

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA (PEQ-UFS)

LILIANE OLIVEIRA MOTA

PREDIÇÃO E CONTROLE DA QUALIDADE NO PROCESSO DE DESTILAÇÃO EM
BATELADA COM O USO DE SENSOR VIRTUAL

São Cristóvão (SE)
(2017)

LILIANE OLIVEIRA MOTA

PREDIÇÃO E CONTROLE DA QUALIDADE NO PROCESSO DE DESTILAÇÃO EM
BATELADA COM O USO DE SENSOR VIRTUAL

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Orientador: Prof. Dr. Antonio Martins de Oliveira Júnior

Coorientador: Prof. Dr. Domingos Fabiano de Santana Souza

São Cristóvão (SE)

(2017)

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**

M917p Mota, Liliane Oliveira
Predição e controle da qualidade no processo de destilação em batelada com uso de sensor virtual / Liliane Oliveira Mota ; orientador Antonio Martins de Oliveira Júnior. – São Cristóvão, 2017.
60 f. : il.

Dissertação (mestrado em Engenharia Química)– Universidade Federal de Sergipe, 2017.

1. Engenharia Química. 2. Detectores. 3. Destilação em batelada. 4. Misturas (Química). I. Oliveira Júnior, Antonio Martins de, orient. II. Título

CDU: 66.048.1

LILIANE OLIVEIRA MOTA

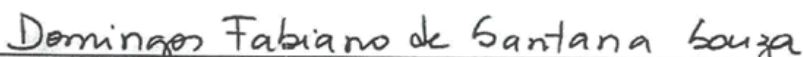
PREDIÇÃO E CONTROLE DA QUALIDADE NO PROCESSO DE
DESTILAÇÃO EM BATELADA COM O USO DE SENSOR VIRTUAL

Dissertação de Mestrado aprovada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química
da Universidade Federal de Sergipe em 23 de Fevereiro de 2016.

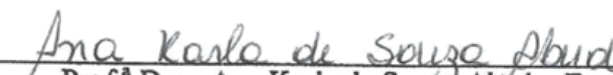
BANCA EXAMINADORA


Prof. Dr., Antonio Martins de Oliveira Júnior – Orientador

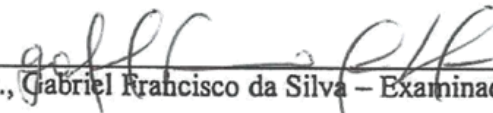
PEQ/UFS


Prof. Dr., Domingos Fabiano de Santana Souza – Coorientador

DEQ/UFRN


Prof.^a Dra., Ana Karla de Souza Abud – Examinadora Externa

DTA/UFS


Prof. Dr., Gabriel Francisco da Silva – Examinador Interno

PEQ/UFS

Dedico este trabalho aos meus pais, Ofenízio e Gilvanete, meus irmãos, Maicon e Karina, e minha querida avó Marieta Marques (em memória).

AGRADECIMENTOS

Agradeço a todos que fizeram parte dessa jornada de forma direta ou indiretamente para a realização desse trabalho, em especial aos meus pais, Ofenízio e Gilvanete, pelo apoio, dedicação, amor e paciência, aos meus irmãos, Maicon e Karina, pelo carinho e disponibilidade sempre, aos meus queridos e eternos orientadores, o Prof. Dr. Antonio Martins, que além de um grande orientador tem a paciência e dedicação de um pai e, o Prof. Dr. Domingos Fabiano, sem dúvidas, grande parte deste trabalho é seu. Ao Thiago, que é meu querido companheiro, amigo, professor, amor, confidente, você sabe que sem você este trabalho não estaria pronto no prazo, que sem você tudo teria sido mais difícil de suportar, “Amo-te”. A todos os professores do programa de pós-graduação em Engenharia Química que me fizeram ultrapassar mais uma barreira do conhecimento. Aos queridos colegas de curso, Paula, Cliff, Aguiar, Douglas, Lucas, Elys e Thayanah, por terem feito parte dessa jornada, mas em especial a minha querida amiga Jéssica por ter me acompanhado em muitas aventuras e pela paciência de me compreender nos momentos mais críticos desses dois anos. As minhas meninas, Lari, Clau e Karina, sei que de alguma forma vocês foram importantes e contribuíram para este trabalho, conviver comigo não é fácil. A minha amada amiga Dê, o início da parte experimental seria mais difícil e tediosa sem você. A Amanda por disponibilizar vários litros de água destilada, pode acreditar que isso foi fundamental. A Paula, Débora, Victor, Patrícia, Cris, Pedro e Márcio, vocês foram importantes sim, afinal, o amor, carinho, ajuda, que vocês compartilharam também contribui muito. Day e Mila, não posso esquecer de vocês, Day sempre a postos para ajudar em tudo, sempre solícita e amorosa e Mila, muitíssimo obrigada por me ouvir, por ter a paciência de tentar explicar meus questionamentos loucos. A Prof.^a Dra. Ana Karla por ter me ajudado sempre que precisei, tenho grande admiração pela senhora. Ao Prof. Dr. Alberto Wisniewski pela disponibilização de tempo, equipamento, laboratório e, principalmente, o conhecimento, muitíssimo obrigada. Ao Josué por me ensinar um pouco do conhecimento de cromatografia, você é uma pessoa maravilhosa, muito obrigada. Ao Prof. Dr. Gabriel e o Prof. Dr. Anderson por contribuírem na minha qualificação. Ao CNPq por ter contribuído financeiramente para a conclusão deste trabalho, muito obrigada. Peço desculpa pelos nomes não citados, mas que de alguma forma contribuíram para esse sonho. Muito obrigada de coração a todos por tudo. Sintam-se fortemente abraçados.

Tudo bem não saber todas as respostas. É melhor admitir ignorância do que acreditar em verdades que são falsas. Fingir saber de tudo fecha as portas para que a gente enxergue a realidade da forma como ela é.

(Niel deGrasse Tyson)

Se o seu ego começar a dizer 'Eu sou importante, eu sou grande, eu sou especial', você vai se desapontar quando olhar ao redor e ver o que nós descobrimos no universo. Não, você não é grande. Você é minúsculo no tempo e no espaço. E você está preso nessa coisa frágil chamada corpo humano, que está limitada ao planeta terra.

(Niel deGrasse Tyson)

RESUMO

Ao longo dos anos, o avanço científico tem possibilitado o desenvolvimento tecnológico da sociedade como um todo e, nos processos industriais não tem sido diferente. A destilação, operação unitária bastante utilizada, ainda apresenta estudos voltados para o monitoramento e otimização, pois, com aumento da competitividade, existe a necessidade de melhorar a eficiência das plantas. Diante disto, pesquisas ligadas a área da simulação têm ganhado cada vez mais relevância e o controle da composição do produto nos processos de destilação torna-se essencial para o sucesso da operação. Com isso, os sensores virtuais apresentam-se como alternativa viável, pois possibilitam a redução de custo e associa a simplicidade com a precisão dos resultados. Desta forma, desenvolveu-se e validou-se um sensor virtual fundamentado em requisitos termodinâmicos para prever a composição de etanol em um processo de destilação em batelada de uma mistura binária. Para isto, foram realizados experimentos com o intuito de compreender o processo de destilação em regime quase-estacionário, com água e álcool etílico absoluto, onde um planejamento experimental foi feito para avaliar a influência da concentração inicial da solução (20% e 30%) e a razão de refluxo (total e 1:2) sobre o teor de álcool do produto. Tais ensaios também foram utilizados para uma pré-calibração do sensor virtual. Além disso, experimentos em regime batelada com água e álcool etílico absoluto em diferentes concentrações iniciais de álcool (2% a 30%) e refluxo 1:2 foram realizados, e posteriormente utilizados na calibração do sensor. A validação do sensor foi feita com dados de um mosto de jabuticaba e os resultados mostraram que o sensor foi capaz de prever o comportamento experimental.

PALAVRAS-CHAVE: Sensor virtual; destilação em batelada; mistura binária.

ABSTRACT

Over the years, scientific advance has enabled the technological development of society as a whole, and in the industrial processes has not been different. Distillation, a widely used unit operation, still has studies focused on monitoring and optimization because there is a need to improve plant efficiency due to the increased competitiveness. Therefore, research related to the simulation area has increased its importance, and the control of product composition in the distillation processes becomes essential for the success of the operation. With this, the soft sensors are presented as a viable alternative, because they allow the reduction of cost and associates the simplicity with the precision of the results. Thus, a soft sensor was developed and validated based on thermodynamic requirements to predict the ethanol composition in a batch distillation process of a binary mixture. For this, experiments were carried out to understand the quasi-stationary distillation process, with water and absolute ethyl alcohol, where an experimental design was done to evaluate the influence of the initial solution concentration (20% and 30%) and the reflux ratio (total and 1: 2) on the alcohol content of the product. These tests were also used for a pre-calibration of the soft sensor. In addition, batch experiments with water and absolute ethyl alcohol in different initial concentrations of alcohol (2% to 30%) and reflux 1: 2 were performed, and later used in the calibration of the sensor. The sensor validation was done with data from jabuticaba wort, and the results showed that the sensor was able to predict the experimental behavior.

KEYWORDS: Soft sensor; batch distillation; binary mixture.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação esquemática de uma coluna de destilação.....	19
Figura 2 – Esquema de funcionamento de um sensor virtual.....	21
Figura 3 – Esquema da coluna de destilação com recheio, onde: (1) – Refervedor, (2) – Coletor de amostra (presente no refervedor), (3) – Coletor de amostra (produto), (4) – Painei de controle, (5) – Módulos de coletas, (6) – Módulo de topo, (7) – Vacuômetro Bourdon, (8) – Refluxador, (9) – Condensador e (10) – Manta de aquecimento. Lado direto, coluna de destilação com recheio.	32
Figura 4 – Coluna de destilação com recheio.....	33
Figura 5 – Diagrama de Pareto para o (a) Módulo 2, (b) Módulo 4, (c) Módulo 6 e (d) Topo.	38
Figura 6 – Teor de etanol em função do refluxo e concentração para o (a) Módulo 2, (b) Módulo 4.	39
Figura 7 – Teor de etanol em função do refluxo e concentração para o (a) Módulo 6, (b) Topo.	40
Figura 8 – Perfil dinâmico de temperatura média para os experimentos conduzidos em regime quase-estacionário. (a) concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo total, (b) concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo 1:2, (c) concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo total e (d) concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo 1:2.....	41
Figura 9 – Perfil dinâmico da fração mássica média para os experimentos conduzidos em regime quase-estacionário (a) concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo total, (b) concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo 1:2, (c) concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo total e (d) concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo 1:2.....	42

Figura 10 – Ajuste do modelo para os dados dos experimentos em regime quase-estacionário.	
(a) concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo total.	43
Figura 11 – Ajuste do modelo para os dados dos experimentos em regime quase-estacionário,	
com concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo 1:2.	43
Figura 12 – Ajuste do modelo para os dados dos experimentos em regime quase-estacionário,	
com concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo total.	44
Figura 13 – Ajuste do modelo para os dados dos experimentos em regime quase-estacionário,	
com concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo 1:2.	44
Figura 14 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração	
mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com	
concentração inicial de 2% (v/v).	45
Figura 15 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração	
mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com	
concentração inicial de 5% (v/v).	46
Figura 16 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração	
mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com	
concentração inicial de 10% (v/v).	46
Figura 17 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração	
mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com	
concentração inicial de 15% (v/v).	47
Figura 18 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração	
mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com	
concentração inicial de 20% (v/v).	47

Figura 19 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com concentração inicial de 30% (v/v).	48
Figura 20 – Perfil dinâmico de temperatura para os experimentos conduzidos em batelada e concentração inicial de 2%, 5%, 10%, 15%, 20% e 30% (v/v) de etanol.	49
Figura 21 – Perfil dinâmico da fração mássica para os experimentos conduzidos em batelada e concentração inicial de 2%, 5%, 10%, 15%, 20% e 30% (v/v) de etanol.	49
Figura 22 – Gráficos do ajuste linear para: (a) coeficiente de atividade da água e (b) coeficiente de atividade do etanol. (■) dados experimentais e (—) ajuste.	51
Figura 23 – Gráficos do (a) perfil dinâmico médio de temperatura e (b) perfil dinâmico médio da fração mássica experimental (■) e ajustado pelo modelo (—). Dados dos experimentos com mosto de jabuticaba.	52
Figura 24 – Gráficos do (a) perfil dinâmico médio de temperatura e (b) do perfil dinâmico médio da fração mássica experimental (■) e ajustado pelo modelo modificado - ajuste linear (—).	52
Figura 25 – Gráfico do perfil dinâmico de temperatura ao longo da coluna no processo de destilação em batelada do mosto de jabuticaba.	53
Figura 26 – Gráfico da estimação do sensor virtual para os módulos 2, 4, 6 e topo com (a) modelo simples e (b) modelo modificado – ajuste linear, para os dados de mosto de jabuticaba.	54

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Trabalhos de sensores virtuais com aplicação em processo de destilação.....	30
Tabela 2 – Planejamento Experimental Completo.	34
Tabela 3 – Valores das constantes de Antoine para a água e o etanol.	36
Tabela 4 – Valores do RMSE para cada experimento em regime quase-estacionário nos diferentes módulos.	45
Tabela 5 – Valores do RMSE para cada experimento em regime batelada.	50

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
2	OBJETIVOS	17
2.1	OBJETIVO GERAL	17
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
3.1	DESTILAÇÃO	18
3.2	SENSOR VIRTUAL.....	20
3.3	APLICAÇÃO DE SENSORES VIRTUAIS.....	23
3.4	SENSORES VIRTUAIS EM PROCESSOS DE DESTILAÇÃO.....	25
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	31
4.1	METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	31
4.2	DESENVOLVIMENTO DO SENSOR VIRTUAL.....	35
4.3	VALIDAÇÃO DO SENSOR VIRTUAL	37
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	38
5.1	EXPERIMENTOS PILOTO	38
5.2	EXPERIMENTOS PARA A CALIBRAÇÃO DO SENSOR VIRTUAL	42

5.2.1	<i>Calibração com os experimentos em regime quase-estacionário</i>	43
5.2.2	<i>Calibração com os experimentos em batelada</i>	45
5.3	EXPERIMENTOS PARA A VALIDAÇÃO DO SENSOR VIRTUAL	51
6	CONCLUSÃO E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	55
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	56
APÊNDICE A - TABELAS COM OS VALORES DOS COEFICIENTES DE ATIVIDADE		

1 INTRODUÇÃO

A destilação é um processo de separação muito conhecido desde primeiras civilizações e hoje representa 95% de todas as separações de fluidos em indústrias de processos químicos. Nos EUA, aproximadamente 10% do consumo de energia industrial e 40 a 60% da energia usada por uma planta química vem da destilação (JANA, 2016).

O processo de destilação é largamente utilizado para separar misturas químicas e petroquímicas, mas apesar de ser amplamente aplicado nas indústrias químicas, petroquímicas e álcoquímicas, apresenta baixa eficiência termodinâmica, sendo importante estudar o processo para a sua melhoria (TUTUTI-AVILA *et al.*, 2017). Atualmente, os processos industriais têm buscado melhorar a eficiência de forma mais segura, em termos energéticos e rentáveis, com uso de sistemas de monitoramento e controle (BIDAR *et al.*, 2017).

Para o sucesso do controle de processo de destilação, a medição *on-line* da composição do produto é importante. Devido as medições feitas por analisadores de composição apresentarem atrasos de tempo significativos, elevados custos de capital, calibrações e manutenção frequentes, esses analisadores de composição não se apresentam como uma solução eficaz para as medições da composição em linha. Em um esforço para superar as dificuldades encontradas na medição de composição, os sensores virtuais apresentam-se como alternativa viável (BARATTI *et al.*, 1995; ZAMPROGNA *et al.*, 2005; RANI *et al.*, 2013; LI *et al.*, 2015; SHANG *et al.*, 2015).

Os sensores virtuais consistem em um modelo matemático preditivo que possui como dados de entrada as variáveis secundárias que podem ser medidas com maior facilidade, e dados de saída, as variáveis de interesse que deverão ser inferidas (SHAO e TIAN, 2017). A sua premissa é associar a simplicidade com a precisão, ou seja, a resposta do modelo deve ser estatisticamente confiável e com tempo compatível ao requerido para o monitoramento do processo.

A modelagem dos sensores virtuais pode ser classificada em fenomenológica ou impulsionada pelo modelo, empírica ou acionada por dados. Os modelos fenomenológicos são baseados em princípios físicos e químicos do processo, tendo boa propriedade de extrapolação e aplicação em amplas faixas de operação. Porém, esse tipo de modelagem muitas vezes apresenta um alto tempo computacional devido à complexidade dinâmica do processo. Por outro lado, os modelos empíricos são desenvolvidos com o uso de métodos

estatísticos multivariados ou métodos de inteligência artificial, adquirindo popularidade, principalmente em virtude da sua precisão. No entanto, este tipo de modelagem pode degenerar e perder precisão diante de não linearidades específicas do processo (XIE *et al.*, 2013; JALEE *et al.*, 2016; BAKIROV *et al.*, 2017).

Uma alternativa que pode aumentar a confiabilidade dos sensores virtuais é a construção de um modelo híbrido, que aborda tanto os princípios fenomenológicos quanto empíricos. Além de aumentar a confiabilidade, tais modelos podem ter um tempo de resposta correspondente aos obtidos com modelos empíricos. Diante disto, o presente trabalho objetivou o desenvolvimento e validação de um sensor virtual baseado em modelagem híbrida para inferir a composição de álcool em um processo de destilação em batelada. Para tanto, experimentos em batelada com água e álcool etílico absoluto foram utilizados para a calibração do sensor virtual e, o mesmo, validado com dados experimentais de uma destilação em batelada de mosto de jabuticaba. O trabalho foi dividido em seis partes, incluindo esta introdução. Na segunda parte encontram-se os objetivos geral e específico que norteiam o trabalho. Em seguida, na terceira parte, compreende de uma concisa revisão sobre a história do processo de destilação e seu funcionamento, sobre os sensores virtuais e suas aplicações na indústria química como um todo e suas aplicações nos processos de destilação. Na quarta parte está disposta a metodologia utilizada para o desenvolvimento do trabalho subdividida na parte experimental e desenvolvimento do modelo para a construção do sensor virtual. A quinta parte traz os resultados e as discussões pertinentes. As principais conclusões e as sugestões para trabalhos futuros estão resumidas na sexta parte.

2 OBJETIVOS

A seguir, encontram-se os objetivos geral e específicos que norteiam o presente trabalho.

2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver e validar um sensor virtual baseado em modelagem híbrida para inferir a composição de álcool em um processo de destilação em batelada.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Construir um sensor virtual para prever a composição de etanol em um processo de destilação em batelada;
- Calibrar o sensor virtual com dados experimentais;
- Validar o mesmo com dados de mosto não sintético.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesta seção será descrito um breve contexto histórico do processo de destilação, bem como sua importância e trabalhos atuais que envolvem o processo. Abordará, também, os sensores virtuais, os quais têm tido espaço no controle industrial, e suas aplicabilidades nos processos industriais.

3.1 DESTILAÇÃO

Desde as primeiras civilizações a destilação tem sido importante para a humanidade, sendo uma invenção bastante antiga, de cerca de 5500 anos. Ao longo dos anos ocorreram muitas mudanças no processo, o que desencadeou o desenvolvimento de robustas e eficientes plantas de destilação, sendo um processo largamente estudado dentro da Engenharia Química (GÓRAK e SORENSEN, 2014).

Ao analisar o processo de destilação (Figura 1) de uma mistura binária, tem-se que o funcionamento básico de uma coluna de destilação se dá pela vaporização do componente mais volátil através do aquecimento da mistura, que fica na parte inferior da coluna (refervedor). À medida que o vapor sobe a coluna, a concentração do componente mais volátil aumenta, quando chega ao topo, este vapor é condensado e parte do componente mais volátil é então removido (produto) e a outra parte é reinjetada novamente para coluna, por meio do refluxo. Em decorrência da evaporação constante do componente mais volátil, há um aumento da concentração do componente menos volátil no refervedor (MARTIN, 2011).

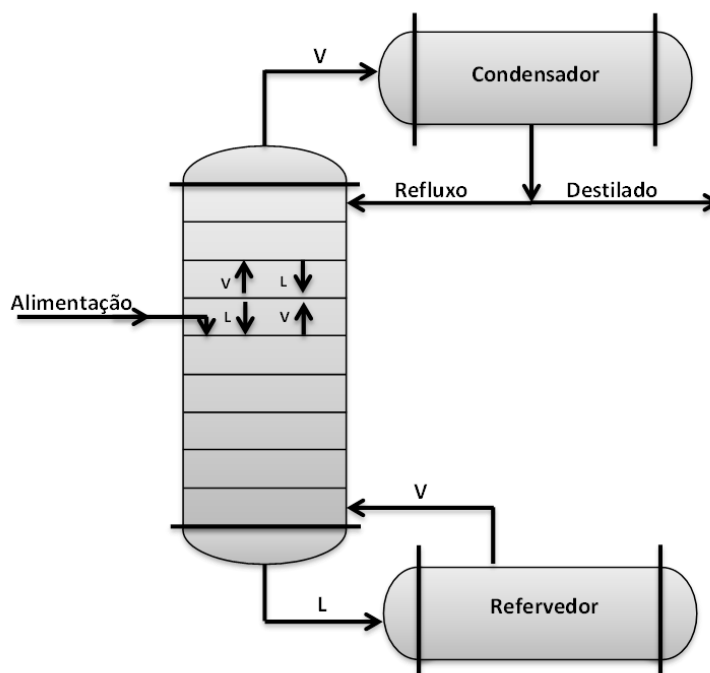


Figura 1 – Representação esquemática de uma coluna de destilação.

Fonte: <http://labvirtual.eq.uc.pt/>

A destilação, tendo como consideração o fluxo de alimentação e do produto, requer uma diminuição na entropia e, por isso, o processo não ocorre de forma espontânea na natureza. Para torná-lo termodinamicamente possível, é indispensável o fornecimento de calor. No entanto, as perdas irreversíveis em relação à queda de pressão e à transferência de calor e massa reduzem a eficiência do processo (ANEESH *et al.*, 2016).

Com o crescimento das indústrias de especialidades químicas finas e farmacêuticas, aumentou-se a quantidade de estudos voltada para o processo de destilação em batelada, por causa de suas vantagens como flexibilidade e produção de vários produtos com uma única coluna. As pesquisas de destilação em batelada têm se centrado principalmente em novos modos de operação que visa maior eficiência ou flexibilidade (TANG *et al.*, 2014). Jana (2016) propôs o conceito de *bottom flashing*, introduzido nas colunas de destilação em batelada. Foi considerada a estratégia de operação em estado transiente, onde um mecanismo de controle numérico é introduzido para ajustar par de variáveis simultaneamente. O potencial deste processo é numericamente quantificado em termos de economia de custo e energia. E, por fim, um sistema binário é simulado dinamicamente para demonstrar a configuração. Foi concluído que o sistema proposto se mostrou eficaz para o processo em batelada para todos os tipos de misturas.

Além da aplicabilidade em indústrias químicas finas e farmacêuticas, a destilação em batelada é uma tecnologia tradicional e vastamente utilizada para a produção de bebidas destiladas. No Chile e Peru, o processo de destilação em batelada é empregado para a produção de Pisco, aguardente feita a partir do vinho Muscat (OSORIO et al., 2008). No Brasil a aguardente de cana de açúcar é a primeira bebida mais consumida e a terceira no mundo, sendo a produção em torno de 1,3 bilhão de litros por ano, e cerca de 75% desse total proveniente da fabricação industrial e 25% artesanal (SAKAI, 2017).

Para garantir a reprodutibilidade do produto e perfil aromático desejado das bebidas destiladas, a composição ao longo do processo deve ser monitorada. Diante disto, estudos para a melhoria dos processos de destilação em batelada ainda se apresentam como uma área a ser explorada, principalmente se estes estudos propiciarem uma melhor qualidade no processo, que consequentemente influenciará no produto, sem um investimento muito alto. Para tal, os sensores virtuais se mostram como uma alternativa de baixo custo e bom desempenho.

3.2 SENSOR VIRTUAL

Na indústria, uma grande variedade de sensores projetados para supervisionar os processos em tempo real, bem como acompanhar, controlar e manter a qualidade do produto consistente são de fundamental importância, tais como, sensores de temperatura, vazão e de pressão. Entretanto, algumas variáveis, que podem ser de qualidade, por exemplo, não podem ser medidas *on-line* devido à falta de sensores ou devido ao alto custo do sensor, o que leva a falta de informações sobre o estado do sistema em tempo real. Geralmente, os testes laboratoriais de amostras de produtos são realizados *off-line* para medir a qualidade do produto sobre um intervalo especificado. A fim de medir as variáveis de qualidade em tempo real, podem-se utilizar metodologias de inteligência computacional para construir sensores inteligentes/computacionais, com o intuito de inferir o valor ou as variáveis-alvo de qualidade (dados de saída) através de outras variáveis do processo (dados de entrada) que podem ser medidas *on-line* (SOUZA et al., 2016).

Esses sensores são chamados de sensores virtuais ou *soft sensor* e são ferramentas valiosas em diversos campos de aplicação industrial, como refinarias, indústrias químicas, fornos de cimento, usinas de energia, indústrias de celulose e papel, processamento de alimentos, centrais nucleares, controle de poluição urbana e industrial. Eles são usados para

resolver uma série de problemas diferentes, tais como o sistema de medição de *back-up*, previsão em tempo real para controle da planta, validação do sensor e estratégias de diagnóstico de falhas (FORTUNA *et al.*, 2007).

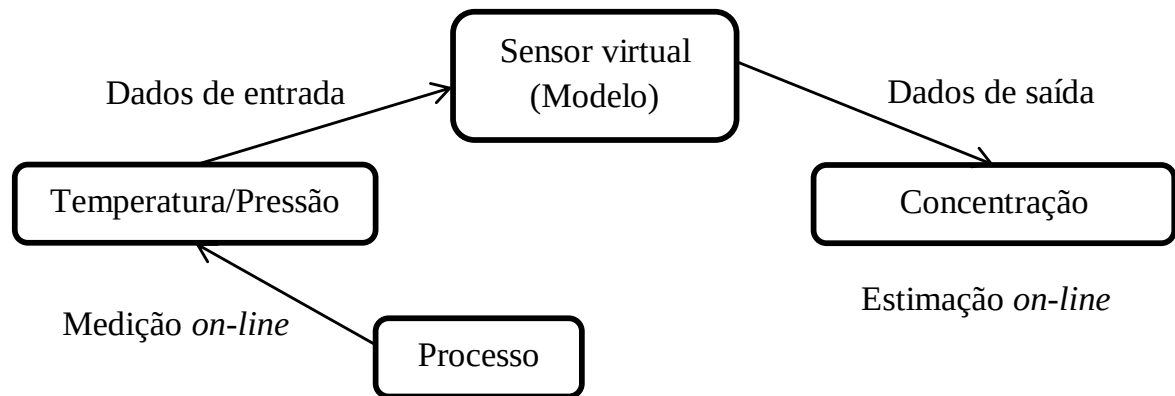


Figura 2 – Esquema de funcionamento de um sensor virtual.
Fonte: Elaborada pelo autor.

O princípio de trabalho do sensor virtual se baseia na estimativa em tempo real da qualidade, através da utilização de um modelo matemático que emprega todas as variáveis do processo de medição disponíveis, tais como as taxas de fluxo, temperaturas, pressões, etc. (TORGASHOV e ZMEU, 2015).

Muitas abordagens têm sido propostas para construir sensores virtuais em processos industriais, a exemplo do processo de destilação. Estes métodos podem ser divididos em três categorias: (1) o modelo fenomenológico, que consiste em construir os sensores virtuais através de abordagem analítica derivados de princípios básicos e fundamentais da termodinâmica, que é frequentemente difícil em refinarias devido à complexidade dos processos de destilação industriais; (2) modelos empíricos ou modelos impulsionados por dados, geralmente mais utilizados devido o rápido poder de resposta; (3) a combinação das duas abordagens já citadas, que é a modelagem híbrida (CANABARRO, 2011; LI *et al.*, 2015).

Dentro das estratégias para elaboração dos sensores virtuais, encontram-se os modelos construídos com redes neurais, PLS (*Partial Least Square*), PCA (*Principal Component Analysis*), auto-regressivos, entre outros. Uma breve descrição dos métodos citados pode ser analisada a seguir:

- Redes Neurais Artificiais

A ideia das redes neurais artificiais (RNA) tem como base o cérebro humano e, consequentemente, a rede neural é composta de grandes interligações paralelas. Apresentam a tendência de explorar a não linearidade, prever relação de entrada e saída, adaptar-se às mudanças nos parâmetros livres e ter tolerância suficiente a falhas (KAMRAN *et al.*, 2016; CHITHRA *et al.*, 2016). São aplicadas em diferentes ramos da ciência, sendo ferramentas poderosas para modelar relações complexas entre variáveis, especialmente quando o que é importante não é tanto determinar as relações, mas a obtenção de uma solução com um alto grau de confiabilidade (IRUELA *et al.*, 2016).

A estrutura que compõe a rede neural é dividida em três camadas básicas: a entrada, saída e a camada intermediária/escondida, com número específico de elementos de processamento, neurônios. Cada conexão apresenta um peso numérico e, esses pesos são modificados para formar limites de decisão e determinar a nitidez da transição para todas as interações. Também denominados pesos, as variações nos coeficientes da rede modificam a saída em resposta às suas entradas. Todo este processo é designado aprendizagem, que tem por finalidade minimizar a diferença entre o alvo e os dados de saída (KAMRAN *et al.*, 2016).

- PCA e PLS

A PCA é uma técnica matemática que fornece uma sequência de combinações ortogonais lineares para transformar um conjunto de variáveis possivelmente correlacionadas em um conjunto de variáveis não correlacionadas, chamadas de componentes principais (KOBAYASHI, *et al.*, 2016; SINGH, *et al.*, 2016; SHI e SONG, 2016). A PCA gera vetores de componentes principais (PCVs) e um conjunto de escores de componentes principais (PCSs) para cada PCV. Cada PCV corresponde a um eixo de variância e um PCS é uma projeção dos dados de entrada para cada PCV (KOBAYASHI, *et al.*, 2016).

Já o método PLS pertence a uma ampla classe de métodos que modela variáveis observadas por meio de variáveis latentes. O método parte da hipótese de que os dados são correlacionados e não requer que os resíduos apresentem uma distribuição normal. Utiliza as componentes obtidas para minimizar a covariância entre as variáveis independentes e dependentes (GARCIA, *et al.*, 2015). O objetivo do método é estabelecer uma relação linear entre os valores multivariados medidos e os valores alvos, onde transforma um grande número de variáveis em um número reduzido de variáveis latentes (BIAN, *et al.*, 2016).

- Modelagem auto-regressiva

As equações de recorrência, também conhecidas como modelos auto-regressivos, foi inicialmente utilizada por pesquisadores da área de modelagem de séries temporais, sendo os principais divulgadores Box e Jenkins, que apresentaram o modelo ARIMA para solucionar problemas de previsão de séries temporais e controle (CARVALHO, 2008).

Os modelos de séries temporais amplamente utilizados incluem os auto-regressivos (AR), modelos de média móvel (MA) e suas generalizações, como o auto-regressivo com média móveis (ARMA), auto-regressivos integrados e de média móvel (ARIMA), auto regressivo com entrada exógena (ARX) e auto-regressivo com entrada exógena e média móvel (ARMAX) (CARVALHO, 2008; LI *et al.*, 2014).

3.3 APLICAÇÃO DE SENSORES VIRTUAIS

Encontra-se na literatura trabalhos que utilizam os métodos empíricos para desenvolver os modelos dos sensores virtuais. Isto se deve ao fato que tais modelos são, em geral, mais simples e fáceis de obter, o que permite a construção de modelos de forma mais rápida e barata. Alguns trabalhos que envolvem a modelagem empírica para o desenvolvimento de sensores virtuais são analisados a seguir.

No trabalho de Liu *et al.* (2013), para melhorar a previsão *on-line* da qualidade do produto (índices de fusão) em um processo de polietileno SRMG (*Sequential-Reactor-Multi-Grade*) em uma indústria em Taiwan, os autores propuseram dois novos métodos de modelagem, um o método não linear, denominado SLSSVR (*Sequential Least Squares Suppor Vector Regression*), um modelo localizado construído através da integração do modelo JITL (*Just-in-time learning*), e o modelo SLSSVR, que resulta no modelo JS-LSSVR. Foi observado pelos autores que o método JS-LSSVR, em comparação com as outras abordagens, apresentou melhores resultados na predição do índice de fusão no processo de polietileno.

Ni *et al.* (2014), com o intuito de resolverem os problemas encontrados na modelagem LARPLS (*Localized Adaptive Recursive Partial Least Squares*), desenvolveram um novo sensor virtual, o LASS (*Localized Adaptive Soft Sensor*), que integra o conceito da modelagem RPLS (*Recursive Partial Least Squares*) numa janela móvel para gerar um melhor desenvolvimento preditivo, assim como para simplificar o modelo de regressão. Além disso, uma estratégia limiar adaptativa foi desenvolvida no algoritmo LASS para controlar a dinâmica do processo de forma mais eficaz. Para demonstrar o desempenho preditivo do

método LASS, três conjuntos de dados distintos foram utilizados. Primeiramente, o processo de polimerização de propileno foi utilizado para avaliar a capacidade do método na captura de uma perturbação de processo em que as condições de funcionamento são alteradas significativamente. O segundo estudo de caso utilizou o conjunto de dados de atividade do catalisador obtidos a partir de um processo de polimerização para mostrar que a modelagem LASS e LASS média pode acompanhar lentamente alterações na dinâmica do processo. O último caso foi o do reator contínuo de tanque agitado (CSTR), onde se teve por finalidade demonstrar ainda mais a capacidade do LASS para acomodar rápida mudança. Para os casos estudados, o novo modelo LASS mostrou-se eficaz em rastrear a dinâmica do processo, tanto para as que ocorreram em mudanças bruscas, como as que ocorreram nas mudanças dinâmicas graduais.

He *et al.* (2015) sugeriram um novo método para modelar com precisão processos químicos complexos. O modelo proposto foi a máquina de aprendizagem extrema duplo paralelo, com coeficiente de correlação de Pearson baseado em sub-redes independentes (PCCIS-DPELM). Comparado com o modelo tradicional, máquina de aprendizagem extrema (ELM), a PCCIS-DPELM apresenta duas características marcantes. A primeira é que existe duas sub-redes independentes baseadas no coeficiente de correlação de Pearson (PCC) entre os atributos de entrada e de saída. A outra característica é que o PCCIS-DPELM possui uma estrutura paralela dupla. O PCCIS-DPELM foi usado para desenvolver o sensor virtual preciso para a modelagem de dois processos complexos: o processo Tennessee Eastman (TE), e o processo de ácido tereftálico purificado (PTA). Tais processos foram selecionados devido a existência de fatores com elevados efeitos não lineares. Para fins de comparação, os métodos ELM e DPELM foram desenvolvidos. Ao analisar os modelos construídos, observou-se que o modelo PCCIS-DPELM apresentou um melhor desempenho do que os modelos ELM e DPELM.

Cheng e Liu (2015) com o intuito de monitorar o processo de fabricação de polimerização de propileno, cujo índice chave de avaliação da qualidade do produto é o índice de fusão (MI), objetivaram a construção de um sensor virtual orientado a dados sistemáticos baseado na técnica de seleção de recursos e otimização de parâmetros. O modelo LS-SVM (*Least Squares Support Vector Machine*) foi proposto, no qual o mapeamento característico isométrico (ISOMAP), técnica não linear, foi encarregado de selecionar as variáveis de entrada do modelo, e o algoritmo de otimização PSO (*Particle Swarm Optimization*) foi responsável pela otimização dos parâmetros do modelo. A fim de avaliar a capacidade do modelo proposto (denominado de Sys-LS-SVM), vários indicadores de desempenho foram

calculados e outros métodos de modelagem do sensor virtual foram utilizados como métodos comparativos. Desta forma, observaram que o método proposto apresentou bons resultados para o processo de polimerização de propileno podendo, ser aplicado para processos industriais similares.

De acordo com Jiang *et al.* (2015), no processo de fracionamento utilizado na indústria petrolífera, os principais produtos obtidos incluem a nafta, diesel e óleo de cauda. Dentre estes produtos, a nafta é o que obtém maior benefício econômico, por ser um produto mais rentável, o que torna importante a otimização deste processo. O índice que mede a qualidade da nafta é chamado de ponto de ebulição final ou ponto seco, em geral o NDP (*Naphtha Dry Point*), que é analisado em laboratório e seus resultados apresentam atrasos. Desta forma, a otimização é muitas vezes difícil devido às dificuldade de medir a qualidade da nafta em linha. Ao observar estes pontos, os autores propuseram o desenvolvimento de um sensor virtual para medir a qualidade da nafta. Para a obtenção do sensor virtual, uma simulação em estado estacionário de um fracionador de hidrocrackeamento foi realizado no ASPEN PLUS, com dados industriais. Em seguida, uma simulação dinâmica foi implementada no ASPEN DYNAMICS, baseado na simulação de estado estacionário e um modelo da qualidade do produto da nafta (NDP) foi construído por RNA em MATLAB® usando os resultados da simulação dinâmica. Através dos estudos realizados, os autores concluíram que os resultados foram alcançados.

A utilização de modelagem híbrida foi apresentada no trabalho Xie *et al.* (2013), com a finalidade de assegurar um ótimo desempenho dos geradores de vapor (OTSGs). Os sensores virtuais projetados dispõem de mecanismo de atualização *bias on-line*, que reduz o desvio entre os valores de qualidade previstos e observados. Além disso, um modelo de processamento de dados *on-line* adicional para a detecção de *outlier* e rejeição é incorporado para melhorar a robustez e confiabilidade dos sensores virtuais. Os sensores virtuais foram instalados em uma indústria de petróleo e os resultados demonstraram as suas vantagens de baixo custo computacional, alta precisão, boa robustez e forte confiabilidade.

3.4 SENSORES VIRTUAIS EM PROCESSOS DE DESTILAÇÃO

Nas indústrias de refino de petróleo e produtos químicos, a destilação é um importante alvo para a aplicação de sensor virtual, pois, em colunas de destilação, raramente as medições de composições de produtos podem ser utilizadas diretamente como variáveis controladas, porque a medição em linha de composições geralmente é difícil. A maioria dos analisadores

sofrem atrasos de medição e elevados custos de investimento e manutenção (KANO e OGAWA, 2010; KANO e FUJIWARA, 2013).

Zamproga *et al.* (2005) propuseram uma nova metodologia baseada na análise de componentes principais (*Principal Component Analysis* - PCA) para selecionar as variáveis secundárias do processo mais adequadas para serem usadas como dados de entrada para o sensor virtual. Na abordagem proposta foi definida uma matriz que mede a sensibilidade instantânea de cada variável secundária em relação à variável primária a ser estimada. As variáveis secundárias mais sensíveis são, em seguida, extraídas a partir desta matriz e usadas como dados de entrada para o desenvolvimento de um modelo de regressão adequado para aplicação em linha. Este método foi avaliado por meio do desenvolvimento de um sensor virtual que utiliza medições de temperatura e um modelo de regressão para estimar as composições de produtos em linha para um processo de destilação em batelada simulado. Os resultados das simulações mostraram que a abordagem proposta pode efetivamente ajudar a selecionar as variáveis secundárias do processo mais adequadas, o que leva a um sensor virtual com bom desempenho de estimação. Também foi demonstrado que o comprimento do intervalo da amostragem não afeta significativamente os resultados a partir da análise de sensibilidade com o PCA, embora a presença de ruído de medição possa tornar mais difícil de avaliar as medições de temperatura disponíveis e que para a identificação das variáveis mais sensíveis através da análise de sensibilidade PCA, foi mostrado que os efeitos prejudiciais de ruído de medição podem ser corrigidos por meio de ajustamento apropriado do intervalo de amostragem.

Fortuna *et al.* (2005) desenvolveram um sensor virtual fundamentado em redes neurais para monitorar e controlar a qualidade da gasolina refinada em uma coluna desbutanizadora. O sensor virtual proposto possibilitou a inferência da composição em tempo real e com precisão próxima ao da cromatografia gasosa. Já Rogina *et al.* (2011) desenvolveram sensores virtuais lineares e não lineares conduzidos por análise de regressão linear múltipla e usando modelos baseados em redes neurais (NN), tais como LNN (*Linear Neural Network*), MLP (*Multilayer Perceptron*) e RBF (*Radical Basis Function*). O sensor virtual foi desenvolvido para estimação da qualidade contínua da nafta leve em uma unidade de destilação de petróleo bruto. Os dados experimentais incluíram medições contínuas disponíveis no processo da unidade de destilação de petróleo bruto (temperaturas, pressões e taxas de vazão) e análise de laboratório eram realizadas duas vezes por dia. Os resultados mostraram que os modelos de sensores virtuais lineares usando técnica de MLR (*Multiple Linear Regression*) ou aqueles que usaram redes neurais artificiais não foram capazes de estimar a nafta leve na unidade de

destilação de petróleo bruto. Já os modelos não lineares de sensor virtual usando redes neurais MLP e RBF mostraram resultados com desvios dentro de uma faixa aceitável, e indicadores estatísticos sugeriram que esses modelos poderiam ser usados na qualidade do produto e monitoramento das propriedades do processo.

Com o intuito de acompanhar a composição de etanol ao longo do processo em plantas de destilação em batelada na produção de Pisco, bebida destilada feita a partir de vinho Muscat, Osorio *et al.* (2008) desenvolveram um sensor virtual baseado em redes neurais artificiais que envolveu simples procedimento de pré-processamento de dados. O sensor foi calibrado e validado com dados experimentais e industriais. Os autores observaram que o sensor obteve boa precisão na previsão da concentração de etanol do destilado, podendo ter resultados melhores com o uso de pré-processamento de dados.

Rani *et al.* (2013) utilizaram a formulação de rede neural *Adaptive Linear Network* (ADALINE) na elaboração de um sensor virtual para estimar a composição no processo de destilação do metanol e água, bem como para a destilação de multicomponentes a partir do perfil de temperatura do processo. Os resultados mostraram que, além de exigir um tempo de treinamento inferior, o sensor virtual ADALINE foi mais preciso que os demais sensores fundamentados em redes neurais.

Devido à variação da qualidade dos dados de processos coletados (temperatura, pressão, etc.), Behnaser e Rad (2015) desenvolveram um sensor virtual robusto orientado a dados, no qual o método de modelagem que foi usado para desenvolver o sensor virtual é uma combinação do modelo NARX (*Nonlinear Auto Regressive with Exogenous Inputs*) e o LSSVR (*Least Squares Support Vector Regression*). Os parâmetros para o LSSVR foram otimizados por uma nova técnica de otimização evolutiva conhecida como COA (*Cuckoo Optimization Algorithm*). Para tornar o sensor virtual robusto contra os *outliers* e ruídos de dados, foi proposto o método baseado no IWLSSVR (*Iteratively Weighted Least Squares Support Vector Regression*) que utiliza a função de ponderação Myriad. A abordagem foi aplicada para previsão da concentração de n-butano (C4) em uma unidade de coluna debutanizadora. O algoritmo desenvolvido, IWLSSVR, mostrou um bom desempenho quando existem ruídos e valores extremos nos dados medidos em comparação com o método convencional LSSVR. Além de ser comparado com método convencional, o modelo IWLSSVR também foi comparado com outro sensor virtual robusto recentemente desenvolvido baseado no ANFIS (*Adaptive Neuro-Fuzzy Inference System*), otimizado pelo PSO (*Particle Swarm Optimization*). Para esta comparação, os resultados mostraram que o

sensor virtual desenvolvido apresentou melhor desempenho quando os dados medidos apresentavam impurezas.

Li *et al.* (2015) propuseram um sensor virtual adaptativo para previsão da qualidade da composição em um processo de destilação com condições de variação no tempo. A abordagem tradicional, LS-SVM (*Least Squares-Support Vector Machine Regression*), foi usada para a construção do modelo de previsão da qualidade da composição e a estratégia *just-in-time learning* para atualizar o modelo dinâmico. Porém para melhorar a eficiência de cálculo, o método MWJIT-LS-SVM (*Moving Window Just-in-time Learning Least Squares-Support Vector Machine Regression*) foi proposto no trabalho. Diante disto, os resultados das simulações mostraram que o método proposto (MWJIT-LS-SVM) alcançou maior precisão preditiva do que os métodos tradicionais para a previsão da composição da qualidade em uma coluna de destilação.

Shang *et al.* (2015) fizeram um estudo comparativo entre a regulação de suavidade temporal e a seleção de variáveis, aplicados a um sensor virtual desenvolvido baseado em DPLS (*Dynamic Partial Least Squares*). As comparações foram feitas com casos simulados de uma unidade de destilação de petróleo bruto. Foi constatado que a utilização da suavidade temporal aplicada ao DPLS apresentou melhores resultados.

Mehta *et al.* (2016) desenvolveram um sensor virtual de múltiplas entradas e múltiplas saídas, nomeado mínimos quadrados ortogonais recursivos (ROLS), baseado em uma função de base radial (RBF) para a estimação da composição instantânea dos componentes leve (ciclo-hexano), intermediário (n-heptano) e pesado (tolueno) de uma mistura ternária de n-heptano, clíco-hexano e tolueno em uma coluna de destilação em batelada convencional a partir dos dados de temperatura. Os dados de entrada do sensor foram simulados através de equações diferenciais do processo de destilação em batelada. Os resultados mostraram que o estimador apresentou bom desempenho ao predizer a composição do destilado.

Ao analisar os trabalhos encontrados até o momento, percebe-se que a aplicação dos sensores virtuais está mais voltada para a destilação contínua. No entanto, percebe-se que os estudos voltados para colunas de destilação em batelada têm ganhado força nas últimas décadas (BAROLO e BERTO, 1998; BAI *et al.*, 2005; TANG *et al.*, 2014; JANA, 2016; MEHTA *et al.*, 2016). No trabalho de Zamproga *et al.* (2005), já citado, ele voltou seus estudos para a destilação em batelada. Porém, os dados utilizados para avaliar o desempenho do sensor virtual proposto eram dados simulados, bem como o trabalho de Mehta *et al.* (2016), que também utilizou dados simulados como entrada para o sensor virtual aplicado em um processo de destilação em batelada. Já no trabalho de Osorio *et al.* (2008) apesar de

trabalharem com processo de destilação em batelada e utilizar dados experimentais e industriais, o sensor virtual foi construído totalmente empírico, o que diferencia do trabalho a ser apresentado neste projeto, que visou a construção de um sensor virtual híbrido e testado com dados experimentais. Na Tabela 1 observam-se os principais trabalhos de sensores virtuais aplicados em processos de destilação.

Tabela 1 – Trabalhos de sensores virtuais com aplicação em processo de destilação.

Autor (Ano)	Título	Sensor virtual	Aplicação/ Dados de entrada
(ZAMPROGNA et al., 2005)	<i>Optimal Selection of Soft Sensor Inputs for Batch Distillation Columns using Principal Component Analysis</i>	Modelo de regressão e PCA para selecionar os dados	Coluna de destilação em batelada/ Simulado
(FORTUNA et al., 2005)	<i>Soft Sensors for Product Quality Monitoring in Debutanizer Distillation Columns</i>	Redes neurais	Coluna desbutanizadora/ Industriais
(OSORIO et al., 2008)	<i>Soft-sensor for on-line Estimation of Ethanol Concentrations in Wine Stills</i>	Redes neurais	Coluna de destilação em batelada/Experimental e industrial
(ROGINA et al., 2011)	<i>Soft Sensor for Continuous Product Quality Estimation (in Crude Distillation Unit)</i>	Sensores conduzidos por análises de regressão linear e redes neurais	Coluna de destilação de petróleo bruto/ Experimentais
(RANI et al., 2013)	<i>Development of Soft Sensor for Neural Network Based Control of Distillation Column</i>	ADALINE	Processo de destilação/ Simulado
(BEHNASR e RAD, 2015)	<i>Robust Data-Driven Soft Sensor Based on Iteratively Weighted Least Squares Support Vector Regression Optimized by the Cuckoo Optimization Algorithm</i>	IWLSSVR	Coluna desbutanizadora/ Simulado
(LI et al., 2015)	<i>Adaptive Soft Sensor Based on a Moving Window Just-in-time Learning LS-SVM for Distillation Processes</i>	MWJIT-LS-SVM	Coluna de destilação/ Simulado
(SHANG et al., 2015)	<i>A Comparative Study on Improved DPLS Soft Sensor Models Applied to a Crude Distillation Unit</i>	DPLS	Coluna de destilação de petróleo bruto/ Simulado
(MEHTA et al., 2016)	<i>Recursive Orthogonal Least Square Based Soft Sensor for Batch Distillation</i>	ROLS	Coluna de destilação em batelada/ Simulado

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia utilizada foi dividida em duas partes: experimental e modelagem. A primeira etapa do trabalho consistiu no planejamento experimental e análises envolvidas com o processo de destilação em batelada. A segunda parte encontra-se o desenvolvimento da modelagem do sensor virtual.

4.1 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Os experimentos de destilação foram realizados no Laboratório de Engenharia de Sistemas em Alimentos e Inovação do Departamento de Tecnologia de Alimentos (Universidade Federal de Sergipe). Para a execução dos mesmos, um módulo experimental de destilação em batelada foi utilizado (Figura 3 e Figura 4). O equipamento é uma coluna de destilação fracionada com recheio, que pode operar tanto em regime de batelada ou em condições estacionárias. Possui dimensões totais aproximadas de 2,40 m de altura, 70 cm de largura e 1,35 m de comprimento. A coluna é transparente, para proporcionar a visualização dos fenômenos fluidodinâmicos envolvidos no processo. Possui também, isolamento térmico a vácuo, monitoramento de temperatura e sistema de coleta de amostras com sete módulos em vidro/Teflon, com diâmetro interno de 5 cm, e sete módulos de fracionamento, encamisados, com diâmetro interno de 5 cm e contendo recheio de anéis de Raschig de vidro borosilicato, com 8 mm de tamanho característico. A altura da coluna fracionada é de 90 cm e cada módulo de fracionamento apresenta altura de 9 cm, sendo 7 cm a altura do recheio. Na parte inferior da coluna encontra-se o refeedor, com capacidade máxima de 5 L. A potência do equipamento é de 1000 W. E na parte superior encontra-se o condensador, que foi conectado a um banho ultratermostático à temperatura de 10 °C para reduzir as perdas durante o processo com a evaporação do álcool.

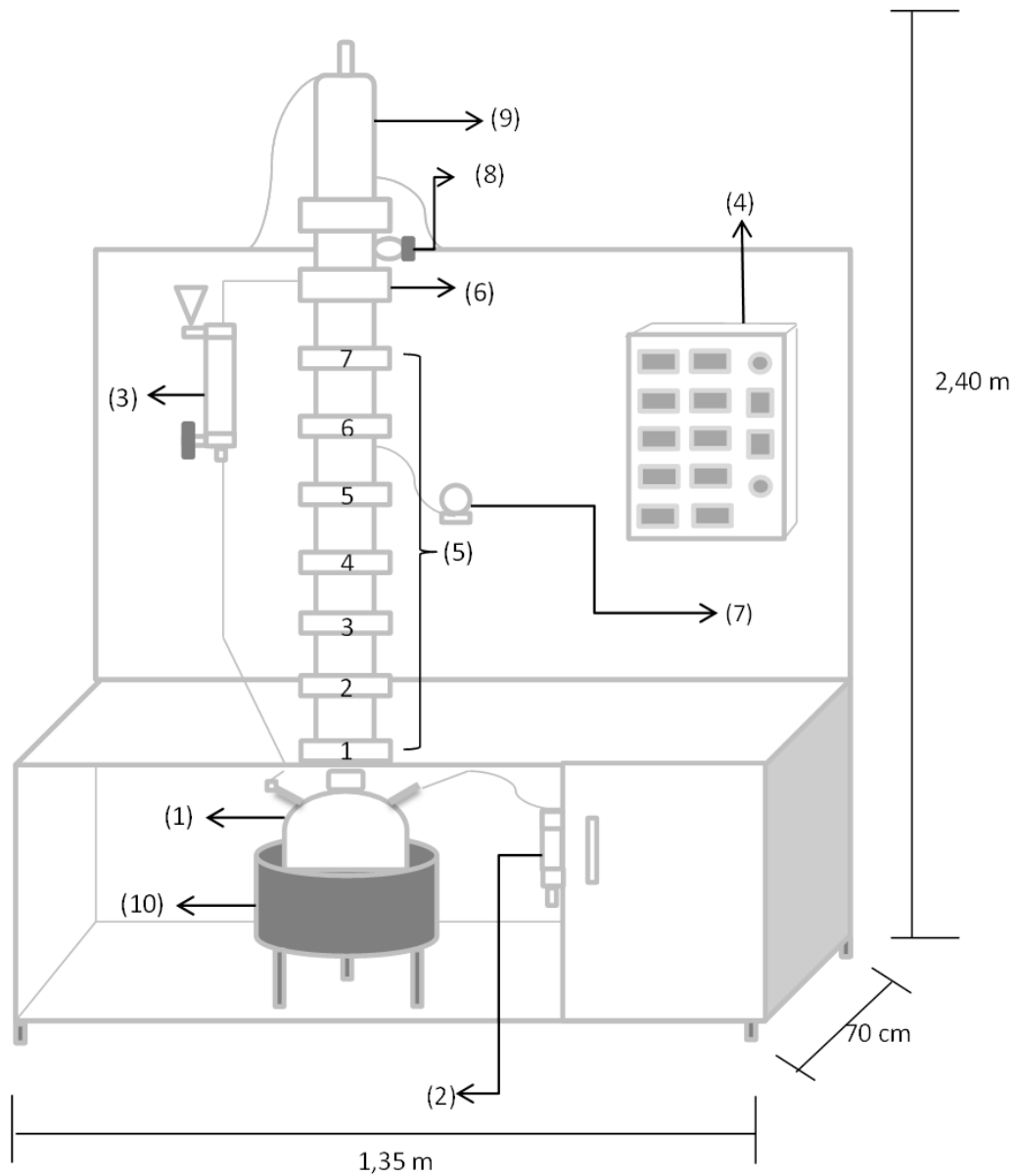


Figura 3 – Esquema da coluna de destilação com recheio, onde: (1) – Refervedor, (2) – Coletor de amostra (presente no refervedor), (3) – Coletor de amostra (produto), (4) – Painei de controle, (5) – Módulos de coletas, (6) – Módulo de topo, (7) – Vacuômetro Bourdon, (8) – Refluxador, (9) – Condensador e (10) – Manta de aquecimento. Lado direito, coluna de destilação com recheio.
Fonte: Elaborada pelo autor.



Figura 4 – Coluna de destilação com recheio.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Foram realizados estudos prévios, onde os experimentos de destilação ocorreram em regime quase-estacionário, ou seja, o produto da destilação retornava para o refeedor. Tais experimentos serviram para entender a operação do equipamento e avaliar, através de análises estatísticas, a influência da concentração inicial e da razão de refluxo sobre o destilado. Para a eficiência do isolamento térmico, a camisa de isolamento da coluna operou com vácuo de 650 a 600 mmHg. O aquecimento do refeedor foi ajustado para uma potência entre 700 a 750 W (3,2 a 3,4 A).

Para tais experimentos, utilizou-se solução binária sintética de água (destilada) e álcool etílico absoluto da marca Dinâmica (pureza de 99,5%). Trabalhou-se com duas variáveis independentes, concentração inicial da solução e refluxo, em duas condições diferentes, concentração de 20 e 30 % e, em razão de refluxo total e 1:2. No refluxo 1:2, o refluxador é posicionado por 10 segundos para que o vapor condensado seja enviado para o coletor de amostra (produto), e depois, o refluxador é posicionado para a coluna por 5 segundos. Já em refluxo total, o vapor condensado é enviado para a coluna.

Foi realizado Planejamento Experimental Completo (Tabela 2), no qual as variáveis independentes, concentração e refluxo, e a variável dependente, teor de etanol, foram avaliadas. Para a realização das análises estatísticas dos resultados apresentados em cada experimento, o Software Statistica® foi utilizado.

Tabela 2 – Planejamento Experimental Completo.

Ensaio	Planejamento codificado		Planejamento decodificado	
	Concentração (%)	Refluxo	Concentração (%)	Refluxo
1	-1	-1	20	Total
2	-1	1	20	1:2
3	1	-1	30	Total
4	1	1	30	1:2
5	-1	-1	20	Total
6	-1	1	20	1:2
7	1	-1	30	Total
8	1	1	30	1:2

Na Tabela 2, todos os experimentos foram executados de forma aleatória, de acordo com o planejamento, sendo que os experimentos 5 – 8 são réplicas. Ao longo da coluna de destilação, para cada experimento, de 30 em 30 minutos as temperaturas nos módulos eram anotadas e coletadas amostras em quatro pontos distintos (módulos 2, 4, 6 e topo). As amostras coletadas foram analisadas por densimetria para avaliar o teor de etanol em cada amostra nos diferentes pontos da coluna ao longo do tempo. O volume total inicial de cada experimento foi de 4,5L.

As análises de densimetria foram realizadas através de um densímetro digital modelo DA-130 marca KEM (*Kyoto Electronics Manufacturing*), sendo os dados das densidades obtidas em cada módulo foram posteriormente convertidos para fração mássica (PERRY *et al.*, 1997).

Além dos experimentos listados na Tabela 2, foram realizados experimentos para a calibração do sensor virtual proposto. A faixa escolhida foi baseada em concentrações comuns de mostos para produção de destilados. Esses experimentos foram conduzidos em batelada com refluxo 1:2, concentrações de 2%, 5% 10%, 15%, 20% e 30% (v/v) e 4,5 L de volume inicial de cada experimento. A solução binária sintética utilizada consiste de água (destilada) e álcool etílico absoluto da marca Alphatec (pureza de 99,8%). Ao longo do processo, foram coletadas amostras do módulo de coleta de destilado a cada 5 minutos e analisadas por densimetria, com o auxílio do densímetro digital. O fim de cada processo era determinado pela inexistência significativa de álcool etílico.

4.2 DESENVOLVIMENTO DO SENSOR VIRTUAL

Neste trabalho, foi empregado um sensor virtual que tem como dados de entrada a temperatura (T) e a concentração inicial, e como dado de saída a composição do líquido (fração molar - x) para uma destilação em batelada. A pressão (P_t) ao longo da coluna é considerada constante e igual 1,4 atm para todos os experimentos. Nesta modelagem, a temperatura é utilizada para estimar a composição (x) através da correlação $T - x$ e a concentração inicial para determinar o valor do coeficiente de atividade, através da relação concentração inicial e coeficiente de atividade observado na calibração do sensor virtual (descrito nos resultados e discussão).

Tendo em consideração o sistema binário em equilíbrio líquido-vapor, a composição para o componente 1 é dada pela Equação (1):

$$y_1^* = k_1(x_1, T, P_t)x_1 \quad (1)$$

Similarmente, para o componente 2 tem-se,

$$1 - y_1^* = k_2(x_2, T, P_t)(1 - x_1) \quad (2)$$

onde, y_i^* é a composição do vapor em equilíbrio, k_i é o coeficiente de equilíbrio.

Sabe-se da Lei de Dalton para a fase vapor em uma mistura ideal que,

$$P_i = P_t y_i^* \quad (3)$$

e da Lei de Raoult para a fase líquida em uma mistura ideal que,

$$P_i = P_i^S x_i \quad (4)$$

Porém, para misturas não ideais a Lei de Raoult é modificada para,

$$P_i = \gamma_i P_i^S x_i \quad (5)$$

Com a substituição da equação (3) em (5), tem-se,

$$\gamma_i P_i^S x_i = P_t y_i^* \quad (6)$$

onde, P_i é a pressão parcial de i , P_t é a pressão total, γ_i é o coeficiente de atividade e P_i^S é a pressão de vapor do componente puro i .

Com consideração a não idealidade da fase líquida, o coeficiente de equilíbrio (k_i) para cada componente é calculado através da equação (7), que é obtido através da substituição da equação (6) em (1).

$$k_i = \left[\frac{\gamma_i P_i^S(T)}{P_t} \right] \quad (7)$$

A pressão de vapor ($P_i^S(T)$) é calculada através da equação de Antoine, Equação (8), e γ_i é o coeficiente de atividade, estimado através do ESTIMA que é um pacote computacional para estimação de parâmetros e projeto de experimentos, desenvolvido por Noronha *et al.*, (1993), pois, neste trabalho, os coeficientes de atividade para a água e o etanol são considerados parâmetros de calibração do modelo.

$$\ln P_i^S (\text{mmHg}) = A_i - \frac{B_i}{T + C_i} \quad (8)$$

sendo, A_i , B_i e C_i constantes de Antoine para a composição pura i .

Os valores das constantes de Antoine para a água e o etanol encontram-se na Tabela 3.

Tabela 3 – Valores das constantes de Antoine para a água e o etanol.

Componentes	Constantes de Antoine		
	A_i	B_i	C_i
Água	18,3036	3816,44	-46,13
Etanol	18,9119	3803,98	-41,68

Fonte: http://checalc.com/solved/binary_vle.html

Com a soma das Equações (1) e (2), tem-se:

$$1 = k_1 x_1 + k_2 (1 - x_1) \quad (9)$$

Substituindo k_1 e k_2 na Equação (9) a correlação temperatura-composição é obtida:

$$x_1 = \frac{P_t - \gamma_2 P_2^S}{\gamma_1 P_1^S - \gamma_2 P_2^S} \quad (10)$$

O modelo foi implementado em Fortran.

Para avaliar a qualidade do ajuste do modelo o indicador estatístico RMSE (*Root Mean Squared Error*) foi utilizado. O RMSE agrega a diferença individual entre os valores experimentais e estimados, esta diferença também é chamada de resíduo. Apresenta valor sempre positivo e quanto mais próximo de zero, maior a qualidade do ajuste. O RMSE é calculado através da Equação (11).

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{exp} - x_{est})^2}{n}} \quad (11)$$

Onde,

x_{exp} = Fração mássica experimental;

x_{est} = Fração mássica estimada;

n = Número de observações.

4.3 VALIDAÇÃO DO SENSOR VIRTUAL

Para a validação do sensor virtual, foi necessário realizar a produção do mosto de jabuticaba. A produção do fermentado teve como base a metodologia utilizada por Costa (2016), o processo fermentativo durou oito dias e no fim do processo obteve um volume 20 L de mosto de jabuticaba. De posse do mosto, foram realizadas quatro bateladas conduzidas nas mesmas condições, ou seja, mesma concentração inicial (13,3% (v/v)) e refluxo 1:2 e volume inicial de 4,5 L. As amostras, assim como nos experimentos com água e álcool realizados para a calibração do sensor virtual, foram coletadas a cada 5 minutos e com o auxílio do densímetro digital, fazendo-se as medidas do teor alcoólico das amostras, sendo o fim do processo determinado quando o teor alcoólico se aproximava significativamente próximo de zero.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Essa seção abordará os resultados dos experimentais piloto, que ajudaram no entendimento da coluna de destilação utilizada, e os experimentos para a calibração do sensor. Também se encontram os resultados da validação do sensor virtual com o uso de dados experimentais do mosto de jabuticaba.

5.1 EXPERIMENTOS PILOTO

Nos experimentos realizados em regime quase-estacionário, para auxiliar no entendimento do funcionamento da coluna, foi possível observar, através das análises estatísticas feitas, que em todos os módulos de coleta a razão de refluxo influenciou negativamente o teor alcoólico das amostras (Figura 5).

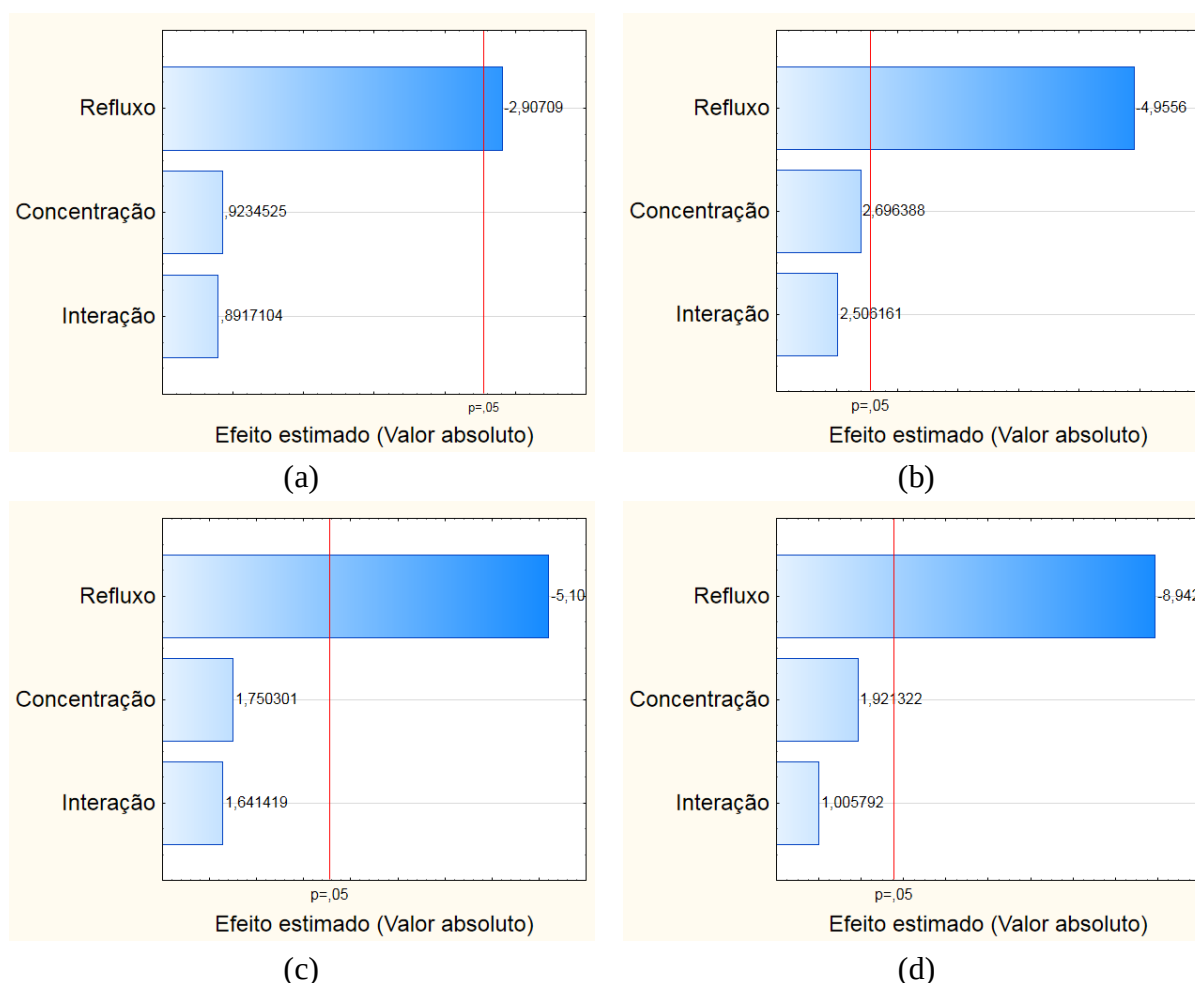
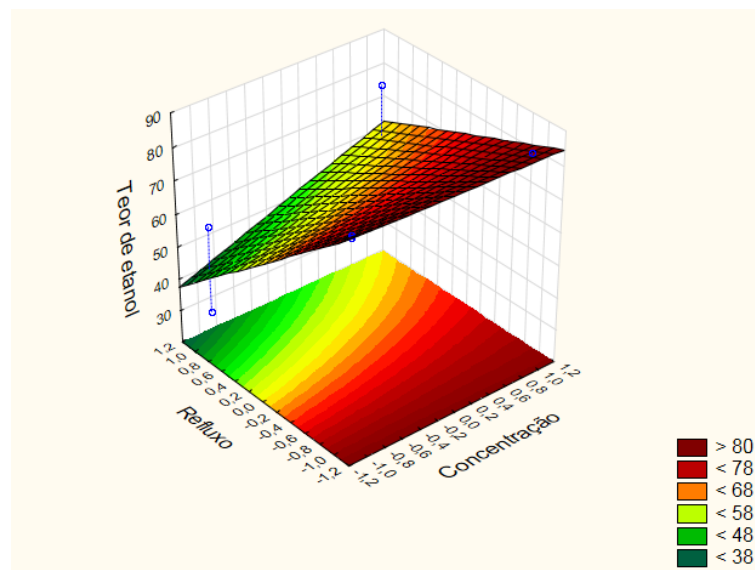


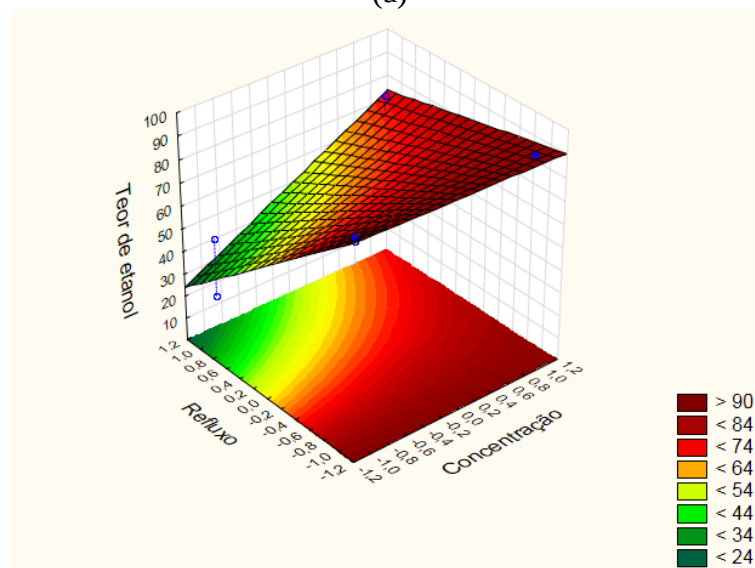
Figura 5 – Diagrama de Pareto para o (a) Módulo 2, (b) Módulo 4, (c) Módulo 6 e (d) Topo.

Pode-se dizer que este comportamento experimental era esperado, pois o aumento na quantidade condensável que retorna à coluna altera o perfil de concentração das demais fases ao longo da mesma.

A Figura 6 e Figura 7, mostram o teor de etanol em função do refluxo e da concentração. Observa-se que para todos os módulos, quando o refluxo aumenta o teor de etanol diminui. Já a variação da concentração não afeta significativamente o teor de etanol.

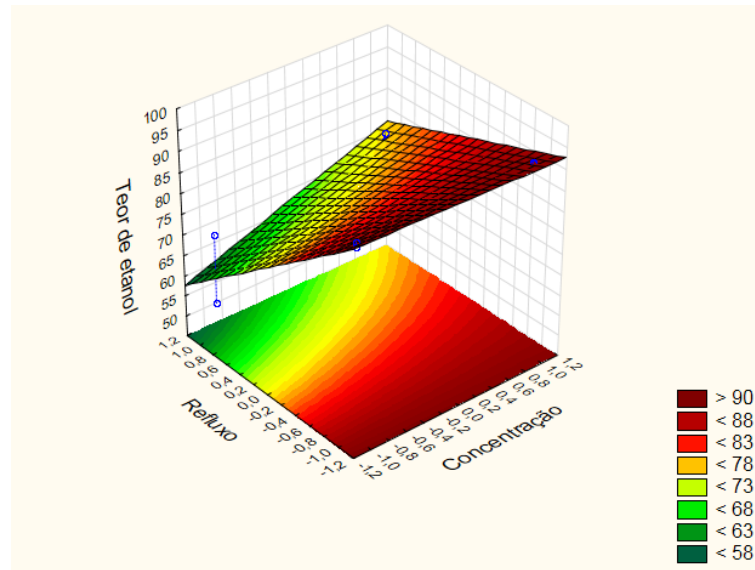


(a)

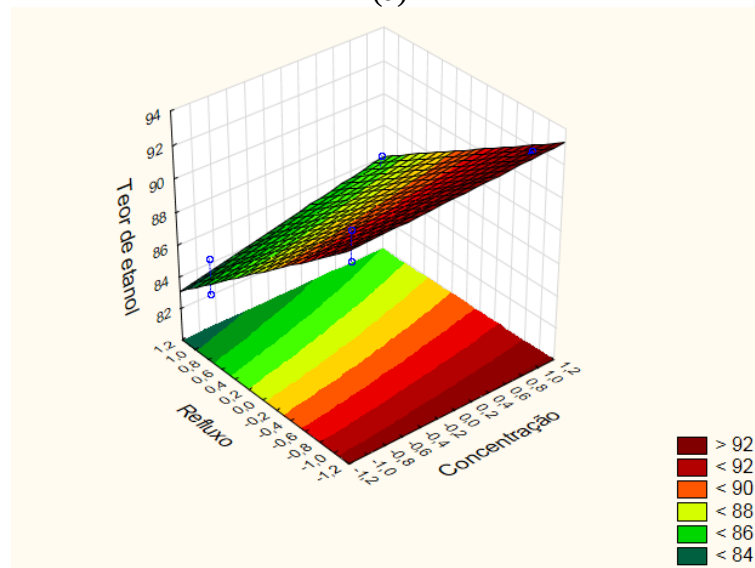


(b)

Figura 6 – Teor de etanol em função do refluxo e concentração para o (a) Módulo 2, (b) Módulo 4.



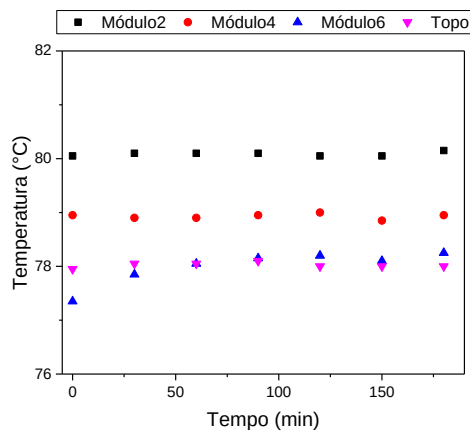
(a)



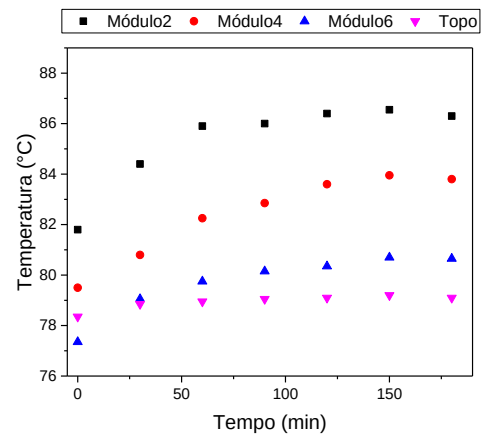
(b)

Figura 7 – Teor de etanol em função do refluxo e concentração para o (a) Módulo 6, (b) Topo.

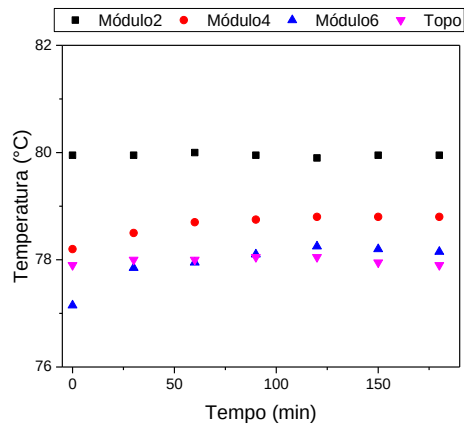
Foi possível observar também, através dos gráficos de perfil de temperatura (Figura 8), que, para todos os experimentos, os dados de temperatura apresentam dinâmica, o que pode ser atribuído a existência de não uniformidade durante a passagem de vapor na coluna, principalmente nos módulos mais inferiores (módulo 2 e 4). Como os perfis de temperatura são utilizados como dados de entrada para a estimação da fração mássica da fase líquida, torna-se evidente que as alterações na temperatura propagam-se para as medidas de fração mássica.



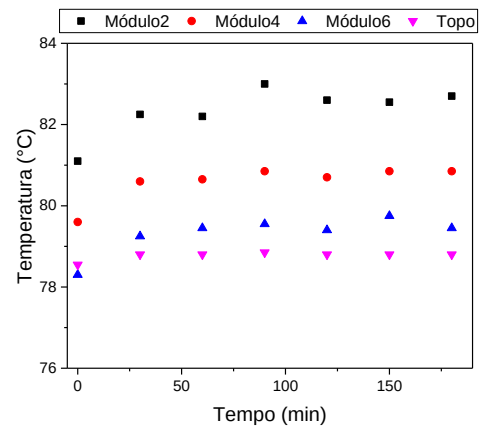
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 8 – Perfil dinâmico de temperatura média para os experimentos conduzidos em regime quase-estacionário. (a) concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo total, (b) concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo 1:2, (c) concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo total e (d) concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo 1:2.

É relevante ressaltar que, apesar das flutuações existentes nas medidas de temperatura, os perfis dinâmicos da fração mássica apresentam comportamento coerente com o perfil dinâmico da temperatura, pois, como observado na Figura 9, para maiores temperaturas menores são os valores da fração mássica.

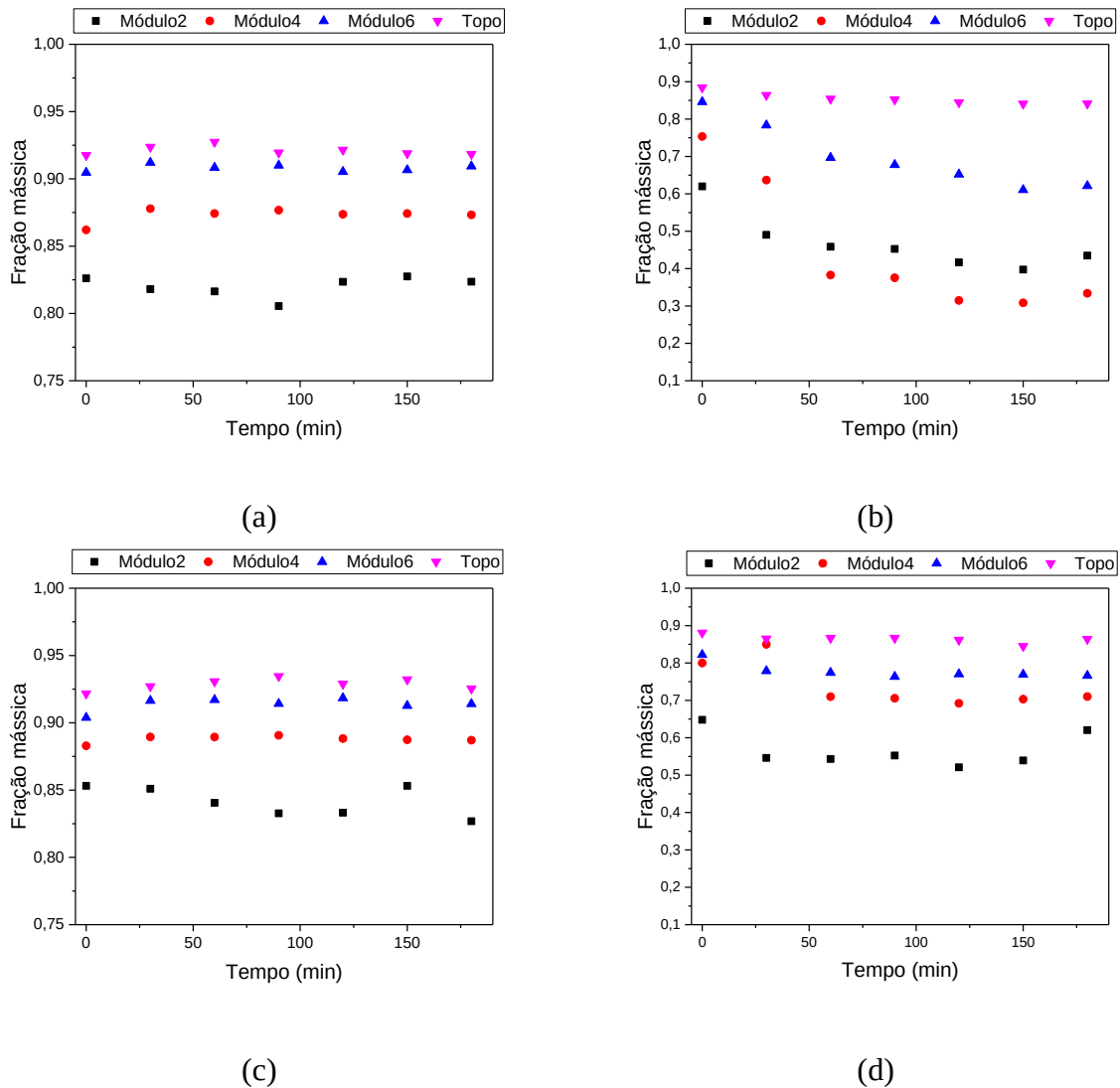


Figura 9 – Perfil dinâmico da fração mássica média para os experimentos conduzidos em regime quase-estacionário (a) concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo total, (b) concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo 1:2, (c) concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo total e (d) concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo 1:2.

Os dados dos experimentos em regime quase-estacionário foram utilizados para uma calibração prévia do sensor virtual. Para a calibração do modelo em condições de batelada, foco do estudo, os dados dos experimentos com faixa de concentração inicial de 2% a 30% foram utilizados. Os resultados da calibração do sensor virtual estão dispostos na próxima subseção.

5.2 EXPERIMENTOS PARA A CALIBRAÇÃO DO SENSOR VIRTUAL

Nesta seção encontra-se os resultados da calibração preliminar feita com os dados dos experimentos em regime quase-estacionário e com os dados dos experimentos em batelada.

5.2.1 Calibração com os experimentos em regime quase-estacionário

Nas Figura 10 a Figura 13 encontram-se os ajustes feitos com o modelo do sensor virtual para encontrar os valores dos coeficientes de atividade (Tabela A.1 – Apêndice A) dos experimentos em regime quase-estacionário. Nesta etapa, o intuito preliminar foi a avaliação da capacidade de predição do sensor virtual e, portanto, envolvem apenas uma calibração prévia do modelo. É possível observar (Figura 10 a Figura 13) que as regiões próximas ao topo possuem um melhor ajuste. Isto pode ser justificado pelo fato de que as temperaturas mais próximas do topo apresentam menores flutuações.

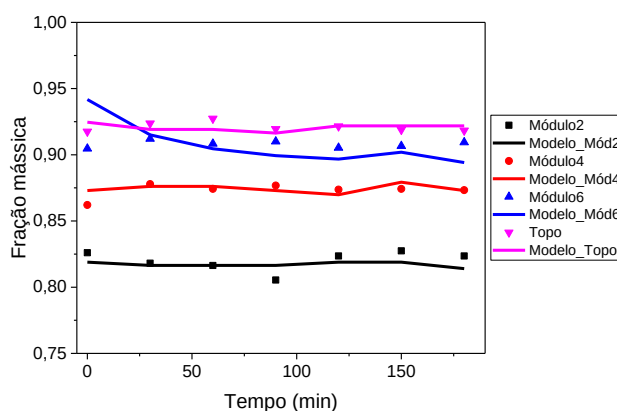


Figura 10 – Ajuste do modelo para os dados dos experimentos em regime quase-estacionário. (a) concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo total.

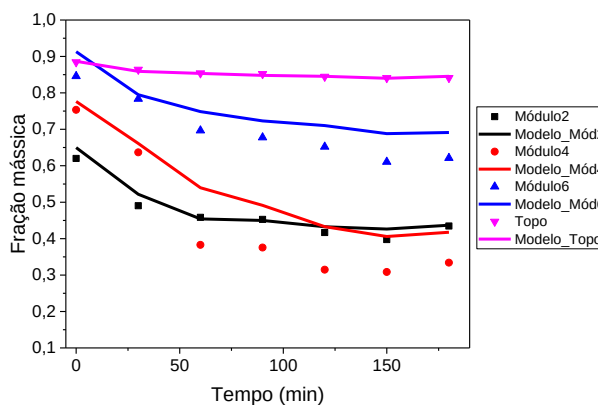


Figura 11 – Ajuste do modelo para os dados dos experimentos em regime quase-estacionário, com concentração inicial 20% (v/v) e razão de refluxo 1:2.

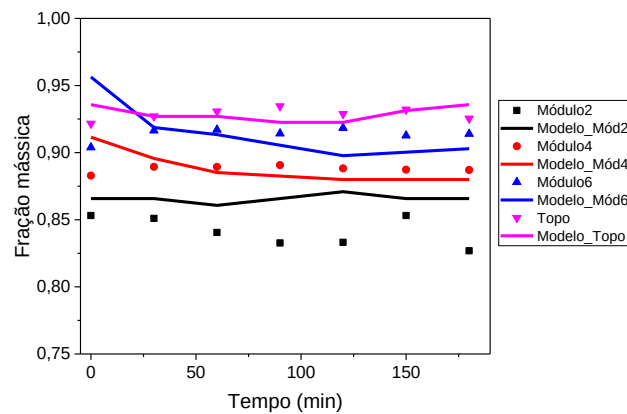


Figura 12 – Ajuste do modelo para os dados dos experimentos em regime quase-estacionário, com concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo total.

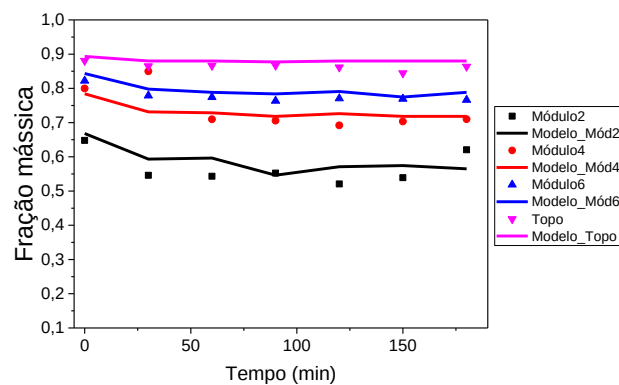


Figura 13 – Ajuste do modelo para os dados dos experimentos em regime quase-estacionário, com concentração inicial 30% (v/v) e razão de refluxo 1:2.

Assim como observado nas Figura 10 a Figura 13, ao analisar os valores encontrados com o cálculo do RMSE (Tabela 4), observa-se que o ajuste do sensor virtual para os dados do topo foram melhores.

Tabela 4 – Valores do RMSE para cada experimento em regime quase-estacionário nos diferentes módulos.

Experimento	RMSE			
	Módulo 2	Módulo 4	Módulo 6	Topo
1	0,0072	0,0051	0,0162	0,0049
2	0,0207	0,0997	0,0583	0,0030
3	0,0267	0,0126	0,0225	0,0085
4	0,0420	0,0482	0,0184	0,0190

5.2.2 Calibração com os experimentos em batelada

Como apresentado na metodologia, os resultados dos experimentos com água e álcool, em condições de batelada, foram utilizados para determinar os valores dos coeficientes de atividade (γ_i). Para tanto, os dados de fração mássica e temperatura dos experimentos em diferentes concentrações iniciais (faixa de 2% a 30% (v/v)) foram usados como dados de entrada no modelo, tendo como resposta a fração mássica ajustada.

Na Figura 14 encontram-se os gráficos de perfil dinâmico de temperatura e fração mássica (experimental e ajustado pelo modelo) para o experimento com 2% (v/v) de concentração inicial de etanol. Para as concentrações de 5%, 10%, 15%, 20% e 30%, os gráficos encontram-se nas Figura 15 a Figura 19, respectivamente.

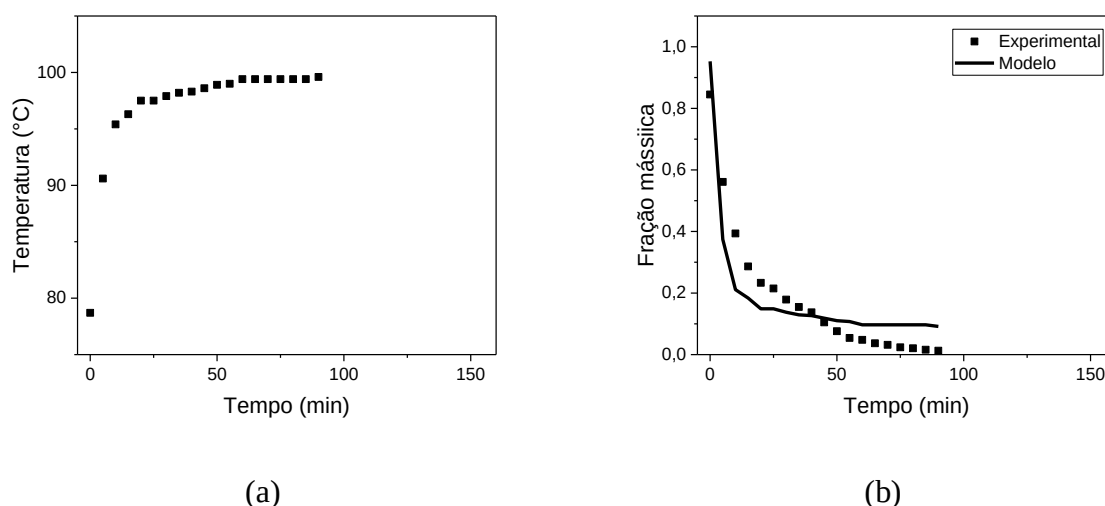
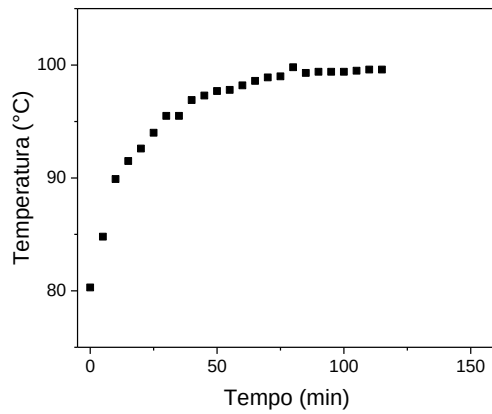
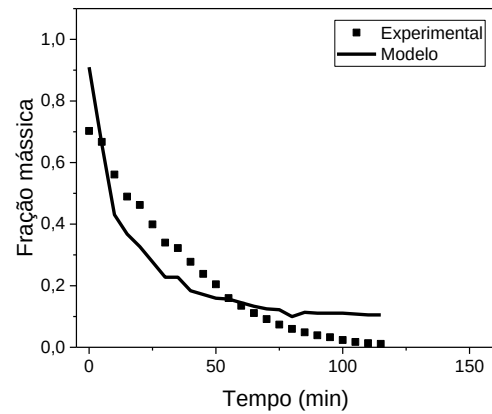


Figura 14 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com concentração inicial de 2% (v/v).

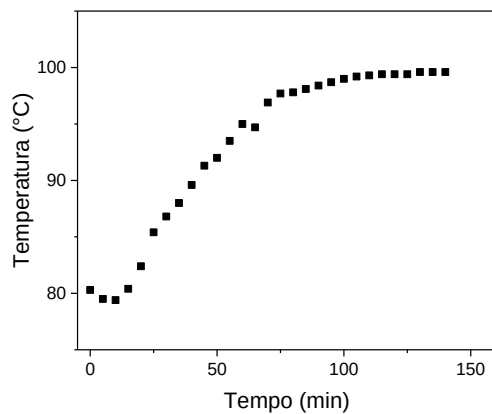


(a)

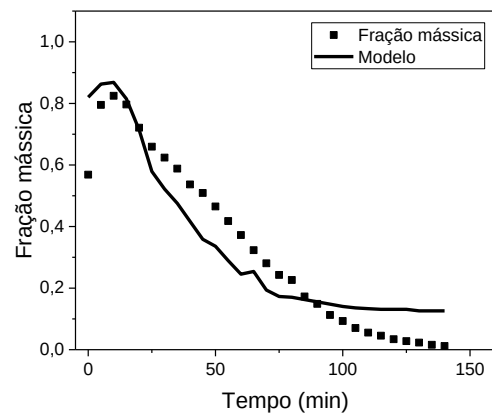


(b)

Figura 15 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com concentração inicial de 5% (v/v).

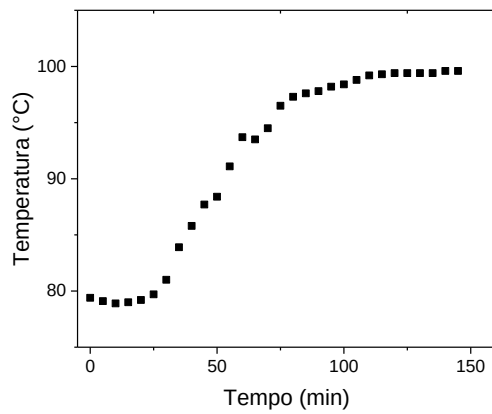


(a)

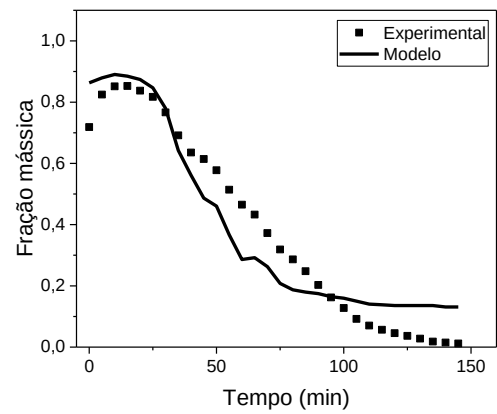


(b)

Figura 16 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com concentração inicial de 10% (v/v).

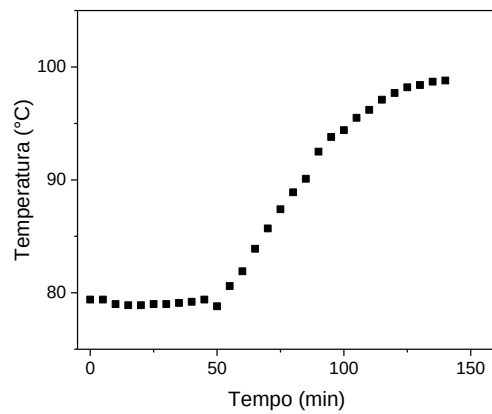


(a)

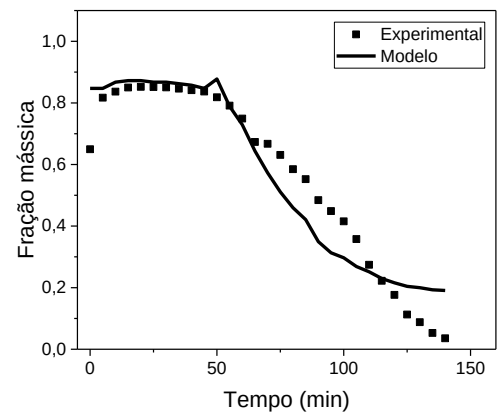


(b)

Figura 17 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com concentração inicial de 15% (v/v).



(a)



(b)

Figura 18 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com concentração inicial de 20% (v/v).

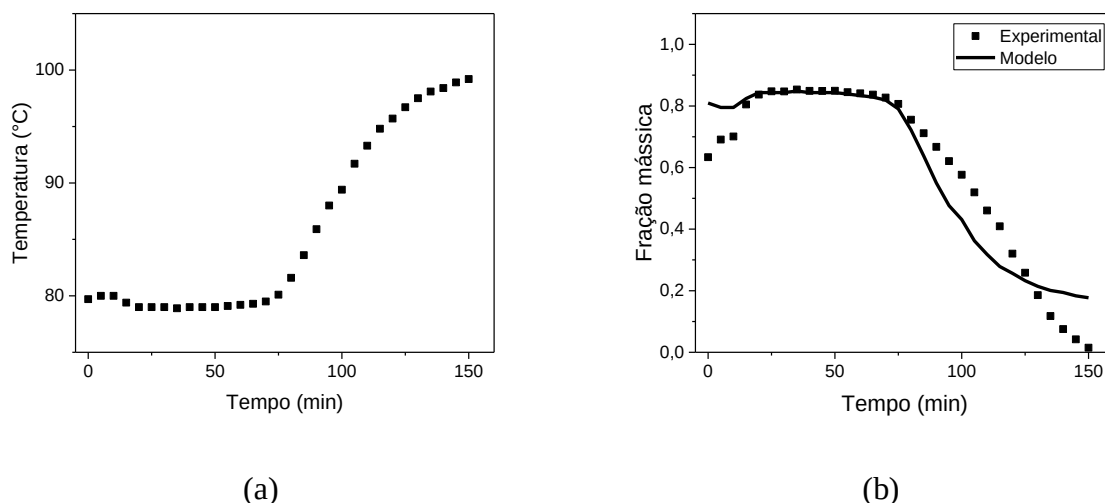


Figura 19 – Gráficos do (a) perfil de dinâmico de temperatura e (b) perfil dinâmico da fração mássica experimental (—) e ajustado pelo modelo (■). Dados do experimento com concentração inicial de 30% (v/v).

Os perfis de temperatura e fração mássica de cada experimento mostram que em altas concentrações iniciais (Figura 18 e Figura 19) existe um período inicial constante que não é observado para concentrações de 2% e 5% (v/v). Além disso, para as concentrações baixas (Figura 14 e Figura 15), a mudança brusca no comportamento na fase inicial do processo, observada no perfil de temperatura dificulta o desempenho da calibração. No entanto, assim como observado nos experimentos piloto, os dados experimentais de fração mássica apresentam coerência com os dados de temperatura, para todos os experimentos realizados.

Na fração mássica ajustada, observa-se uma dificuldade de ajuste no final do processo, onde o teor de etanol é significativamente baixo. Este comportamento pode ser atribuído às temperaturas no final do processo que ficam constantes, o que dificulta a predição do sensor virtual. Neste caso, modificações na função principal do modelo podem ajudar na predição no final do processo.

Na Figura 20 e Figura 21 encontram-se o perfil dinâmico de temperatura e fração mássica para cada experimento, respectivamente.

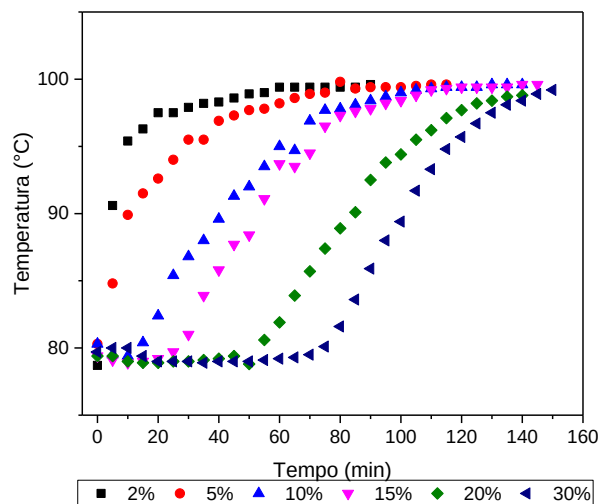


Figura 20 – Perfil dinâmico de temperatura para os experimentos conduzidos em batelada e concentração inicial de 2%, 5%, 10%, 15%, 20% e 30% (v/v) de etanol.

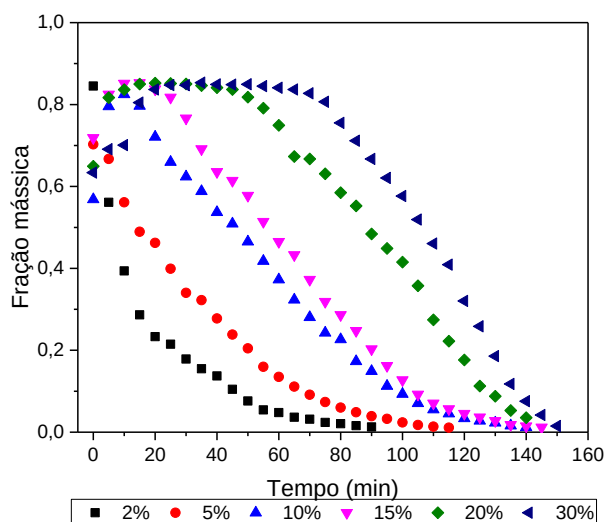


Figura 21 – Perfil dinâmico da fração mássica para os experimentos conduzidos em batelada e concentração inicial de 2%, 5%, 10%, 15%, 20% e 30% (v/v) de etanol.

Observa-se a existência de uma dinâmica no perfil de temperatura (Figura 20) dos experimentos conduzidos em batelada. No entanto, conforme esperado, este perfil não ficou tão acentuado quando se compara aos experimentos conduzidos em regime quase-estacionário (Figura 8), pois, como não há retirada de destilado no experimento em regime quase-estacionário, a temperatura alcança um patamar estacionário em um reduzido intervalo de tempo.

A qualidade do ajuste do sensor virtual para os dados dos experimentos em batelada após a calibração dos coeficientes de atividade encontra-se na Tabela 5.

Tabela 5 – Valores do RMSE para cada experimento em regime batelada.

% Álcool (v/v)	RMSE
2	0,0867
5	0,0910
10	0,0989
15	0,0943
20	0,0890
30	0,0896

É possível notar, ao comparar os dados da Tabela 4 com a da Tabela 5, que os valores dos RMSE foram maiores para os dados dos experimentos em batelada. Isso pode ser justificado pela dificuldade de ajuste no final do processo.

De posse dos resultados dos coeficientes de atividades (Tabela A.2 – Apêndice A) encontrados com a calibração do sensor virtual, foi observada uma correlação entre a concentração inicial de cada experimento e os valores dos coeficientes de atividade estimados. Desta forma, com a utilização do programa Origin versão 2016, foi realizado um ajuste linear para obtenção dos parâmetros da equação que relaciona a concentração inicial com os coeficientes de atividade.

No ajuste linear realizado (12), o valor do coeficiente angular e linear para o coeficiente de atividade da água (γ_1) foi $-0,00865 \pm 0,0015$ e $1,24025 \pm 0,02625$, respectivamente. Já para o coeficiente de atividade do etanol (γ_2) o coeficiente angular foi $0,00476 \pm 0,00124$ e o linear $1,37548 \pm 0,0216$.

$$\gamma_i = a_i + b_i * comp \quad (12)$$

Onde,

comp = composição inicial do mosto a ser destilado (%v/v);

a_i = coeficiente linear do componente *i*;

b_i = coeficiente angular do componente *i*.

Na Figura 22, podem-se observar os gráficos do ajuste linear para os coeficientes de atividade da água e etanol.

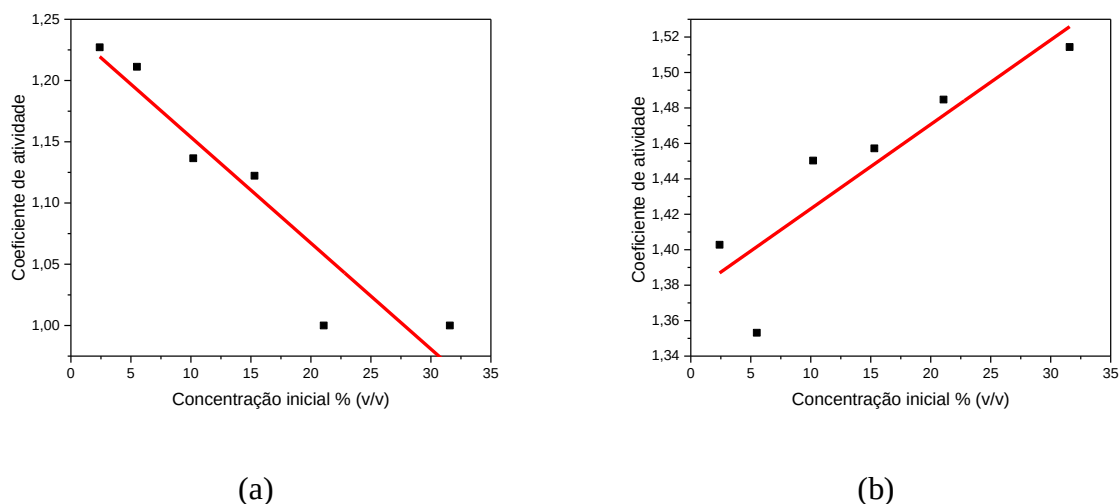


Figura 22 – Gráficos do ajuste linear para: (a) coeficiente de atividade da água e (b) coeficiente de atividade do etanol. (■) dados experimentais e (—) ajuste.

A partir do ajuste feito, foi modificado o sensor virtual e, desta forma, além da temperatura ao longo do tempo, a concentração inicial do mosto a ser destilado (%v/v) passou a ser dado de entrada. Os resultados da validação do modelo com uso dos coeficientes de atividade encontrado para o experimento com concentração inicial de etanol de 10% (v/v) e com o modelo modificado encontram-se na próxima subseção.

5.3 EXPERIMENTOS PARA A VALIDAÇÃO DO SENSOR VIRTUAL

Para a validação do sensor virtual, os dados dos experimentos das quatro destilações em batelada conduzidas nas mesmas condições com o mosto de jabuticaba, foram usados. Nesta etapa, utilizaram-se os coeficientes de atividade estimados para a concentração de 10% (Tabela A.2 – Apêndice A), pois, é a concentração mais próxima à concentração inicial do mosto e, como foi feito ajuste para os coeficientes de atividade, analisou-se a estimativa feita também com o modelo modificado. A temperatura ao longo do tempo foi utilizada como dados de entrada do sensor virtual com o uso do coeficiente de atividade estimado para a concentração de 10, já para o sensor modificado, têm-se a temperatura ao longo do tempo e a concentração inicial do mosto. Na Figura 23 encontram-se o gráfico do perfil dinâmico médio de temperatura e fração mássica (experimental e ajustado pelo modelo com coeficientes de atividade estimado para o experimento com 10% (v/v)).

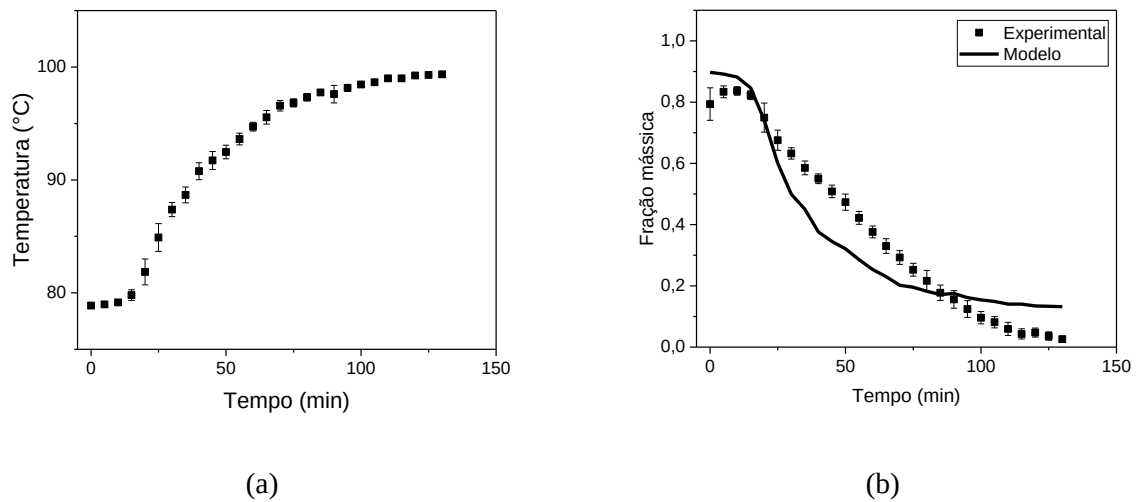


Figura 23 – Gráficos do (a) perfil dinâmico médio de temperatura e (b) perfil dinâmico médio da fração mássica experimental (■) e ajustado pelo modelo (—). Dados dos experimentos com mosto de jabuticaba.

Como nos experimentos com água e álcool, o comportamento experimental do perfil dinâmico de temperatura e fração mássica para o mosto também foi observado (Figura 23). Além disso, observa-se na Figura 23b que, o sensor virtual foi capaz de inferir o comportamento dos dados experimentais.

Na Figura 24, podem-se observar os resultados encontrados com o modelo modificado.

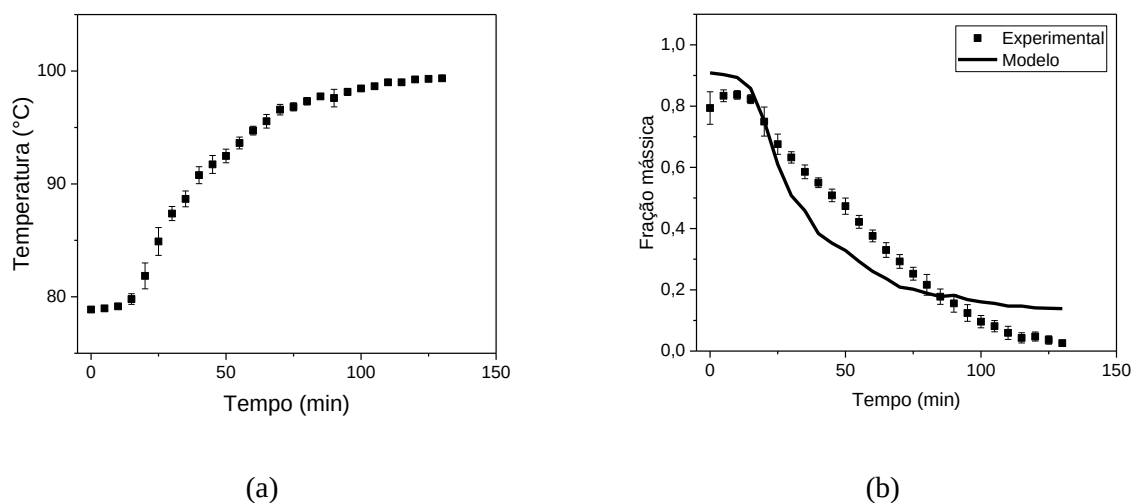


Figura 24 – Gráficos do (a) perfil dinâmico médio de temperatura e (b) do perfil dinâmico médio da fração mássica experimental (■) e ajustado pelo modelo modificado - ajuste linear (—).

Nota-se pelas Figura 23 e Figura 24, que os resultados para ambos os métodos foram capazes de inferir o comportamento dos dados experimentais, sendo importante ressaltar que a

construção do sensor virtual tem como base a inferência da composição do destilado para uma mistura binária de água e álcool etílico. Diante disto, o sensor virtual obteve resultados satisfatórios, pois foi capaz de prever, mesmo que de forma não muito precisa, o comportamento experimental do mosto em um tempo de resposta rápido e equações simples. Para um resultado mais preciso do sensor virtual, é necessário realizar modificações na função principal do modelo, Equação (10). Os valores do RMSE encontrados para o modelo simples e modificado (com a equação do ajuste linear) foi de 0,0960 e 0,0949, respectivamente. Valores próximos aos encontrados na fase de calibração do modelo. Pode-se observar também que, os valores obtidos através do ajuste linear apresentou um valor um pouco menor, desta forma, a utilização do ajuste linear pode ser considerado, pois para a faixa de concentração estudada o ajuste linear apresenta bom desempenho.

Com a finalidade de avaliar a predição do sensor virtual ao longo da coluna, os dados da média da temperatura dos quatro experimentos do mosto de jabuticaba nos módulos 2, 4, 6 e topo foram utilizados. Na Figura 25 encontra-se o perfil de temperatura para os pontos da coluna já descritos e, pode-se observar que o perfil de temperatura é conforme esperado.

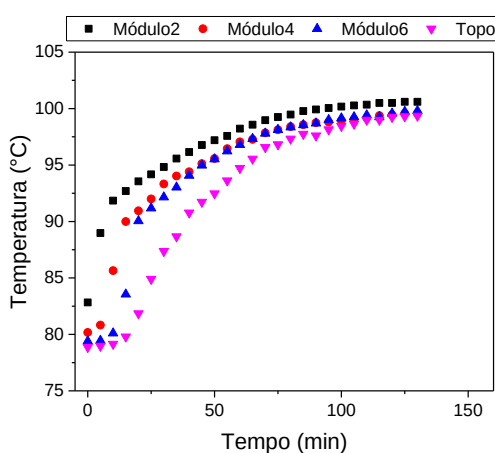


Figura 25 – Gráfico do perfil dinâmico de temperatura ao longo da coluna no processo de destilação em batelada do mosto de jabuticaba.

De posse dos dados médios de temperatura foi possível obter a predição da composição ao longo da coluna (Figura 26), onde se encontra o gráfico da inferência do sensor virtual para os módulos 2, 4, 6 e topo com o coeficiente de atividade encontrado para o experimento com concentração de 10% (modelo simples) e com o modelo modificado (ajuste linear).

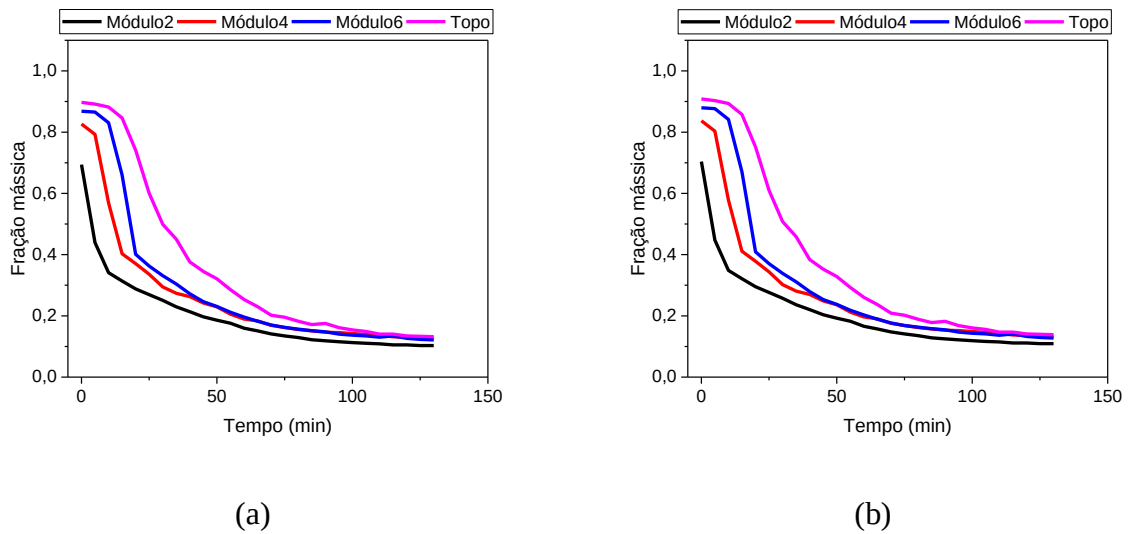


Figura 26 – Gráfico da estimação do sensor virtual para os módulos 2, 4, 6 e topo com (a) modelo simples e (b) modelo modificado – ajuste linear, para os dados de mosto de jabuticaba.

Observa-se através da Figura 26, que o comportamento esperado ao longo da coluna foi atingido, pois a medida que sobe a coluna a fração mássica de etanol é maior, como observado nos experimentos em regime quase-estacionário (Figura 9). Porém, como não foi possível analisar experimentalmente os valores da composição ao longo da coluna para que se pudesse treinar e validar o sensor virtual em condições de batelada, devido dificuldades operacionais, os valores dos coeficientes de atividade ao longo da coluna foi considerado o mesmo. No entanto, esta aproximação não aparenta ser uma aproximação grosseira, pois, como pode ser observado na Tabela A.1 (Apêndice A), os valores dos γ_i , para os experimentos em regime quase-estacionário, ao longo da coluna, não apresentam grande variação.

6 CONCLUSÃO E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Neste trabalho analisaram-se experimentos piloto, importantes para o entendimento da coluna de destilação utilizada, experimentos feitos em condições de batelada, para a calibração do sensor virtual, e os ensaios para a validação do mesmo. Foi possível concluir nos experimentos piloto que, a razão de refluxo influenciou negativamente no teor de etanol, o que já era esperado, pois, o aumento da quantidade condensável que retorna a coluna altera o perfil de concentração ao longo da mesma. Utilizando estes dados para uma calibração prévia do sensor virtual, observaram-se bons ajustes para todas as condições estudadas, a pesar das flutuações existentes, principalmente, nos módulos mais inferiores.

Com relação aos experimentos em batelada, utilizados para a calibração do sensor virtual, foi observado que no final do processo os desvios foram maiores, podendo-se concluir que, alterações no modelo principal podem ajudar a melhorar tais resultados, pois, como o modelo depende principalmente das temperaturas iniciais, e estas, no final do processo ficam constantes, o modelo atual não consegue obter bom ajuste. Tais problemas foram observados na validação do sensor virtual, que apresentou no final do processo um aumento nos desvios. Porém, pode-se concluir que o sensor virtual mostrou-se capaz de predizer o comportamento dos dados experimentais do mosto de jabuticaba, em um tempo de resposta rápido com uma modelagem simples, o que satisfaz uma das premissas do mesmo. Vale ressaltar também que na literatura encontram-se poucos trabalhos que envolvem sensores virtuais aplicados a processos de destilação em batelada que utilizam dados experimentais para validar o modelo, o que foi possível fazer neste trabalho. Pode-se destacar ainda que, o sensor virtual foi construído para a inferência da composição de uma destilação binária, sendo capaz de apresentar resultados satisfatórios na predição da composição do mosto de jabuticaba e também ao longo da coluna de destilação.

Sugestões para trabalhos futuros:

Avaliar a composição (fração mássica) ao longo da coluna em regime batelada;

Avaliar se a utilização de equações termodinâmicas para o cálculo dos coeficientes de atividade pode melhorar na qualidade da predição do sensor virtual.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANEESH, V.; ANTONY, R.; PARAMASIVAN, G.; SELVARAJU, N. Distillation tecnology and need of simultaneous desing and control: a review. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 104, p. 219-242, 2016.
- BAI, P.; HUA, C.; LI, X.; YU, K. T. Cyclic total reflux batch distillation with two reflux drums. **Chemical Engineering Science**, v. 60, p. 5845-5851, 2005.
- BAKIROV, R.; GABRYS, B.; FAY, D. Multiple adaptive mechanisms for data-driven soft sensors. **Computers & Chemical Engineering**, v. 96, p. 42-54, 2017.
- BARATTI, R.; BERTUCCO, A.; ROLD, A. D.; MORBIDELLI, M. Development of a composition estimator for binary distillation columns. Application to a pilot plant. **Chemical Engineering Science**, v. 50, n. 10, p. 1541-1550, 1995.
- BAROLO, M.; BERTO, F. Composition control in batch distillation: binary and multicomponent mixtures. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 37, n. 12, p. 4689-4698, 1998.
- BEHNASR, M.; RAD, H. J. Robust data-driven soft sensor based on iteratively weighted least squares support vector regression optimized by the cuckoo optimization algorithm. **Journal of Natural Gas Science and Engineering**, v. 22, p. 35-41, 2015.
- BIAN, X.; LI, S.; LIN, L.; TAN, X.; FAN, Q.; LI, M. High and low frequency unfolded partial least squares regression based on empirical. **Analytica Chimica Acta**, v. 925, p. 16-22, 2016.
- BIDAR, B.; SADEGHI, J.; SHAHRAKI, F.; KHALILIPOUR, M. M. Data-driven soft sensor approach for online quality prediction using state dependent parameter models. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, v. 162, p. 130-141, 2017.
- CANABARRO, L. R. **Inferência Dinâmica em Colunas de Destilação para uma Unidade de Processamento de Gás Natural**. 2011. 157 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - PEQ/COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, Brasil, 2011.
- CARVALHO, A. S. **Modelagem de Colunas de Destilação Através de Modelos Auto-regressivos**. 2008. 120 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) - Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Federal do Norte Fluminense. Campos dos Goytacazes, Brasil, 2008.
- CHENG, Z.; LIU, X. Optimal online soft sensor for product quality monitoring in propylene polymerization process. **Neurocomputing**, v. 149, p. 1216-1224, 2015.
- CHITHRA, S.; SENTHIL KUMAR, S. R. R.; CHINNARAJU, K.; ALFIN ASHMITA, F. A comparative study on the compressive strength prediction models for High Performance Concrete containing nano silica and copper slag using regression analysis and Artificial Neural Networks. **Construction and Building Materials**, v. 114, p. 528-535, 2016.

COSTA, D. G. **Reaproveitamento da calda da desidratação osmótica da casca de jabuticaba (*Myrciaria cauliflora*) para a produção de aguardente**. 2016. 53 f. Monografia (Bacharel em Engenharia de Alimentos) - Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Sergipe. São Cristóvão, Brasil, 2016.

FORTUNA, L.; GRAZIANI, S.; RIZZO, A.; XIBILIA, M. G. **Soft Sensores for Monitoring and Control of Industrial Processes**. London: Springer, 2007.

FORTUNA, L.; GRAZIANI, S.; XIBILIA, M. G. Soft sensors for product quality monitoring in debutanizer distillation columns. **Control Engineering Practice**, v. 13, p. 499-508, 2005.

GARCIA, S. R. P.; NETO, A. C.; ORO, S. R.; MAFIOLETI, T. R.; NEUMANN, C. Modelo de regressão por mínimos quadrados parciais para dados de monitoramento de. **Revista Engenho**, v. 11, p. 1-20, 2015.

GÓRAK, A.; SORENSEN, E. **Distillation: Fundamentals and Principles**. 1^a. ed. [S.l.]: Academic Press, 2014.

HE, Y.; GENG, Z.; ZHU, Q. Data driven soft sensor development for complex chemical processes using extreme learning machine. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 102, p. 1-11, 2015.

IRUELA, A. G.; FERNÁNDEZ, F. G.; ESTEBAN, L. G.; PALACIOS, P.; SIMÓN, C.; ARRIAGA, F.. Comparison of modelling using regression techniques and an artificial neural network for obtaining the static modulus of elasticity of pinus radiata D. Don. Timber by ultrasound. **Composites Part B: Engineering**, v. 96, p. 112-118, 2016.

JALEE, E. A.; APARNA, K. Neuro-fuzzy Soft sensor estimator for benzene toluene distillation column. **Procedia Technology**, v. 25, p. 92-99, 2016.

JANA, A. K. **Chemical Process Modelling and Computer Simulation**. 2^a. ed. Delhi: PHI Learning Private Limited, 2011.

JANA, A. K. An internal thermal integration arrangement for multicomponent batch rectifier: 1. Feasibility and analysis. **Energy**, v. 115, n. 1, p. 230-237, 2016.

JANA, A. K. Dynamic simulation, numerical control and analysis of a novel bottom flashing scheme in batch distillation. **Computers & Chemical Engineering**, 2016.

JIANG, Q. et al. Optimal product quality control in a hydrocracking fractionator with process simulation approaches. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 54, p. 4805-4814, 2015.

KAMRAN, M.; HAIDER, S. A.; AKRAM, T.; NAQVI, S. R.; HE, S. K. Prediction of IV curves for a superconducting thin film using artificial neural networks. **Superlattices and Microstructures**, v. 95, p. 88-94, 2016.

KANO, M.; FUJIWARA, K. Virtual sensing technology in process industries: trends and challenges revealed by recent industrial applications. **Journal of Chemical Engineering of Japan**, v. 46, n. 1, p. 1-17, 2013.

KANO, M.; OGAWA, M. The state of the art in chemical process control in japan: good practice and questionnaire survey. **Journal of Process Control**, v. 20, p. 969-982, 2010.

KOBAYASHI, Y.; HOBARA, H.; HELDOORN, T. A.; KOUCHI, M. Age-independent and age-dependent sex differences in gait pattern determined by principal component analysis. **Gait & Posture**, v. 46, p. 11-17, 2016.

LI, Q.; XING, L.; LIU, W.; BA, W. Adaptive soft sensor based on a moving window just-in-time learning ls-svm for distillation processes. **IFAC-Papers Online**, v. 48, n. 28, p. 51-56, 2015.

LIU, Y.; GAO, Z.; CHEN, J. Development of soft-sensors for online quality prediction of sequential-reactor-multi-grade industrial processes. **Chemical Engineering Science**, v. 102, p. 602-612, 2013.

MARTIN, P. A. **Aplicação de Técnicas de Controle Preditivo em uma Coluna de Destilação**. 2011. 146 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Sistemas) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil, 2011.

MEHTA, S.; RAMANI, H.; NILESHKUMAR, N.; RAHMAN, Y.; RAHMAN, I. Recursive orthogonal least square based soft sensor for batch distillation. **Chemical Product and Process Modeling**, v. 12, n. 3, p. 241-263, 2016.

NI, W.; BROWN, S. D.; MAN, R. A localized adaptive soft sensor for dynamic system modeling. **Chemical Engineering Science**, v. 111, p. 350-363, 2014.

NORONHA, F. B.; PINTO, J. C.; MONTEIRO, J. L.; LOBÃO, M. W.; SANTOS, T. **J. ESTIMA: Um Pacote Computacional para Estimção de Parâmetros e Projetos de Experimentos**. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 1993.

OSORIO, D.; PÉREZ-CORREA, J. R.; AGOSINA, E.; CABRERA, M.. Soft-sensor for on-line estimation of ethanol concentrations in wine stills. **Journal of Food Engineering**, v. 87, n. 4, p. 571-577, 2008.

PERRY, R. H.; GREEN, D. W.; MALONEY, J. O. **Perry's Chemical Engineers' Handbook**. 7^a. ed. [S.l.]: McGraw-Hill, 1997.

RANI, A.; SINGH, V.; GUPTA, J. R. P. Development of soft sensor for neural network based control of distillation column. **ISA Transactions**, v. 52, n. 3, p. 438-449, 2013.

ROGINA, A.; SISKI, I.; MOHLER, I.; UJEVIC, Z.; BOLF, N. Soft sensor for continuous product quality estimation (in crude distillation unit). **Chemical Engineering Research and Design**, v. 89, n. 10, p. 2070-2077, 2011.

SAKAI, R. H. Cachaça. Disponível em: <<http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/cana-de-acucar/arvore/CONT000fiog1ob502wyiv80z4s473agi63ul.html>>. Acesso em: 13 Março 2017.

SHANG, C.; GAO, X.; YANG, F.; LYU, W.; HUANG, D. A comparative study on improved dpls soft sensor models applied to a crude distillation unit. **IFAC-Papers Online**, v. 48, n. 8, p. 234-239, 2015.

SHAO, W.; TIAN, X. Semi-supervised selective ensemble learning based on distance to model for nonlinear soft sensor development. **Neurocomputing**, v. 222, n. 26, p. 91-104, 2017.

SHI, J.; SONG, W. Sparse principal component analysis with measurement. **Journal of Statistical Planning and Inference**, v. 175, p. 87-99, 2016.

SINGH, S.; PRAKASH, A.; CHAKRABORTY, N. R.; WHEELER, C.; AGARWAL, P. K. Trait selection by path and principal component analysis in *Jatropha curcas* for enhanced oil yield. **Industrial Crops and Products**, v. 86, p. 173-179, 2016.

SOUZA, F. A. A.; ARAÚJO, R.; MENDES, J. Review of soft sensor methods for regression applications. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, v. 152, p. 69-79, 2016.

TANG, K.; BAI, P.; LI, G. Total reflux operation of multivessel batch distillation for separation of binary mixtures. **Separation Science and Engineering**, v. 22, n. 6, p. 622-627, 2014.

TORGASHOV, A.; ZMEU, K. Identification of nonlinear soft sensor models of industrial distillation process under uncertainty. **IFAC-Papers Online**, v. 48, n. 28, p. 45-46, 2015.

TUTUTI-AVILA, S.; DOMÍNGUEZ-DÍAZA, L. A.; MEDINA-HERRERA, N.; JIMÉNEZ-GUTIÉRREZ, A.; HAHN, J. Dividing-wall columns: design and control of a Kaibel and a satellite distillation column for BTX separation. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, 2017.

XIE, L.; ZHAO, Y.; AZIZ, D.; JIN, X.; GENG, L.; GOBERDHANSINGH, E.; QI, F.; HUANG, B. Soft sensors for online steam quality measurements of OTSGs. **Journal of Process Control**, v. 23, p. 990-1000, 2013.

ZAMPROGNA, E.; BAROLO, M.; SEBORG, D. E. Optimal selection of soft sensor inputs for batch distillation columns using principal component analysis. **Journal of Process Control**, v. 15, n. 1, p. 39-52, 2005.

Apêndice A - Tabelas com os valores dos coeficientes de atividade

A seguir encontra-se a Tabela A.1 e Tabela A.2 onde estão dispostos os valores dos coeficientes de atividade da fase líquida para os ajustes feito com os dados dos experimentos em regime quase-estacionário (Tabela A.1) e com dados dos experimentos em batelada (Tabela A.2), utilizados para a pré-calibração e a calibração do sensor virtual.

Tabela A.1 - Valores dos coeficientes de atividade 1 e 2 para os experimentos em regime quase-estacionário.

Experimento	Módulo 2		Módulo 4		Módulo 6		Topo	
	γ_1	γ_2	γ_1	γ_2	γ_1	γ_2	γ_1	γ_2
1	1,020	1,478	1,389	1,456	1,000	1,499	1,051	1,480
2	1,410	1,523	2,000	1,448	1,628	1,506	1,168	1,492
3	1,975	1,363	1,021	1,481	1,000	1,495	1,865	1,446
4	1,718	1,481	1,290	1,521	1,000	1,560	1,072	1,478

Tabela A.2 - Valores dos coeficientes de atividade 1 e 2 para cada experimento.

% Álcool (v/v)	γ_1	γ_2	Função objetivo
2,4	1,22710	1,40283	0,142705
5,5	1,21124	1,35319	0,198934
10,2	1,13654	1,45032	0,283611
15,3	1,12230	1,45720	0,266944
21,07	1	1,48473	0,229474
31,58	1	1,51436	0,249047