figura 5(a) que o estágio selecionado para controle de temperatura da Coluna 1 é 38°. Avaliando a Figura 5(b), a metodologia indica o estágio 18 ou o 19 para controle de temperatura da Coluna 2, manipulando a razão de refluxo. Contudo por se tratar de estágios próximos à alimentação, optou-se por controlar a soma das temperaturas dos estágios 8 e 31. De acordo com a Figura 5(c), o 6° estágio é o indicado para o controle de temperatura da Coluna 2 utilizando a carga do refeedor como variável manipulada, e para a Coluna 3, o 18° estágio é o indicado, conforme Figura 5(d).

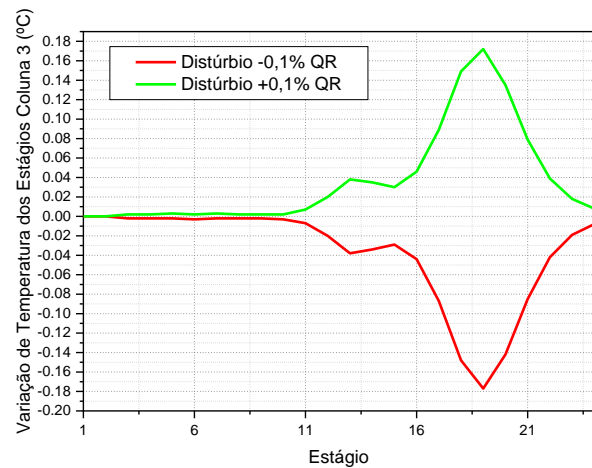
**Figura 5:** Variação de temperatura na Colunas 1 (a), Coluna 2 (b) e (c) e Coluna 3 (d).







(c)



(d)

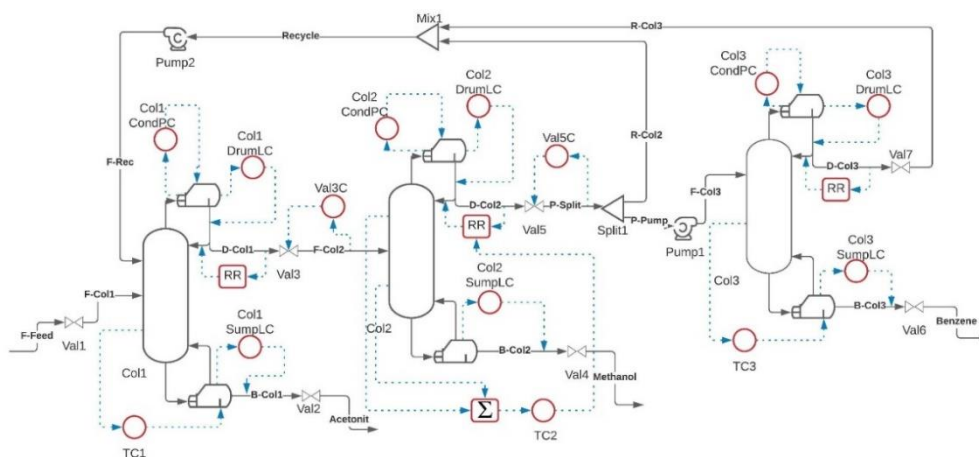
Fonte: Autores.

Sendo assim, propõe-se duas estruturas de controle onde a diferença entre as duas se dá no controle da segunda coluna. A Estrutura de Controle 1 utiliza um controle de soma de temperatura dual nos estágios 8 e 31 manipulando a razão de refluxo, conforme proposto por Yang *et al.* (2019), com a finalidade de reduzir desvios e aumentar a velocidade de resposta, enquanto a Estrutura de Controle 2 utilizará um controle de temperatura do estágio 6 manipulando a carga térmica do refeedor.

### 3.3 Avaliação das Estruturas de Controle

Uma vez selecionadas as variáveis controladas e manipuladas de cada coluna de destilação, o passo seguinte foi a implementação dos controladores no Aspen Plus Dynamics. Com base na literatura (Zhang *et al.*, 2019 e Yang *et al.*, 2019), e dos resultados obtidos na seleção dos estágios para controle de temperatura, construiu-se a Estrutura de Controle 1, apresentada na Figura 6.

**Figura 6:** Estrutura de Controle 1 utilizada para TCPSD.



Fonte: Autores.

As demais malhas de controle mostradas na Figura 6, foram estabelecidas com base no trabalho de Skogestad (2006) que utiliza uma configuração de controle LV nas colunas 1 e 3, visto que ambas possuem as cargas térmicas dos refeedores como variáveis manipuladas (indiretamente, V) e possuem um controle proporcional na vazão de refluxo (L), enquanto na coluna

2, somente os controladores padrões de pressão, nível e o controle somatório de temperatura, manipulando a razão de refluxo, foram utilizados.

Após a implementação dos controladores, foi realizada a sintonia dos parâmetros. Os dados de sintonia dos controladores se encontram na Tabela 6.

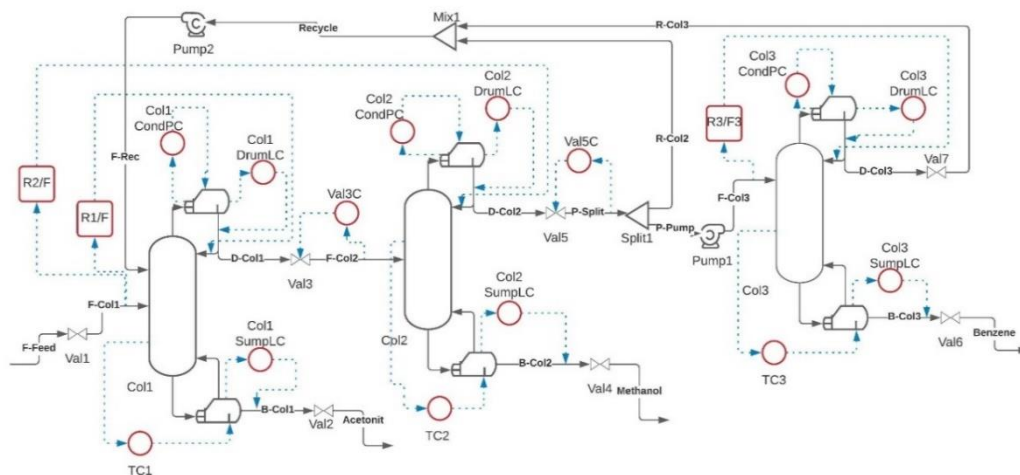
**Tabela 6:** Parâmetros dos controladores da Estrutura de Controle 1.

	TC <sub>1</sub>	TC <sub>2</sub>	TC <sub>3</sub>	VALC <sub>3</sub>	VALC <sub>5</sub>
<b>Variável Controlada</b>	$T_{1,38}$	$T_{2,8} + T_{2,31}$	$T_{3,19}$	$P_{F-COL2}$	$P_{P-SPLIT}$
<b>Variável Manipulada</b>	$Q_{R1}$	$RR_2$	$Q_{R3}$	Abertura Válvula	Abertura Válvula
<b>Alcance de Transmissor</b>	0-260,64 °C	0-267,47 °C	0-299,94 °C	0-2,38 bar	0-1,02 bar
<b>Alcance de Saída de Controlador</b>	0-2239,41 kW	0-6,4	0-282 kW	0-100%	0-100%
<b>Ganho</b>	0,460734	17,088127	1,589999	0,167951	0,586965
<b>Tempo Integrativo (min)</b>	5,674658	7,879293	3,026681	1,200062	1,200132
<b>Tempo Derivativo (min)</b>	0,559699	0,926067	0,270265	0,300015	0,300033

Fonte: Autores.

Para a Estrutura de Controle 2, seguiu-se estritamente o trabalho de Luyben (2017) para fins comparativos com algo já existente na literatura. A Figura 7 abaixo ilustra a Estrutura de Controle 2.

**Figura 7:** Estrutura de Controle 2 para TCPSD.



Fonte: Autores.

A Estrutura de Controle 2 controla a razão alimentação/refluxo, relacionando a alimentação do processo com as colunas 1 e 2 e na coluna 3 com a alimentação da mesma. O que diferencia a Estrutura de Controle 2 com a proposta no trabalho de Luyben (2017) é o controle das composições dos produtos por inferência (sem o uso de analisadores *online*). Os dados de sintonia dos parâmetros dos controladores da Estrutura de Controle 2 estão apresentados na Tabela 7.

**Tabela 7:** Parâmetros dos controlados da Estrutura de Controle 2.

	<b>TC<sub>1</sub></b>	<b>TC<sub>2</sub></b>	<b>TC<sub>3</sub></b>	<b>VALC<sub>3</sub></b>	<b>VALC<sub>5</sub></b>
<b>Variável Controlada</b>	$T_{1,38}$	$T_{2,6}$	$T_{3,19}$	$P_{F-COL2}$	$P_{P-SPLIT}$
<b>Variável Manipulada</b>	$Q_{R1}$	$Q_{R2}$	$Q_{R3}$	Abertura Válvula	Abertura Válvula
<b>Alcance de Transmissor</b>	0-260,65 °C	0-125,71 °C	0-299,94 °C	0-2,38 bar	0-1,02 bar
<b>Alcance de Saída de Controlador</b>	0-2239,41 kW	0-1777,78 kW	0-282 kW	0-100%	0-100%
<b>Ganho</b>	0,456878	2,99734	0,475199	0,167951	0,586965
<b>Tempo Integrativo (min)</b>	5,684315	6,205248	12,128418	1,200062	1,200132
<b>Tempo Derivativo (min)</b>	0,561136	0,544014	2,936256	0,300015	0,300033

Fonte: Autores.

Para os controladores de pressão e nível, utilizou-se para ambas as malhas os valores referenciados por Luyben (2013). Em controladores do tipo PI para pressão e P para nível, apresentados na Tabela 8.

**Tabela 8:** Parâmetros dos Controladores de Nível e Pressão.

<b>Controladores</b>	<b>Nível</b>	<b>Pressão</b>
<b>Ganho</b>	20	2
<b>Tempo Integrativo(min)</b>	12	9999

Fonte: Luyben (2013).

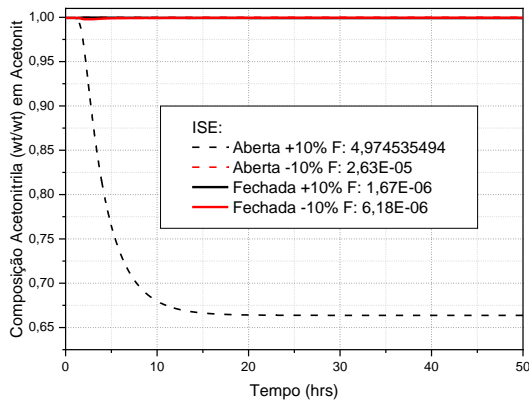
### 3.4 Avaliações das Estruturas de Controle

Após as aplicações dos distúrbios, foram obtidas as respostas dinâmicas das principais variáveis controladas do processo, mais especificamente, composição dos produtos e temperatura dos pratos sensíveis. Os resultados foram divididos de acordo com a estrutura de controle e os tipos de distúrbio.

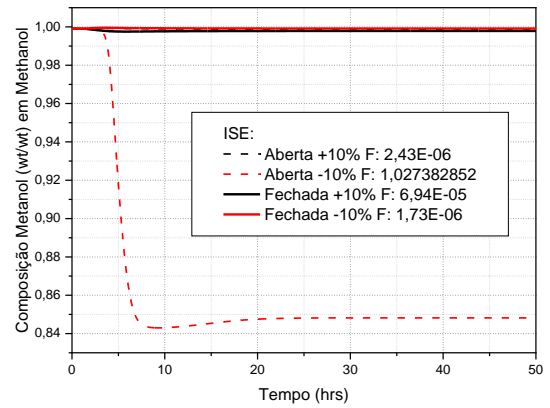
Ao introduzir os distúrbios de vazão no processo TCPSD com Estrutura de Controle 1, foram geradas as respostas dinâmicas da composição referentes aos produtos de base e temperaturas dos pratos sensíveis. Estes resultados estão apresentados na Figura 8.

Avaliando as Figuras 8a, 8b e 8c, é notável que o controle por inferência (malha fechada de temperatura) foi capaz de manter a pureza dos produtos de interesse próximos aos respectivos valores de referência. Após aplicação dos distúrbios, as temperaturas dos pratos sensíveis levam um certo tempo para atingir o *setpoint* e, com isso, o sistema alcançar novamente o estado estacionário. Por se tratar de controle por inferência, os valores das composições dos produtos irão apresentar desvios em relação ao valor nominais, após o sistema atingir novamente o estado estacionário. A partir dos gráficos apresentados na Figura 8 não é possível quantificar estes desvios da composição, no entanto, observou-se nos históricos da simulação que o maior desvio resultou em uma composição de 0,99788 para o metanol, após distúrbio positivo na vazão, ao atingir 50 horas de simulação.

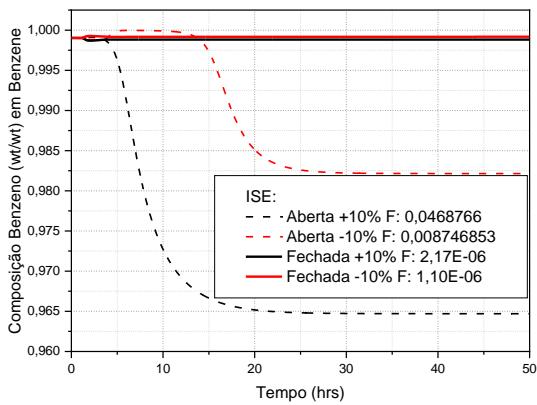
**Figura 8:** Respostas dinâmicas após distúrbios de vazão - Estrutura de Controle 1.



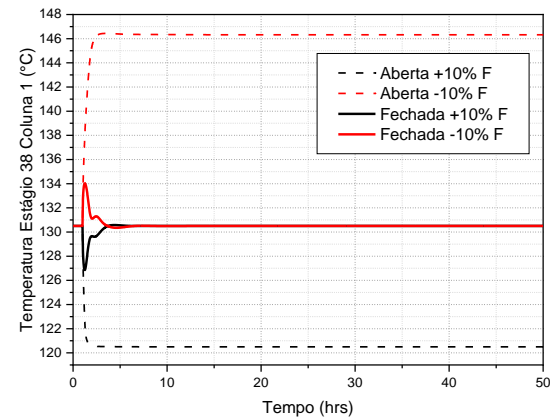
(a)



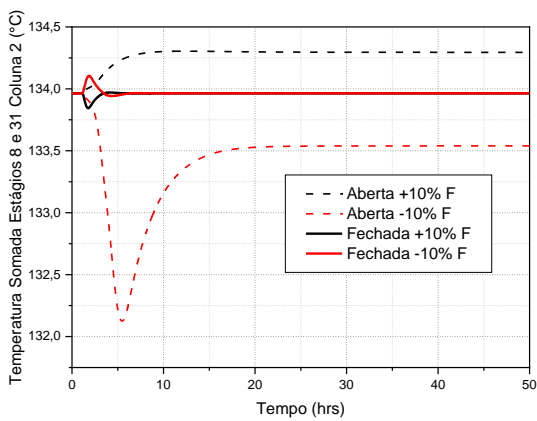
(b)



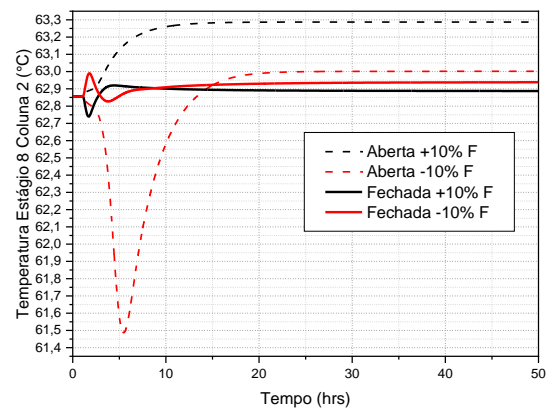
(c)



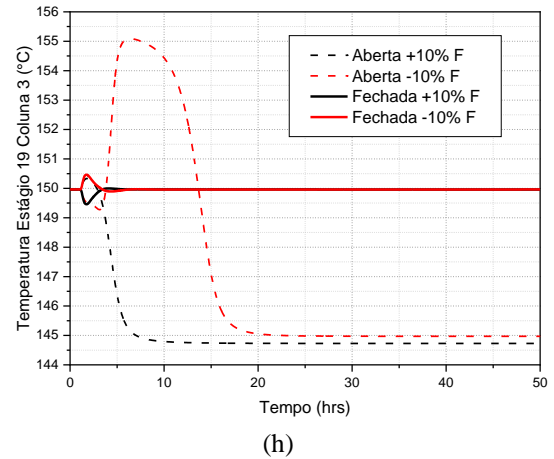
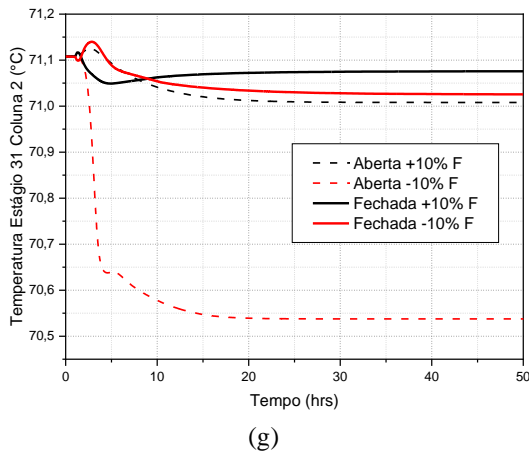
(d)



(e)



(f)



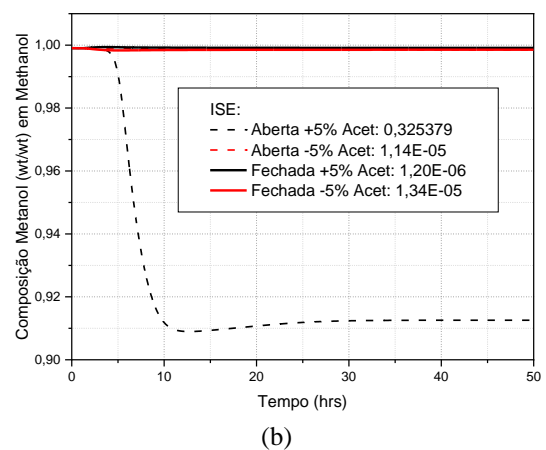
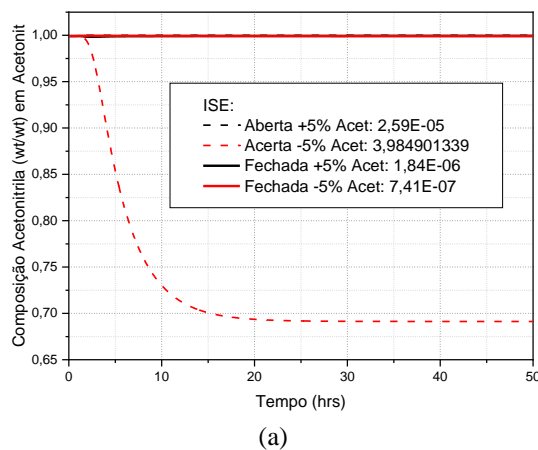
Fonte: Autores.

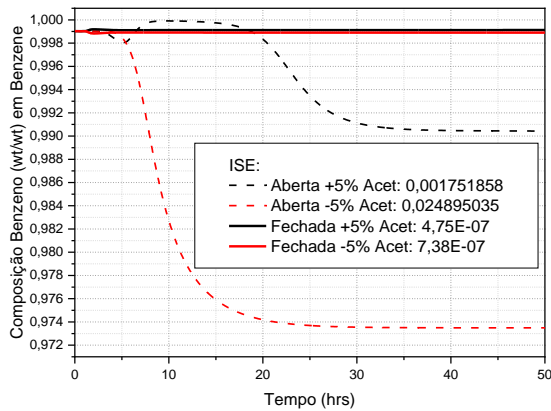
Ao avaliar as Figuras 8d, 8e e 8h observam-se rápidas respostas dos controladores, levando em média 3 horas para estabilizar os valores da variável controlada. Contudo, ao observar a decomposição da variável da Figura 8e, representada nas Figuras 8f e 8g, nota-se uma compensação entre ambas em malha fechada, onde uma tende a reduzir seu valor para compensar o ganho de valor da outra parte. O objetivo da malha de controle que gerou a Figura 8e é controlar o somatório das temperaturas dos estágios 8 e 31 da Coluna 2. Por este motivo, observa-se *offset*, após distúrbio em malha fechada, nas Figuras 8f e 8g.

A Estrutura de Controle 1 gerou resultados satisfatórios, atingindo o objetivo principal de manter as composições dos produtos próximos aos respectivos valores de referência.

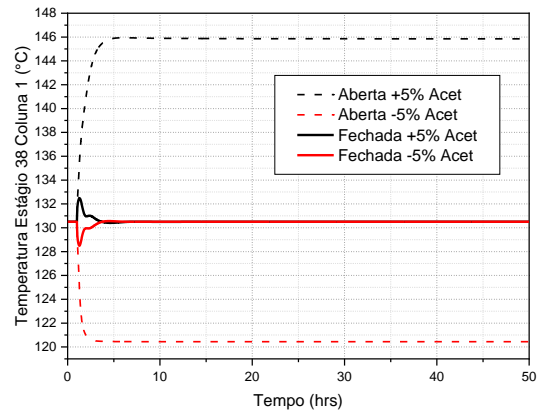
A Figura 9 apresenta as respostas dinâmicas da Estrutura de Controle 1 após distúrbios na composição de alimentação do processo TCPSD. Ao avaliar as respostas dinâmicas em malha aberta de temperatura, percebe-se nitidamente a influência dos distúrbios de composição na pureza dos produtos. Percebe-se também que esta influência diminui ao longo do processo, ou seja, a influência maior é observada na Coluna 1, na qual a composição da acetoneitrila cai para aproximadamente 0,70 molar, seguido da Coluna 2, onde a composição do metanol cai para aproximadamente 0,91 molar, e finalmente, na Coluna 3, onde a composição cai para aproximadamente 0,97 molar. Esta mesma tendência é observada na Figura 8, com a redução da influência do distúrbio de vazão ao longo do processo.

**Figura 9:** Respostas dinâmicas após distúrbios de composição - Estrutura de Controle 1.

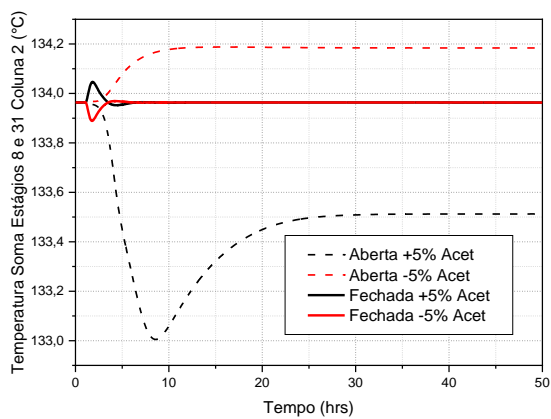




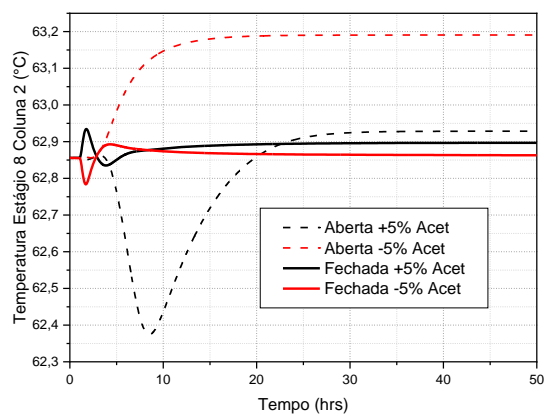
(c)



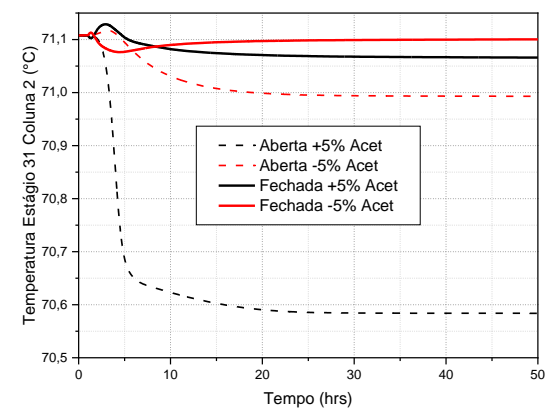
(d)



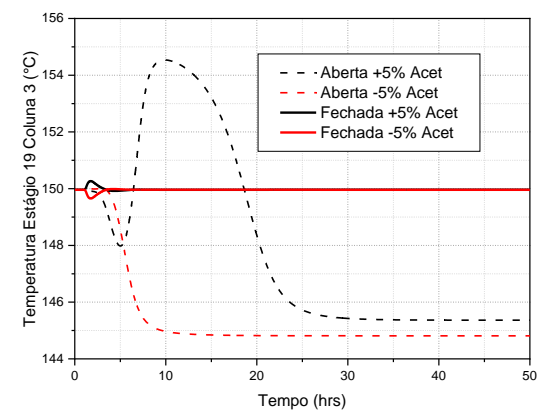
(e)



(f)



(g)



(h)

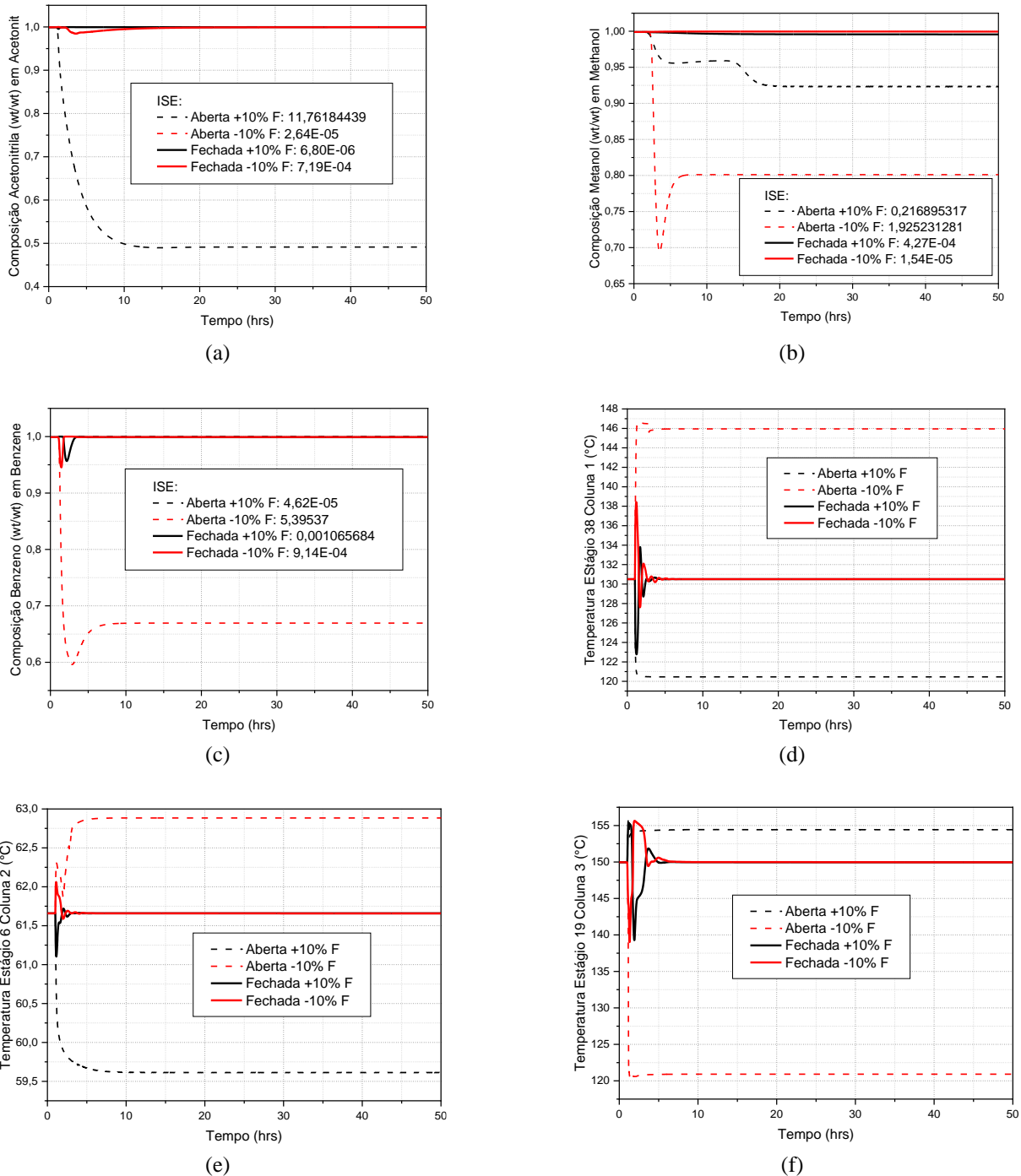
Fonte: Autores.

Avaliando os históricos das simulações referentes as Figuras 9a, 9b e 9c, observou-se, em malha fechada, que o menor valor encontrado, após atingir novo estado estacionário, foi para o metanol com uma composição 0,998 molar, após distúrbio negativo de composição. As composições da acetonitrila e benzeno permaneceram mais próximos dos valores da especificação (0,999). Estes resultados indicam que a Estrutura de Controle 1 é capaz de realizar um bom controle por inferência da composição dos produtos.

Avaliando as Figuras 9d, 9e e 9h, nota-se tempos de estabilização inferiores a 3 horas, com um comportamento de compensação observado nas Figuras 9f e 9g, tal qual no distúrbio anterior (vazão).

As repostas dinâmicas das composições dos produtos e temperaturas dos pratos sensíveis, para o sistema TCPSD utilizando a Estrutura de Controle 2, estão apresentadas na Figura 10.

**Figura 10:** Respostas dinâmicas após distúrbios de vazão - Estrutura de Controle 2.



Fonte: Autores.

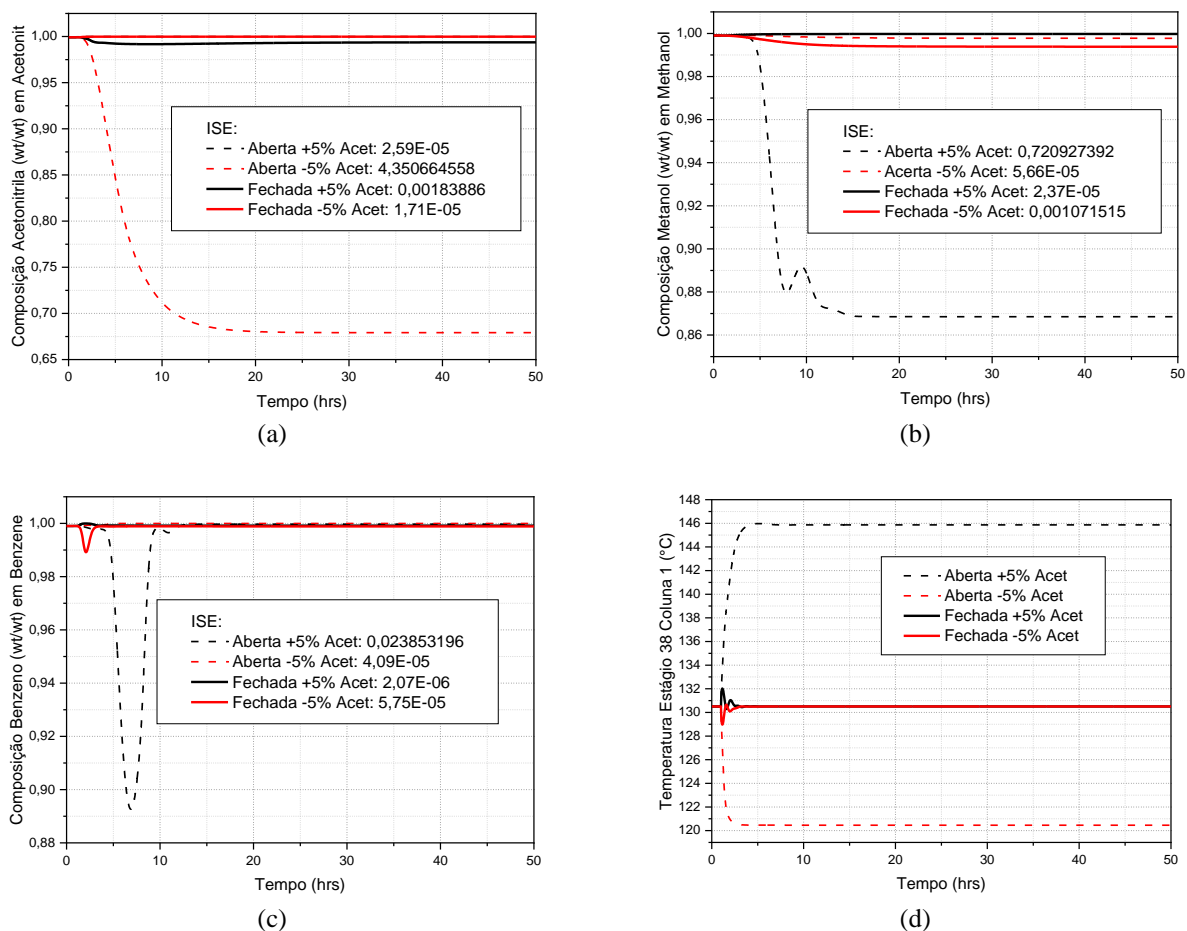
Ao avaliar as respostas dinâmicas referentes às composições (Figuras 10a, 10b, e 10c) nota-se a ocorrência de pequenos *overshoots*, após distúrbios em malha fechada de temperatura; em especial no distúrbio negativo, na composição de acetonitrila, e em ambos os distúrbios, na composição de benzene. Este comportamento pode afetar o valor final do ISE calculado, apesar de o menor valor de composição apresentado, após atingir estado estacionário em malha fechada, ter sido de 0,995656 para o

metanol após distúrbio positivo. Observou-se um comportamento semelhante nos distúrbios de malha aberta negativos no metanol e no benzeno, provavelmente causado pela completa secagem do vaso de *sump* das colunas 1 e 3 observado durante a simulação.

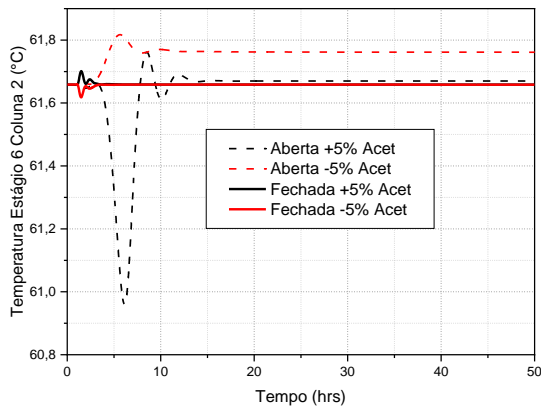
No que diz respeito ao controle de temperatura, evidenciado nas Figuras 10d, 10e e 10f, observou-se um tempo médio de 4,5 horas para a estabilização, sendo um tempo médio superior ao observado na Estrutura de Controle 1, após aplicação do mesmo tipo de distúrbio. Após aplicação de distúrbios de composição no sistema utilizando a Estrutura de Controle 2, foram geradas as respostas dinâmicas apresentadas na Figura 11.

Ao avaliar as curvas apresentadas na Figura 11 referentes à composição dos produtos (Figuras 11a, 11b e 11 c), observam-se desvios pequenos em relação os valores nominais. Analisando os históricos das simulações, a acetonitrila apresentou o menor desvio após atingir estado estacionário, em malha fechada de temperatura, com um valor de 0,993772 após distúrbio positivo. Para malha fechada após distúrbio negativo, o metanol atingiu o valor de 0,993829 em um tempo relativamente curto (aproximadamente 16 horas). O *overshoot* apresentado pela composição de benzeno no distúrbio negativo em malha fechada pode ser considerado insignificante, contudo, pode interferir no valor do ISE.

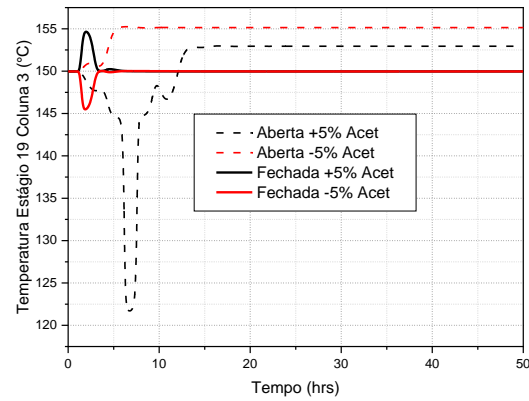
**Figura 11:** Respostas dinâmicas após distúrbios de composição - Estrutura de Controle 2.







(e)



(f)

Fonte: Autores.

Ao avaliar as Figuras 11d, 11e e 11f, nota-se que em menos de 3 horas de simulação as temperaturas estão estabilizadas em malha fechada. Entretanto, no distúrbio positivo em malha aberta, nas colunas 2 e 3, observou-se um *overshoot* de temperatura anormal que pode ser explicado ao observar os gráficos referentes às pressões das mesmas colunas, pois há uma pequena instabilidade nas pressões que não foi vista de forma tão expressiva em outros distúrbios em malha aberta.

Ao observar as respostas da Estrutura de Controle 1, no que diz respeito ao controle de temperatura da coluna 2, observa-se, tanto no distúrbio de vazão quanto no de composição respostas mais suaves e com menos oscilações em relação ao apresentado pela Estrutura de Controle 2 para o mesmo equipamento.

Após avaliar o desempenho das estruturas de controle, de forma qualitativa, a partir das respostas dinâmicas, o uso do ISE permite avaliar qual a melhor estrutura de controle de forma quantitativa. Os menores valores de ISE ajudarão a decidir entre as duas Estruturas de Controle analisadas, a que tem o melhor desempenho em termos de obtenção dos produtos com composições próximas aos valores de referência. Para uma melhor visualização, os resultados de ISE obtidos estão sumarizados na Tabela 9.

**Tabela 9:** Valores de ISE referentes às Estruturas de Controle 1 e 2.

		Estrutura de Controle 1			Estrutura de controle 2				
		Distúrbio	Acetonit	Metanol	Benzeno	Acetonit	Metanol	Benzeno	
Distúrbios	vazão	Malha	Positivo	4,974	2,43E-06	0,047	11,762	0,217	4,62E-05
		aberta	Negativo	2,63E-05	1,027383	0,0087	2,64E-05	1,925	5,395
	Fechada	Malha	Positivo	1,67E-06	6,94E-05	2,17E-06	6,80E-06	4,27E-04	0,0011
		aberta	Negativo	6,18E-06	1,73E-06	1,10E-06	7,19E-04	1,54E-05	9,14E-04
Distúrbios	composição	Malha	Positivo	2,59E-05	0,325	0,0017	2,59E-05	0,721	0,024
		aberta	Negativo	3,985	1,14E-05	0,025	4,351	5,66E-05	4,09E-05
	Fechada	Malha	Positivo	1,84E-06	1,20E-06	4,75E-07	0,0018	2,37E-05	2,07E-06
		aberta	Negativo	7,41E-07	1,34E-05	7,38E-07	1,71E-05	0,0011	5,75E-05

Fonte: Autores.

Ao avaliar os dados apresentados na Tabela 9, observa-se que Estrutura de Controle 1 tem uma tendência a gerar desvios menores em relação à Estrutura de Controle 2, com exceção do distúrbio de composição em malha aberta negativo para o benzeno, distúrbio negativo de vazão em malha aberta de temperatura para a acetonitrila e em distúrbio positivo de composição

positivo em malha aberta de temperatura para a acetonitrila. Entretanto, o interesse principal é na resposta obtida em malha fechada de temperatura. De modo geral, ambas as Estruturas de Controle apresentaram bons resultados.

É importante salientar que a presença de *overshoots*, após aplicação dos distúrbios, pode interferir no valor final do ISE. Sendo assim, os valores das composições, após atingir novamente o estado estacionário, é um parâmetro que também deve ser levado em consideração para se determinar qual a melhor estrutura de controle, haja visto que o controle por inferência não é capaz de eliminar o desvio da composição após o distúrbio. No entanto, o tempo de simulação de 50 horas utilizado neste trabalho ajuda a minimizar a influência dos *overshoots* nos valores de ISE. A Tabela 10 apresenta os valores finais das composições dos produtos ao completar 50 horas de simulação.

**Tabela 10:** Valores finais de composição dos produtos referentes às Estruturas de Controle 1 e 2.

		Estrutura de Controle 1			Estrutura de controle 2			
		Distúrbio	Acetonit	Metanol	Benzeno	Acetonit	Metanol	Benzeno
Distúrbios vazão	Malha	Positivo	0,66373	0,99876	0,9647	0,49148	0,92349	1
	aberta	Negativo	0,99999	0,84822	0,98214	0,99999	0,80115	0,66945
	Malha	Positivo	0,99903	0,99788	0,99882	0,99956	<b>0,99566</b>	0,9989
	Fechada	Negativo	0,99951	0,99912	0,99918	0,99943	0,99956	0,99915
Distúrbios composição	Malha	Positivo	0,99998	0,91258	0,99043	0,99999	0,86853	0,99971
	aberta	Negativo	0,6913	0,99845	0,97349	0,67913	0,99776	0,99997
	Malha	Positivo	0,99938	0,99913	0,99913	<b>0,99377</b>	0,99975	0,99917
	Fechada	Negativo	0,99913	0,99854	0,99891	0,99985	<b>0,99383</b>	0,99888

Fonte: Autores.

Foram avaliadas duas estruturas de controle, contendo malhas de controle de composição por inferência, com respostas satisfatórias, tendo como o valor mais distante obtido das especificações, em malha fechada, superior a 0,993 (base mássica), ou seja, bastante próximo do valor de referência que é 0,999.

Sendo assim, pode-se concluir que o controle de composição por inferência apresentou bom desempenho quando aplicado ao sistema TCPD em questão. As demais malhas de controle (pressão e nível) também apresentaram resultados satisfatórios.

Em relação a comparação entre as duas Estruturas de Controle avaliadas, conclui-se que a Estrutura de Controle 1, que utiliza controle de soma de temperatura dual, gera melhores respostas, mediante distúrbios na vazão e composição, quando comparados aos resultados da Estrutura de Controle 2, que utiliza controle de temperatura manipulando diretamente a carga do refeedor.

O uso do ISE como parâmetro para avaliar a melhor estrutura de controle pode ser influenciado pela ocorrência de *overshoots*. Sendo assim, o mais indicado é avaliação dos valores de ISE juntamente com o valor da composição dos produtos após atingir novamente o estado estacionário.

Como sugestões para trabalhos futuros para esta área, sugere-se: a aplicação de técnicas como bombas de calor, redes de trocadores de calor e integração térmica para avaliação econômica e avaliação de emissão de gases-estufa, estudos da aplicação de redes neurais para este processo; e uso e metodologias como o *kriging* para avaliar pontos-chave que ainda precisam de um melhor refino na literatura.

#### 4. Considerações Finais

Foi possível propor duas estruturas de controle, contendo malhas de controle de composição por inferência, com respostas satisfatórias, tendo como o valor mais distante obtido das especificações, em malha fechada, superior a 0,993 (base mássica), ou seja, bastante próximo do valor de referência que é 0,999.

Sendo assim, conclui-se que o controle de composição por inferência apresentou bom desempenho quando aplicado ao sistema TCPSD em questão. As demais malhas de controle (pressão e nível) também apresentaram resultados satisfatórios.

Em relação a comparação entre as duas Estruturas de Controle avaliadas, conclui-se que a Estrutura de Controle 1, que utiliza controle de soma de temperatura dual, gera melhores respostas, mediante distúrbios na vazão e composição, quando comparados aos resultados da Estrutura de Controle 2, que utiliza controle de temperatura clássico baseado no trabalho de LUYBEN (2017).

O uso do ISE como parâmetro para avaliar a melhor estrutura de controle pode ser influenciado pela ocorrência de *overshoots*. Sendo assim, o mais indicado é avaliação dos valores de ISE juntamente com o valor da composição dos produtos após atingir novamente o estado estacionário.

#### Referências

- Halvorsen, I. J.; Skogestad, S.; Morud, J. C.; Alstad, V. (2003). Optimal selection of controlled variables. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, Trondheim, 42, 3273-3284.
- Hori, E. S. (2005). Contribuição ao Estudo de Controle “Plantwide”: Controle Indireto e Coordenação de Controladores Descentralizados. Tese de Doutorado apresentado a Universidade Federal de São Carlos - UFSCar.
- Knapp, J. P., Doherty, M. F. (1992). A New Pressure-Swing-Distillation Process for Separating Homogeneous Azeotropic Mixtures. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 31(1), 346-357.
- Luyben, W. L.; Tyréus, B. D.; Luyben, M. L. (1998). *Plantwide process control*. 1ª ed. New York: McGraw-Hill.
- Luyben, W. L. (2006). *Evaluation of criteria for selecting temperature control trays in distillation columns*. *Journal of Process Control*, 16(2), 115-134.
- Luyben, W. L., Chien, I. L. (2010). *Design and Control of Distillation Systems for Separating Azeotropes*. 1 ed. New York: John Wiley & Sons.
- Luyben, W. L. (2012). Pressure-Swing Distillation for Minimum- and Maximum-Boiling Homogeneous Azeotropes. *Industrial & Engineering Chemical Research*, vol. 51, 10881-10886.
- Luyben, W. L. (2013). *Distillation, Design and Control Using Aspen Simulation*. 2 ed. New York: John Wiley & Sons.
- Luyben, W. L. (2017). Control of a Triple-Column Pressure-Swing Distillation Process. *Sep. Purif. Technol.*, p. 232-244.
- Seader, J. D., Henley, E. J., Roper, D. K. (2011). *Separation Process Principles: Chemical and Biochemical Operations*. 3ed. New York: John Wiley & Sons.
- Seborg, D. E.; Edgar, T. F.; Mellichamp, D. A. (2004). *Process dynamics and control*. 2nd edition, New York: John Wiley & Sons.
- Silva, S. K. da. (2013). Utilização de uma Ferramenta para Seleção Automática de Estruturas de Controle para Plantas de Processos. Tese de Doutorado apresentado a Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.
- Skogestad, S. (2000). Plantwide Control: the search for the self-optimizing control structure. *Journal of Process Control*, Trondheim, 10(5), 487-507.
- Skogestad, S. (2004). Control structure design for complete chemical plants. *Computers & Chemical Engineering*, Trondheim, 28(1), 219-234.
- Skogestad, S. (2006). The Dos and Don'ts of Distillation Column Control. *Chemical Engineering Research and Design*, 85, 13-23.
- Wang, C., Zhang, Z., Zhang, X., Guang, C., Gao, J. (2019). Comparison of Pressure-Swing Distillation with or without Crossing Curved-Boundary for Separating a Multiazeotropic Ternary Mixture. *Separation and Purification Technology*. vol 220, p 114-125, 2019.
- Wang, N., Ye, Q., Chen, L., Zhang, H., Zhong, J. (2021). Improving the Economy and Energy Efficiency of Separating Water/Acetonitrile/Isopropanol Mixture via Triple-Column Pressure-Swing Distillation with Heat-pump Technology. *Energy*, 215A, 119126.
- Yang, A., Shen, W., Wei, S., Dong, L., Li, J., Gerbaud, V. (2019). Design and Control of Pressure-Swing Distillation for Separating Ternary Systems with Three Binary Minimum Azeotropes. *AIChE Journal*, 65, 1281-1293.
- You, X., Ma, T., Qiu, T. (2019). Design and Optimization of Sustainable Pressure-Swing Distillation for Minimum-Boiling Azeotrope *Separation Industrial & Engineering Chemistry Research*, 58, 21659-21679.

Zhang, Q., Liu, M. Li, W., Li, C., Zeng, A. (2019). Heat-integrated triple-column pressure-swing distillation process with multi-recycle streams for the separation of ternary azeotropic mixture of acetonitrile/methanol/benzene, *Sep. Purif. Technol.*, 211, 40–53.

Zhang, Q., Zeng, A., Ma, Y., Yuan, X., Gao, J. (2020). Dynamic Control Analyses of Eco-Efficient Partially Heat-Integrated Side-Stream Pressure-Swing Distillation Processes. *Sep. Purif. Technol.*, 239, 115853.

Zhu, Z.; Xu, D.; Liu, X.; Zhang, Z.; Wang, Y. (2016). Separation of acetonitrile/methanol/benzene ternary azeotrope via triple column pressure-swing distillation. *Sep. Purif. Technol.*, 169, 66-77.

Zhu, Z., Xu, D., Jia, H., Zhao, Y., Wang, Y. (2017a). Heat Integration and Control of a Triple-Column Pressure-Swing Distillation Process. *Industrial & Engineering Chemical Research*, 56, 2150-2167.

Zhu, Z., Xu, D., Wang, Y., Geng, X., Wang, Y. (2017b). Effect of multi-recycle streams on triple-column pressure-swing distillation optimization. *Chemical Engineering Research and Design*, 127, 215-222.