ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DA RAZÃO DE REFLUXO E CONCENTRAÇÃO EM UMA COLUNA DE DESTILAÇÃO

Sandra Luiza Fernandes Pereira[1], Mateus Pereira Caixeta[2], Araceli Aparecida Seolatto[2]

[1]Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Brasil (sandra_luiza@discente.ufg.br)
[2]Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Brasil

Resumo: O enriquecimento do etanol apresenta dificuldades relacionadas à formação do azeótropo, o que requer alternativas para facilitar a obtenção de altas concentrações de etanol e otimizar as trocas de massa e de calor. Neste contexto, foi analisada a influência das variáveis de razão de refluxo e de concentração da alimentação no processo de separação da mistura binária de etanol e água. Observou-se um melhor desempenho no refluxo de 1:2 associado à concentração de 20% de etanol.

Palavras-chave: Destilação fracionada; Razão de refluxo; Azeótropo; Etanol; Otimização.

INTRODUÇÃO

A destilação é uma operação unitária amplamente utilizada nos setores da indústria petroquímica, farmacêutica e alimentícia. O processo baseia-se na diferença de volatilidade dos componentes para promover a sua separação através da transferência de massa entre as correntes de líquidos, que volta para o refervedor condensando o composto menos volátil, e as correntes de vapores, enriquecendo a concentração do mais volátil no destilado. A destilação simples é destinada à separação de misturas homogêneas com grande diferença de ponto de ebulição. (Silva et al., 2022).

Para soluções homogêneas, como etanol e água, requisitados principalmente em biorrefinarias na produção de biocombustível, utiliza-se a destilação fracionada, composta por uma coluna contendo recheios ou pratos, visando intensificar as trocas de massa e calor. Com a crescente demanda por combustível, há uma preocupação em relação ao esgotamento de suas fontes fósseis, impulsionando a procura por fontes energéticas renováveis. Nesse cenário, o bioetanol destaca-se como uma alternativa mais sustentável, sendo produzido principalmente a partir da fermentação de biomassas vegetais ricas em açúcares, gerando etanol e água (Sari et al., 2025).

Entretanto, produzir etanol com alto grau de pureza se torna complexo devido à formação do azeótropo à concentração de aproximadamente 95,6% (m/m) de etanol, em que a mistura binária começa a se comportar como uma substância pura, apresentando a mesma composição na fase líquida e na fase vapor a uma temperatura de ebulição constante. Outro desafio dessa operação consiste em alcançar uma boa eficiência de separação sem custos muito elevados no processo, relacionados principalmente à quantidade de pratos na coluna, além das demandas energéticas associadas ao aquecimento e resfriamento dos equipamentos (Manyele, 2024).

Portanto, se faz necessário o estudo e a aplicação de diferentes técnicas para facilitar e otimizar a obtenção de um etanol mais puro. Os principais parâmetros operacionais a serem analisados são as condições de alimentação, razão de refluxo e pressão na coluna (Heller e Einfalt, 2022).

Maiores razões de refluxo favorecem o enriquecimento de etanol na fase vapor e o resfriamento da coluna, no entanto, reduzem a vazão do destilado, aumentando o tempo de operação e o consumo energético (Fitriah e Sari, 2023).

As condições de alimentação são determinantes para uma destilação satisfatória, em relação à concentração, misturas muito diluídas exigem mais estágios ou maiores razões de refluxo para obter destilados mais puros (Bolenz et al., 2021). Uma alta vazão de alimentação diminui o tempo de contato entre as fases, podendo causar arraste e inundações nos pratos, enquanto uma vazão muito baixa apresenta também uma baixa vazão de destilado. Temperaturas muito baixas na alimentação resfriam a coluna, aumentando a demanda térmica do refervedor, e alimentações em temperaturas muito elevadas favorecem a fase vapor, contudo, requer mais gastos para resfriamento do destilado (Pratomo, Agustina e Kurniawan, 2021).

A destilação em baixas pressões precisa de menos energia para atingir o ponto de bolha da mistura, devido à redução da temperatura de ebulição, o que contribui para o aumento da eficiência energética (Kumar et al., 2025).

A destilação em batelada é usualmente utilizada em processos que demandam uma flexibilidade operacional, pois sua alimentação é feita exclusivamente na base da coluna no início do processo, sendo ideal para análises com pouca quantidade de material a ser processado (Beniwal e Jogwar, 2024).

Desse modo, tem-se por objetivo nesse trabalho analisar o processo de separação da mistura binária de etanol e água em diferentes taxas de refluxo e concentrações iniciais, por meio da destilação em batelada com uma coluna fracionada transparente e isolamento térmico a vácuo, avaliando sua influência na eficiência das trocas de calor e massa.

MATERIAL E MÉTODOS

As operações foram realizadas na coluna de destilação da ECO Educacional (MD020E), composta por sete estágios de destilação transparentes e sensores de temperatura com indicador em cada estágio, além de um sensor no balão refervedor, um no ponto de retirada do destilado e um no fluxo de vapor de topo. A torre possui diâmetro interno de 50 mm e altura de 100 mm, com uma dupla camada de vidro para isolamento térmico a vácuo, minimizando perdas de calor para o ambiente.

O equipamento é constituído por um módulo refluxador temporizado, responsável por alternar o retorno do condensado entre a coleta de destilado e a coluna, um refervedor tipo parcial contendo uma manta aquecedora para controle de potência e um balão volumétrico com capacidade de 5 litros, um condensador de vidro tipo total, um módulo de coleta de vidro graduado para o destilado e amostra de fundo, uma bomba de vácuo de duplo estágio com potência de 1/4 CV e um vacuômetro do tipo bourdon, para medição do vácuo na camisa, e um painel elétrico de comandos contendo indicadores de temperatura e um amperímetro, construído conforme os requisitos estabelecidos pela NBR 5410.

Inicialmente, foram realizados testes para as razões de refluxo 1:0 (refluxo total), 1:4 (20% de refluxo), 1:2 (33% de refluxo), 1:1 (50% de refluxo), 2:1 (67% de refluxo) e 0:1 (sem refluxo), para determinar a menor razão de refluxo capaz de proporcionar maior eficiência de separação, mantendo-se as condições operacionais de vácuo em 650 mmHg e corrente elétrica de 2,2 A.

Para cada experimento, foram adicionados no balão refervedor aproximadamente 4 litros de solução aquosa com concentração mássica entre 15% e 20% de etanol, preparada a partir de álcool etílico comercial com teor de 92,8 ºINPM.

Iniciaram-se todos os processos com o sistema de refluxo total, aguardando a estabilização das temperaturas ao longo da coluna e alterando o tempo de refluxo para a taxa desejada.

Após a nova estabilidade térmica da coluna, retiraram-se amostras da base, do topo e dos estágios intermediários, com o auxílio de uma seringa com agulha, resfriando-as e realizando as análises das composições por picnometria.

Utilizando-se picnômetros de aproximadamente 10 mL, pois não se conhece a capacidade exata dessa vidraria, para encontrar a densidade relativa do líquido, expressa pela Equação 1, sendo m_{P+L} a massa do picnômetro cheio do líquido da amostra, m_P a massa do picnômetro vazio e m_{P+A} a massa do picnômetro cheio de água:

$$\rho = \frac{m_{P+L} - m_P}{m_{P+A} - m_P} \quad (1)$$

Posteriormente, foram realizados testes com as concentrações mássicas iniciais de 5%, 10%, 20% e 30% de etanol no balão refervedor, empregando-se a melhor taxa de refluxo das operações anteriores. Foram realizados os mesmos procedimentos anteriores para estabilização, coleta de amostras e avaliação da eficiência da separação ao final dos processos.

A fração de recuperação (F_r) foi calculada com base na Equação 2, sendo F correspondente à quantidade da alimentação, x_F a fração mássica de etanol na alimentação, D referente à quantidade de destilado e x_D a fração mássica de etanol no destilado:

$$Fr = \frac{D * x_D}{F * x_F} \quad (2)$$

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O perfil de temperatura na coluna ao final dos testes pode ser observado na Figura 1.

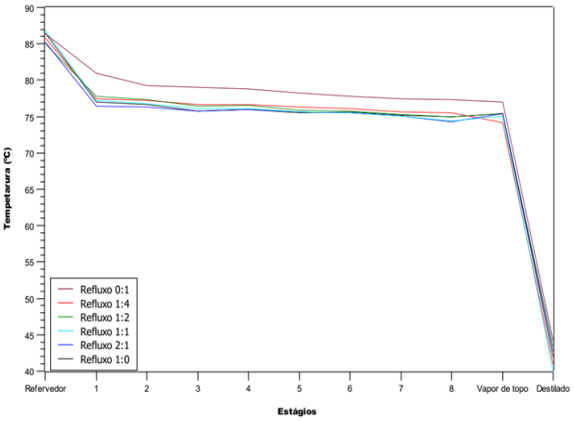


Figura 1. Variações das temperaturas em diferentes razões de refluxo.

Todas as taxas de refluxo apresentaram perfil decrescente de temperatura. O processo sem refluxo manteve temperaturas mais altas ao longo da coluna, enquanto o refluxo total e 2:1 atingiram temperaturas menores que 75 °C no terceiro estágio.

Os resultados demonstram que o refluxo influencia inversamente na temperatura da coluna, pois o líquido frio desce condensando o componente menos volátil presente no vapor, realizando trocas de calor e resfriando a coluna.

Entretanto, um valor alto de refluxo eleva os custos energéticos, sendo fundamental um equilíbrio entre uma boa produtividade e baixos custos (Ränger, 2024).

Na Figura 2 estão representadas as concentrações mássicas no refervedor, no destilado e nos estágios intermediários.

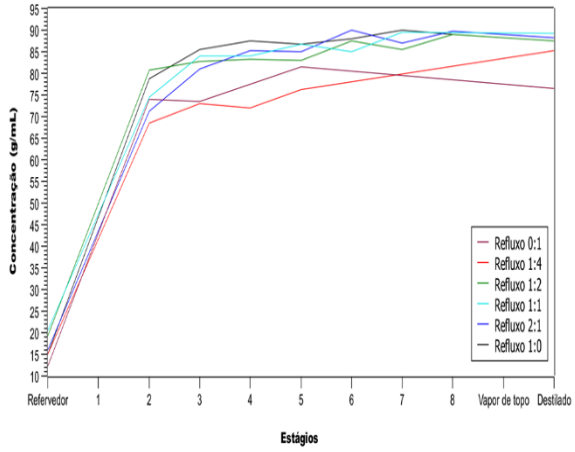


Figura 2. Variações das concentrações em diferentes taxas de refluxo.

Na Tabela 1, pode-se comparar as vazões e as frações de recuperação (Fr) do destilado para cada refluxo.

Tabela 1. Vazões e fração de recuperação do destilado em relação as razões de refluxo.

Refluxo	Vazão (mL/h)	Fr (%)
0:1	300	14
1:4	600	8
1:2	150	10
1:1	120	10
2:1	54	14
1:0	-	-

As vazões aumentaram com o a diminuição da razão de refluxo, como previsto pela literatura (Manyele, 2024). Os refluxos 0:1 e 1:4, apesar da alta vazão, resultaram em um destilado com menos de 86% de etanol.

A razão de refluxo mais adequada para destilações nas condições analisadas é a 1:2, pois apresentou um bom resfriamento e equilíbrio na vazão, sendo menor do que as das taxas de refluxo maiores, diminuindo o tempo necessário de operação, e com maior permanência de líquido na coluna do que as taxas menores, permitindo o contato entre as fases de líquido e vapor, e uma fração de recuperação moderada. Consequentemente, diminuindo os gastos com resfriamento e aquecimento da coluna (Niazi, Díaz-López e Nieto-Márquez, 2025)

A relação entre o número de estágios teóricos e a taxa de refluxo necessária para alcançar uma determinada concentração é inversa, pois à medida que o refluxo diminui, a linha operacional da seção de retificação se aproxima da linha de equilíbrio, tornando necessários mais estágios para alcançar uma boa separação (Manyele, 2024).

Constata-se que ao fixar o número de pratos, pode-se melhorar a eficiência da coluna aumentando o refluxo, resultando no aumento da concentração, pois as temperaturas mais baixas proporcionam um vapor mais rico em etanol nos primeiros estágios.

Foram observadas algumas oscilações de concentração mássica nos estágios devido ao arraste indesejado do líquido com menor grau alcoólico para o prato superior, diluindo o componente desejado. No refluxo 1:4, a solução no refervedor cessou o borbulhamento por poucos minutos e, posteriormente, as bolhas foram liberadas rapidamente, causando inundação da coluna.

O arraste ocorreu devido à baixa razão de refluxo e concentração, ao longo da destilação o líquido se torna mais rico em água, aumentando a tensão superficial e dificultando a formação de bolhas.

A falta de líquido retornando da coluna e de vapor subindo pelos pratos gera um superaquecimento do líquido, contribuindo para uma ebulição explosiva (Tian et al., 2022). Após esse processo, a coluna se estabilizou novamente em temperaturas mais baixas, mas a pureza do destilado continuou próxima de 85%.

Os piores resultados ocorreram na operação sem refluxo e refluxo 1:4, visto que os demais atingiram concentrações superiores a 80% no terceiro estágio.

Considerando melhores resultados com menores necessidades energéticas, concluiu-se que o refluxo 1:2 foi a menor taxa de refluxo a apresentar um bom desempenho, com teor maior que 87% no destilado final.

O perfil de temperatura para as diferentes concentrações no refluxo 1:2 pode ser visualizado na Figura 3.

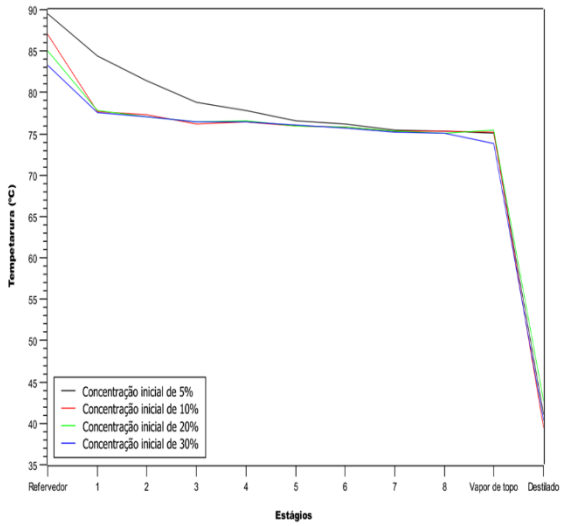


Figura 3. Temperaturas nos estágios em diferentes concentrações.

O perfil de temperatura foi semelhante para a maioria das variações, entretanto, a concentração inicial de 5% obteve temperaturas levemente mais altas inicialmente, pois quanto maior a quantidade de água, mais calor é necessário para vaporizar a mistura.

Os resultados experimentais estão de acordo com o previsto pela literatura, verificando-se que a concentração da alimentação inicial no balão refervedor também influencia inversamente as temperaturas da coluna (Gutiérrez-Guerra; Segovia-Hernández e Hernández, 2023).

Na Figura 4, pode-se comparar as variações das concentrações ao longo da coluna encontradas para cada concentração de alimentação.

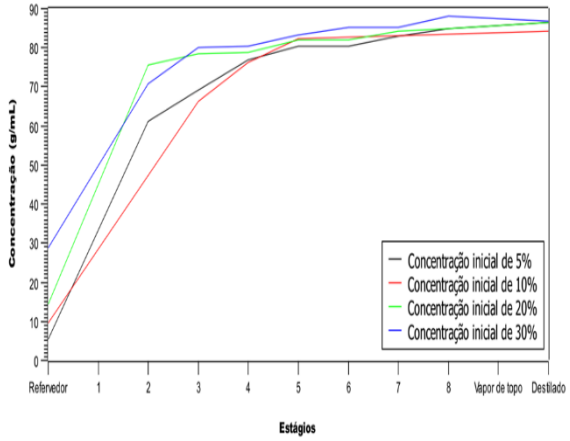


Figura 4. Concentrações nos estágios em relação à variação da alimentação.

As vazões e as frações de recuperação de cada alimentação estão representadas na Tabela 2.

Tabela 2. Vazões e fração de recuperação em relação à variação da alimentação.

Concentração (%)	Vazão (mL/h)	Fr (%)
5	150	4
10	150	15
20	200	30
30	200	10

Com o aumento da concentração da alimentação, a diminuição do ponto de bolha leva a um vapor mais rico no elemento mais volátil, elevando a concentração do destilado já nos estágios iniciais da separação (Manyele, 2021). A condição de 10% obteve um comportamento inesperado, apresentou mais arraste, com borbulhamento instável, semelhante ao ocorrido no refluxo 1:4, devido à baixa concentração de etanol. As demais mantiveram-se dentro do previsto.

As vazões foram satisfatórias para todas as concentrações, entretanto, a concentração de 5% obteve baixa fração de recuperação e a de 10% um destilado com menos de 85% de etanol.

A concentração inicial de 20% apresentou uma alta fração de recuperação, favorecendo o enriquecimento de etanol no destilado com menor tempo de operação.

Considerando as vazões e concentrações do destilado, as condições mínimas para obter um resultado satisfatório dentro dos parâmetros analisados são com refluxo 1:2 e a concentração de 20%, garantindo um bom resfriamento para a coluna e destilado concentrado acima de 86% de etanol.

CONCLUSÃO

Comprovou-se que as temperaturas ao longo da coluna são influenciadas de forma inversamente proporcional à taxa de refluxo e à concentração, devido ao aumento da eficiência das trocas de massa e calor. O resfriamento possibilita conseguir altos teores de etanol em poucos estágios, diminuindo o custo para fornecimento de energia.

Nas condições de baixa razão de refluxo e pouca concentração inicial de etanol no refervedor, o perfil de enriquecimento do líquido dos pratos ao longo da coluna apresentou comportamento divergente do esperado teoricamente, em virtude do arraste e da inundação dos pratos.

Visando a otimização da destilação, os melhores resultados foram obtidos com a concentração de 20% na alimentação e refluxo 1:2, promovendo uma boa vazão de destilado, com teores de etanol acima de 86% e menores gastos operacionais.

AGRADECIMENTOS

O presente trabalho foi realizado com apoio da Universidade Federal de Goiás (UFG).

REFERÊNCIAS

Beniwal, S.; Jogwar, S. S. Batch distillation performance improvement through vessel holdup redistribution—Insights from two case studies. **Digital Chemical Engineering**, v. 13, n. 1, p. 1–14, 2024. doi:10.1016/j.dche.2024.100187. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.dche.2024.100187>. Acesso em: 6 fev. 2026.

Bolenz, L. et al. Modelling of a continuous distillation process with finite reflux ratio using the hydrodynamic analogy approach. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 172, p. 99-108, 2021. DOI 10.1016/j.cherd.2021.05.025. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2021.05.025>. Acesso em: 16 maio 2026.

Fitriah, F.; Sari, D. A. Optimization of distillation column reflux ratio for distillate purity and process energy requirements. **International Journal of Basic and Applied Science**, v. 12, n. 2, p. 72-81, 2023. DOI 10.35335/ijobas.v12i2.260. Disponível em: <https://doi.org/10.35335/ijobas.v12i2.260>. Acesso em: 16 maio 2026.

Gutiérrez-Guerra, R.; Segovia-Hernández, J. G.; Hernández, S. Study of dynamic performance of heat-integrated distillation columns considering the effect of relative volatility of the mixtures. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 191, p. 446–461, 2023. doi:10.1016/j.cherd.2023.01.032. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.01.032>. Acesso em: 6 fev. 2026.

Heller, D.; Einfalt, D. Reproducibility of Fruit Spirit Distillation Processes. Beverages, v. 8, n. 20, ed. 2, p. 1-19, 2022. DOI 10.3390/beverages8020020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/beverages8020020>. Acesso em: 16 maio 2026.

Kumar, Y. et al. Dealcoholization of wine by vacuum distillation: Volatile and non-volatile profile, and sensory analysis. **Food Chemistry**, v. 495, n. 2, p. 1–11, 2025. doi:10.1016/j.foodchem.2025.146499. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2025.146499>. Acesso em: 6 fev. 2026.

Manyele, S. V. Analysis of the effect of feed composition and thermal conditions on distillation plant performance using a computer model. **Journal of Chemical Engineering and Materials Science**, v. 12, n. 2, p. 1-24, 2021. DOI 10.5897/JCEMS2020.0352. Disponível em: <https://doi.org/10.5897/JCEMS2020.0352>. Acesso em: 6 fev. 2026.

Manyele, S. V. The effect of reflux ratio and feed thermal conditions on ethanol-water distillation process performance. **International Journal of Engineering, Science and Technology**, v. 16, n. 4, p. 66–90, 2024. doi:10.4314/ijest.v16i4.6. Disponível em: <https://doi.org/10.4314/ijest.v16i4.6>. Acesso em: 6 fev. 2026.

Niazi, S.; Díaz-López, J. A.; Nieto-Márquez, A. Improvement of energy efficiency and production performance in a heteroazeotropic batch distillation unit: A study on decanter control and feeding strategy. **Separation and Purification Technology**, v. 357, 130132, p. 1-13, 2025. DOI 10.1016/j.seppur.2024.130132. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.130132>. Acesso em: 16 maio 2026.

Ränger, L. M. et al. Understanding Temperature Profiles of Distillation Columns. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 63, n. 10, p. 4533–4546, 2024. doi:10.1021/acs.iecr.3c04102. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acs.iecr.3c04102>. Acesso em: 6 fev. 2026.

Sari, N. K. et al. Optimizing batch distillation parameters for enhanced bioethanol purification from fermentation. **Green Chemistry Letters and Reviews**, v. 18, n. 1, 2459724 p. 1-17, 2025. DOI 10.1080/17518253.2025.2459724. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/17518253.2025.2459724>. Acesso em: 16 maio 2026.

Silva, F. G. R. et al. Construção e operação de uma coluna de destilação. **Research, Society and**

Development, v. 11, n. 15, p. 1–13, 2022. doi:10.33448/rsd-v11i15.37635. Disponível em: <https://rsdjournal.org/rsd/article/view/37635>. Acesso em: 6 fev. 2026.

Pratomo, W. E.; Agustina, S.; Kurniawan, T. Energy analysis study of coal tar distillation process by feed splitting method. **Teknika:** Jurnal Sains dan Teknologi, v. 17, n. 2, p. 281-288, 2021. DOI 10.36055/tjst.v17i2.13023. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.36055/tjst.v17i2.13023>. Acesso em: 16 maio 2026.

Tian, Z. et al. Experimental study on explosive boiling mechanism of superheated liquid containing ethanol impurities under rapid depressurization. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 168, p. 443–453, 2022. doi:10.1016/j.psep.2022.09.073. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.psep.2022.09.073>. Acesso em: 6 fev. 2026.