



## MÓDULO MULTIPROPÓSITO UPCONTROL NO ENSINO DE OPERAÇÕES UNITÁRIAS: COLUNA DE ADSORÇÃO

R. R. G. Almeida<sup>1</sup>; V. B.Bochetti<sup>1</sup>; L. A. R. Muniz<sup>2</sup>; A. Argondizo<sup>1</sup>; I. T. L. Bresolin<sup>1</sup>

1-Instituto de Ciências Ambientais, Químicas e Farmacêuticas – Universidade Federal de São Paulo – UNIFESP Diadema

Rua São Nicolau, 210 – CEP: 09913-030 – Diadema/SP

Telefone: (11) 3319-3588 – Email: [bresolin@unifesp.br](mailto:bresolin@unifesp.br)

2-UPControl - Engenharia de Processos e Controle Digital

Rua Washington Luiz, 675/1102, Centro - 90010-460 - Porto Alegre/RS

**RESUMO:** A adsorção se mostra como uma das principais operações unitárias no que diz respeito à separação de misturas, compreendendo desde o entendimento do fenômeno, a sua descrição pelas relações de equilíbrio (isotermas) e aplicações em leitos fixos, tanto laboratoriais quanto industriais. Este trabalho tem como principal foco a utilização do módulo multipropósito desenvolvido pela UpControl em aulas práticas de Operações Unitárias III para adsorção. Experimentos realizados mostraram a influência de certos parâmetros físicos na eficiência da operação, tais como a concentração do soluto a ser separado (violeta de genciana), a massa de adsorvente utilizada (esferas de vidro) e a vazão volumétrica de alimentação. Definiram-se que os melhores parâmetros para a execução do experimento seriam vazão de 300 mL/min, 2,5 kg de adsorvente, concentrações baixas do corante e temperatura ambiente. Pode-se concluir que a realização desse experimento para turmas de graduação tornar-se-á altamente benéfica para a fixação e constatação dos conhecimentos adquiridos em sala de aula.

**PALAVRAS-CHAVE:** adsorção; aula prática; operações unitárias, UpControl

**ABSTRACT:** Adsorption is shown to be one of the major unit operations as regards the separation of mixtures, comprising the understanding of the phenomenon, its description by equilibrium relations (isotherms) and applications in fixed beds for laboratory and industrial scales. This work focuses on the use of multipurpose module developed by UpControl for practical lessons of adsorption in Unit Operations III. Experiments have shown the influence of certain physical parameters on the efficiency of the operation, such as the concentration of the solute to be separated (gentian violet), the mass of adsorbent (glass beads) and the volumetric feed flow rate. It was determined that the best parameters for running the experiment would be a flow of 300 mL/min, 2,5 kg of adsorbent, low concentrations of dye and room temperature. It can be concluded that the realization of this experiment for undergraduate classes will become highly beneficial on elucidation of the knowledge acquired in the classroom.

**KEYWORDS:** adsorption; experimental class; unit operations, UpControl

### 1. INTRODUÇÃO

O ensino das operações unitárias em engenharia é mais efetivo quando atrelado a demonstração experimental do sistema em estudo. Boa parte das disciplinas da graduação destina-se a revelar e fundamentar os fenômenos de transferência para os futuros engenheiros, passando

então para o estudo das operações unitárias em si e progressivamente integrando estes conhecimentos conforme o mercado, os focos de pesquisa e a indústria requererem.

Uma das principais vertentes do desenvolvimento das operações unitárias abrange as operações de separação de fases, incluindo todos os fundamentos termodinâmicos, cinéticos e



matemáticos que os descrevem. É muito importante para um profissional em engenharia saber entender como as substâncias com as quais ele está trabalhando se comportam para propor as soluções mais adequadas e eficientes possível.

Desta forma, a compreensão dos fundamentos teóricos e dos estudos experimentais durante a graduação torna-se um fator imprescindível, como recomendado pelo Ministério da Educação em suas diretrizes curriculares nacionais do curso de graduação em engenharia (CNE Brasil, 2002). A integração entre a teoria e os experimentos é uma excelente estratégia para aprimorar a compreensão de um fenômeno que está ocorrendo e os mecanismos e o equipamento envolvidos.

No curso de Engenharia Química, dentro das disciplinas de operações unitárias, a adsorção é estudada juntamente com outras operações de separação de fases e que envolvam condições de equilíbrio mais avançadas, como destilação e extração. Na adsorção, um ou mais componentes de uma corrente líquida ou gasosa são separados em uma fase sólida, cuja superfície permite a difusão e aderência destes componentes para as mesmas (Ruthven, 1984; Geankoplis, 2003; Richardson *et al.*, 2003).

Os casos contínuos de adsorção envolvem, na maioria dos casos, a passagem do fluido por um leito fixo de adsorvente, removendo o soluto à medida que a solução atravessa o leito, a uma velocidade constante. A resistência à transferência de massa é determinante na escolha do adsorvente e nas condições de operação do leito. Além disso, o regime de operação é transiente, pois o leito satura-se desigualmente na maior parte do tempo. Isso significa que a concentração do soluto no leito varia tanto com a posição quanto no tempo. A seção exposta inicialmente ao fluido atingirá um limite na quantidade de soluto adsorvida antes das seções posteriores, e esse padrão se estende pelo leito até que ele todo esteja saturado (Geankoplis, 2003; Richardson *et al.*, 2003).

O tamanho da zona de transferência de massa é fundamental para que haja o *scale-up* do processo, ou seja, utilizar os dados experimentais para projetar e implementar o equipamento em escala industrial (Geankoplis, 2003).

Os métodos laboratoriais são os mais utilizados para calcular o *scale-up* de um leito de adsorção industrial. O comportamento da zona de transferência de massa (sua largura e formato) depende de diversos fatores, tais como a isoterma

de adsorção, vazão, taxa de transferência de massa e da difusão do soluto pelos poros do adsorvente. Apesar de diversas abordagens teóricas para prever o comportamento da zona de transferência de massa e os perfis de concentração, essas previsões podem ter desvios significativos. Este, por sinal, é um dos principais problemas encontrados na engenharia: equilibrar a complexidade na elaboração de abordagens teóricas com a dificuldade de resolver as equações resultantes desta mesma abordagem (Ruthven, 1984; Geankoplis, 2003).

Para realizar o *scale-up* do equipamento, é definido o parâmetro comprimento de leito não utilizado (CLNU). Este comprimento é definido baseado em duas medidas de tempo, o tempo estequiométrico ( $t_e$ ) e o tempo equivalente à capacidade utilizável ( $t_u$ ), como definidos pelas equações 1 e 2.

$$t_e = \frac{L}{v} \left[ 1 + \left( \frac{1-\varepsilon}{\varepsilon} \right) \left( \frac{q_0}{c_0} \right) \right] = \int_0^\infty \left( 1 - \frac{c}{c_0} \right) dt \quad (01)$$

$$t_u = \frac{L}{v} \left[ 1 + \left( \frac{1-\varepsilon}{\varepsilon} \right) \left( \frac{q}{c_0} \right) \right] = \int_0^{t_b} \left( 1 - \frac{c}{c_0} \right) dt \quad (02)$$

Em que:

$t_b$  = tempo de ruptura

$\varepsilon$  = porosidade do leito (0,22)

$q$  = quantidade máxima de corante adsorvido no equilíbrio (mg/mL)

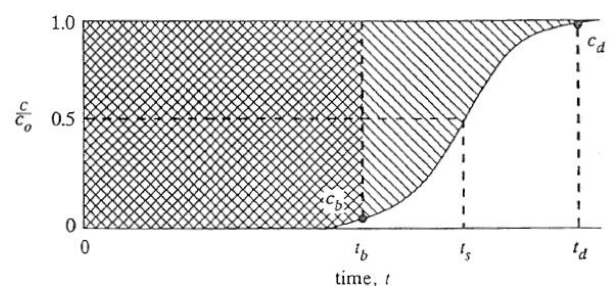
$q_0$  = quantidade máxima de corante adsorvido inicialmente (mg/mL)

$c_0 = 9,0$  mg/L

$L$  = altura do leito (45 cm)

$v$  = velocidade do fluido (0,177 cm/s)

A Figura 1 mostra a relação entre  $t_e$  e  $t_u$  e a curva de ruptura.



**Figura 1.** Curva de ruptura e a relação entre  $t_e$  e  $t_u$  (Geankoplis, 2003).



O tempo  $t_e$  é o tempo no qual toda a capacidade adsorptiva do leito foi utilizada. Assim, ele corresponde a toda a área hachurada entre a curva de ruptura e a linha horizontal  $c/c_0 = 1$ . Já  $t_u$  pode ser entendido como o momento no qual toda a porção do leito antes do ponto de ruptura já foi utilizada. A concentração do ponto de ruptura ( $c_b$ ) é geralmente considerada entre 0,01 e 0,05 da razão  $c/c_0$ . A concentração  $c_d$  refere-se ao final da curva de ruptura, no qual o leito pode ser considerado ineficiente (Geankoplis, 2003).

Assim, a razão  $t_u/t_e$  fornece a fração do leito já utilizada quando se atinge o ponto de ruptura. Este dado é importantíssimo para o projeto de leitos de adsorção industriais. Caso as condições de operação do leito industrial sejam as mesmas do leito em pequena escala estudados, basta determinar o tamanho  $L$  do leito para saber qual a porção utilizável dele. Por consequência, o comprimento do leito não utilizável (CLNU), que corresponde, na verdade, à zona de transferência de massa, pode ser determinado, conforme a equação 3 (Geankoplis, 2003):

$$CLNU = \left(1 - \frac{t_u}{t_e}\right)L \quad (03)$$

Em aulas práticas, contudo, para que o aluno consiga visualizar e compreender melhor estes fenômenos que ocorrem no interior do leito, a utilização de corantes como adsorbato torna-se uma opção interessante. O corante violeta de genciana, soluto utilizado nesse trabalho, é um composto orgânico de fórmula  $C_{25}H_{30}ClN_3$ , também conhecido como violeta de metila. Apresenta-se na forma de pó com coloração verde escura e tem como principais utilizações a tintura de madeiras, seda e papel. É o corante primário no processo de coloração de Gram, e talvez o mais importante agente identificador de bactérias em uso na atualidade (Pelczar *et al.*, 1997).

Desta forma, este trabalho teve como objetivo avaliar os parâmetros concentração do soluto (violeta de genciana), a massa de adsorbente (esferas de vidro) e a vazão volumétrica de alimentação, utilizando o módulo multipropósito desenvolvido pela UpControl em aulas práticas de Operações Unitárias III em experimento de adsorção, de modo a possibilitar a construção da curva de ruptura e análise das eficiências de utilização e recuperação do leito e a capacidade de leito não utilizável

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Materiais e equipamentos

Como adsorbato foi utilizada uma solução de corante violeta genciana ( $C_{25}H_{30}ClN_3$ ) a 9 mg/L. Esferas de vidro com diâmetro de  $2,86 \pm 0,28$  mm e massa de  $32,5 \pm 5,3$  mg foram utilizadas como adsorbente.

O Módulo Didático Coluna Multipropósito (Figura 2) foi desenvolvido pela UpControl (Brasil) de maneira que pudesse ser utilizado em aulas práticas, permitindo o estudo e análise de quatro Operações Unitárias: absorção, extração, leito fluidizado e adsorção. O módulo foi projetado para trabalhar de uma forma que dispensasse a presença de pontos para alimentação e esgotamento, e está disposto em uma estrutura metálica com dimensões de 1500 mm x 700 mm x 1500 mm e rodízios, o que facilita seu deslocamento.



Figura 2. Módulo didático multipropósito UpControl (Brasil).

### 2.2. Metodologias

#### 2.2.1. Determinação da concentração:

As medidas da concentração do corante foram feitas em espectrofotômetro Biospectro (Brasil) modelo SP-220, no comprimento de onda de 590 nm. Para converter a absorbância em concentração utilizou-se uma curva analítica construída com concentrações entre 0 e 20 mg/L.

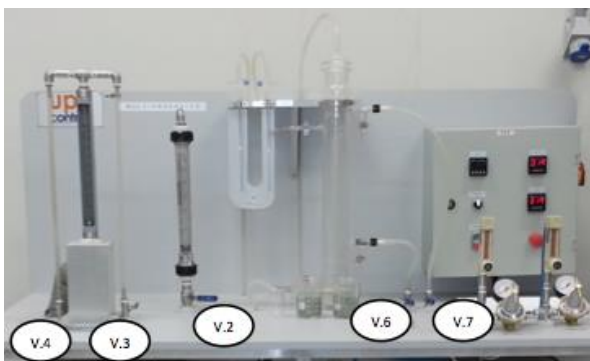
#### 2.2.2. Operação do módulo didático:

A adsorção no módulo multipropósito foi feita em uma coluna de 70 cm de altura, sendo que 50 cm





estavam ocupados pelo 2,5 kg de adsorvente (esferas de vidro), e 7 cm de diâmetro interno. Verificou-se que todas as válvulas estivessem inicialmente fechadas, se o tanque de descarte estivesse vazio e se as mangueiras estivessem inundadas de água destilada e a coluna apenas com o recheio. Acionou-se a chave geral na lateral do painel de controle. A alimentação foi feita utilizando uma bomba, com vazão controlada e seguindo o procedimento abaixo (conforme esquema de válvulas apresentado na Figura 3).



**Figura 3.** Esquema de válvulas no Módulo didático Upcontrol.

Acionou-se a bomba e abriu-se a válvula 3 lentamente, regulando a vazão para 0,3 L/min e iniciando o preenchimento da coluna. Ao preencher toda a coluna, abriu-se a válvula 7, regulando a saída de fluido e, conseqüentemente, a altura da coluna de fluido no módulo. Assim que a altura da coluna de fluido atingir o topo da coluna de recheio e o fluido começar a deixar a coluna pela saída lateral superior (após o final do recheio, sem volume morto), iniciou-se a amostragem com uma cubeta, coletando a amostra pelo ponto de amostragem a cada 1 minuto. A concentração era determinada no espectrofotômetro. Assim que for notado um equilíbrio nas medidas de absorbância, fechou-se a válvula 3 e desligou-se a bomba. Abriu-se a válvula 6, permitindo que a solução dentro da coluna saísse para proceder a regeneração do adsorvente utilizando água sanitária.

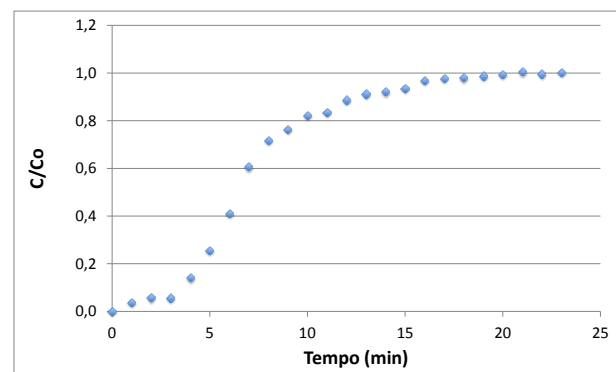
### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A primeira etapa deste trabalho consistiu na determinação da melhor concentração a ser utilizada nos experimentos em leito fixo. Foram realizados vários ensaios em batelada, com concentrações iniciais que variaram de 0 a 100

mg/L e temperaturas de 25 a 65° C (resultados não mostrados), e indicaram que a concentração de 10 mg/L seria a mais adequada.

Experimentos em batelada visando a obtenção de isotermas de adsorção (dados não mostrados) indicaram que a capacidade máxima de adsorção foi de 28,33  $\mu$ mol de soluto por grama de adsorvente (11,56  $\mu$ g de soluto por grama de adsorvente). Ao se comparar a outros adsorventes, a violeta genciana foi adsorvida em zeólitas apresentando uma capacidade de adsorção de 18 a 20 mg/g de adsorvente (Bertolini e Fungaro, 2011), e também em palha de carnaúba, com valores entre 122 a 163  $\mu$ g de corante/g de adsorvente (Góes, 2013). Apesar da baixa concentração, por ser um corante, o adsorbato utilizado se mostrou adequado para ser utilizado na aula prática.

A Figura 4 apresenta o resultado da curva de ruptura obtida com a concentração inicial de 10 mg/L.



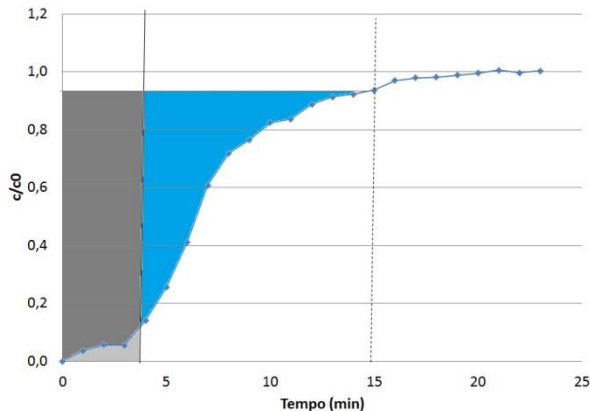
**Figura 4.** Curva de ruptura

Para os dados apresentados na Figura 4, foram obtidos um tempo de ruptura ( $t_b$ ) de 4,2 minutos e um tempo estequiométrico ( $t_e$ ) de 14,5 minutos, calculados pelas equações 01 e 02, respectivamente. De acordo com o método gráfico (Figura 5), pode-se perceber que os valores obtidos teoricamente estão bem próximos dos valores obtidos graficamente de 4 minutos para o  $t_b$  e 15 minutos para o  $t_e$ .

O valor encontrado para CLNU (equação 3) foi de 27,0 cm, o que representa cerca de 60% do comprimento total da coluna. Isso significa que, no momento em que a coluna atinge a exaustão, ou seja, o valor de  $c/c_0$  se iguala, ou ao se aproxima de 1, 60% da coluna encontra-se não utilizada, ou seja, apenas 40% da coluna encontra-se saturada. Caso fosse necessário que a coluna tivesse um melhor aproveitamento, com a utilização do



mesmo adsorbato, a alternativa seria a utilização de uma vazão menor, o que, conseqüentemente, diminuiria a velocidade do fluido, já que o CLNU depende somente dessa velocidade e do adsorbato utilizado.



**Figura 5.** Curva de ruptura analisada pelo método gráfico.

Foram também calculadas as eficiências da coluna, eficiência de utilização e recuperação. Os valores obtidos foram, respectivamente, 29% e 80%. Para os cálculos dessas eficiências foram utilizadas as áreas destacadas na Figura 5. A eficiência de recuperação é definida pela razão entre a área em cinza claro e a soma das áreas cinza claro e cinza escuro. Nota-se que a área em cinza escuro equivale ao tempo de ruptura. A eficiência de utilização é definida pela razão entre a área cinza claro e a soma das áreas cinza claro e cinza escuro. Nota-se que a área em cinza escuro equivale ao tempo de estequiométrico.

## 4. CONCLUSÕES

Com a realização deste trabalho pode-se evidenciar a importância das práticas experimentais na compreensão do fenômeno da adsorção, permitindo um melhor entendimento dos aspectos teóricos estudados.

Por meio da realização dos experimentos em leito fixo, estes mostraram que o módulo didático UpControl é bem simples de operar e muito adequado para a visualização do fenômeno da adsorção. Os resultados das curvas de ruptura condizem com os fundamentos teóricos, evidenciando que temperaturas e vazões mais baixas promovem melhor eficiência adsortiva, tanto de recuperação de soluto quanto de utilização

do leito. As eficiências podem aumentar mais caso seja utilizado um adsorvente com área superficial adsortiva maior do que as esferas de vidro utilizadas durante este trabalho

## 5. REFERÊNCIAS

BERTOLINI, T.C.R.; FUNGARO, D.A. Estudos de Equilíbrio e Modelagem Cinética da Adsorção do Corante Cristal Violeta sobre Zeólitas de Cinzas Leve e Pesada de Carvão. Anais do 3rd International Workshop | Advances in Cleaner Production, p. 1-10, 2011.

Conselho Nacional de Educação (Brasil), Resolução nº. 11, de 11 de março de 2002. Institui Diretrizes Curriculares Nacionais do Curso de Graduação em Engenharia. Diário Oficial da União 9 de abril de 2002. Seção 1, p. 32.

GEANKOPLIS, C.J. Transport Process and Separation Process Principles. 4<sup>th</sup> ed. University of Minnesota Press, 2003.

GÓES, M.C.C. Palha da carnaúba (*coperniciacrerifera*) como removedor dos corantes azul de metileno e cristal violeta. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Maranhão, Programa de Pós-Graduação em Química Analítica, 2013.

PELCZAR JR., MICHAEL J.; CHAN, E. C. S.; KRIEG, NOEL R. Microbiologia: conceitos e aplicações. 2.ed. São Paulo: Pearson Education, 1997. v. 2. 517 p.

RICHARDSON, J. F., HARKER, J. H. e BACKHURST, J. R. Coulson & Richardson's Chemical Engineering: Particle Technology and Separation Processes. 5. ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2002. Vol. 2.

RUTHVEN, D. M. Principles of Adsorption and Adsorption Processes. Toronto: John Wiley&Sons, 1984.