

Otimização do processo de destilação em planta piloto para produção de etanol hidratado¹

Optimization of the distillation process in a pilot plant to produce hydrous ethanol¹

Lara Talita Schneider², Joel Gustavo Teleken³, Gabriela Bonassa², Carlos de Jesus de Oliveira⁴, Thompson Ricardo Weiser Meier⁵, Emanuelle Iaçana Berté⁶, Jhony Tiago Teleken⁷

¹Aceito para publicação no 1º Trimestre de 2015

²Mestrandas em Engenharia de Energia na Agricultura na Universidade Estadual do Oeste do Paraná- UNIOESTE, laarats@gmail.com, gabrielabonassa@gmail.com

³Professor Dr. do Departamento de Engenharia e Exatas na Universidade Federal do Paraná- UFPR- Setor Palotina, joel.teleken@ufpr.br

⁴Acadêmico do Curso Superior de Tecnologia em Biocombustíveis na Universidade Federal do Paraná- UFPR- Setor Palotina, carlosdo96@gmail.com

⁵Mestrando em Bioenergia na Universidade Federal do Paraná- UFPR- Setor Palotina, thompson@ufpr.br

⁶Mestranda em Engenharia de Alimentos na Universidade Federal de Santa Catarina- UFSC, manuparisotto@gmail.com

⁷Doutorando em Engenharia de Alimentos na Universidade Federal de Santa Catarina- UFSC, jhony_tt@yahoo.com.br

Resumo: A destilação é o processo de separação mais amplamente utilizado nas indústrias, onde a separação de componentes de líquidos miscíveis é feita através da diferença de volatilização de cada um destes. Obtendo as variáveis que proporcionam maior rendimento e

menor gasto energético, o objetivo do trabalho é otimizar a produção fixando valores de: tempo necessário para produção de bioetanol dentro da especificação de álcool hidratado; taxa de refluxo; e vazão volumétrica de produto de topo. Seguiu-se um planejamento experimental em que os dados foram configurados a partir da metodologia de Delineamento Composto Central Rotacional. Realizaram-se 17 processos de destilação no sistema descontínuo e em cada um destes houve a alteração das variáveis: razão de refluxo, pressão de vapor do reboiler e porcentagem de álcool na mistura a ser destilada, analisando a influência das variáveis de entrada do processo sobre as variáveis respostas: tempo de *start-up*, volume de bioetanol produzido, vazão ($L.h^{-1}$) de bioetanol produzido e graduação alcoólica do produto. Durante os experimentos monitorou-se os perfis de temperatura do destilador, alambique, condensador e deflegmador, analisando como o comportamento desses podem afetar o processo de destilação. O experimento 11, realizado em condições de 0,75 de taxa de refluxo, $0,7 \text{ kgf.cm}^{-2}$ de pressão de vapor e 8 % (v/v) de graduação alcoólica inicial da mistura, apresentou o maior rendimento em menor tempo, com a obtenção de um total de 14 L em 140 minutos.

Palavras-chave: Batelada, biocombustíveis, processo de destilação.

Abstract: The distillation is the separation process widely used in industry, where the separation of immiscible liquid components is made by volatilization difference in each of these. Getting variables that provide higher throughput and lower energy consumption, the objective of the work is to optimize production setting values: time required to bioethanol production within specification hydrous alcohol; flow rate; and volumetric flow rate of the top product. Followed an experimental design where data were configured using the methodology of delineation Central Composite Rotational. Were performed 17 distillation processes in a batch system and each of these was the change of variables: reflux, vapor pressure of reboiler and alcohol percent at the mixture that will be distilled, analyzing the influence of the input process variables on the response variables: start-up time, volume of bioethanol produced, ethanol output produced ($L.h^{-1}$) and alcoholic graduation of the product. During the experiments monitored profiles of temperature of distiller, alembic, condenser and deflegmador, analyzing how the behavior of these can affect the distillation process. The 11 experiment, carried in conditions of 0,75 of flow rate, $0,7 \text{ kgf.cm}^{-2}$ of vapor pressure and 8%

(v/v) of initial alcoholic graduation at the mixture, present the highest yield in less time, with an acquisition of a total of 14 L at 140 minutes.

Key-words: Batch, biofuels, distillation process.

Introdução

A separação de compostos é parte essencial na grande maioria dos processos industriais, agregando valor aos produtos obtidos, e a destilação é a técnica de separação mais largamente utilizada, com grande aplicação nas áreas dos biocombustíveis, petroquímicas e indústrias químicas em geral (KETZER, 2013).

A destilação é um processo que promove a separação de misturas binárias, pelo qual o líquido, por efeito de aquecimento, é conduzido à fase gasosa, transformando-se em líquido novamente após ser condensado. Durante o processo, ocorre a evaporação parcial da mistura líquida afim de separar os componentes miscíveis de acordo com os seus diferentes pontos de volatilização, através de uma operação de contato íntimo entre as duas fases fluidas permitindo a difusão interfacial de seus constituintes e levando a separação desejada (FILETI, 1995; GOUVÊA, 1999).

Durante a fermentação alcoólica para a produção de etanol, há a formação de uma gama de subprodutos, dentre eles estão ácidos orgânicos, furfurool, ésteres, aldeídos e os álcoois amílico, propílico, butílico. Estes constituem uma parcela de pequena importância em relação ao volume, porém, de grande efeito na qualidade do produto final. Denominados de impurezas voláteis, precisam ser retirados por meio de purificação (LIMA *et al.*, 2001).

As colunas de destilação são compostas por gomos cilíndricos superpostos, com separações transversais, denominamos de pratos ou bandejas. Estes formam uma série de aparelhos de destilação simples, um destilando seus vapores ascendentemente para o outro através de calotas, e recebendo um líquido residual do prato superior, que desce pelos chamados tubos ou sifões (JUNIOR, 2010; SOARES, 2000).

O refeedor, localizado da base da coluna, é responsável por promover o aquecimento dos vapores que ascendem pela coluna. O enriquecimento do teor alcoólico da fase vapor acontece durante as interações das fases através de fenômenos de transferência de calor e massa, um conjunto de técnicas e equipamentos destinados à separação de um ou mais componentes de uma mistura ou solução. No decorrer do escoamento contracorrente a fase

vapor ascende pela coluna transferindo energia/calor para a fase líquida, e recebendo massa alcoólica. Portanto, quanto mais próximo do topo da coluna, maior tende a ser o teor alcoólico e maior a concentração de compostos voláteis na fase vapor a ser condensada (KETZER, 2013).

Os vapores alcoólicos que saem da parte superior da coluna dirigem-se a um condensador, onde são resfriados e condensados. Parte deste líquido é retirada como produto de topo, e o restante retorna a coluna como refluxo, cuja função é manter os vapores ricos em álcool na cabeça da coluna (FOUST *et al.*, 1982).

A sucessiva busca por aperfeiçoamentos das colunas de destilação tem contribuído no sucesso econômico dos processos, visto que a destilação exige determinada eficiência energética, e quando se trata disso torna-se importante o aperfeiçoamento das etapas de produção para que com a utilização de métodos de controle adequados, haja o aumento da eficiência e a minimização do gasto energético, resultando em menores custos para a empresa (KETZER, 2013; CADORE, 2011; WERLE, 2007).

Visando o aumento da competitividade de pequenas destilarias, é necessário que haja um melhor aproveitamento da matéria-prima nelas processadas, através do aumento no rendimento do produto final e na minimização do consumo energético (MAYER, 2010).

A partir deste cenário, o objetivo do presente trabalho foi avaliar a produtividade de etanol em uma unidade piloto de capacidade de produção de 40 L.dia⁻¹, utilizando diferentes parâmetros operacionais a fim de aperfeiçoar a produção e o consumo energético, tomando como índices de desempenho: tempo necessário para produção de etanol dentro da especificação de álcool hidratado; taxa de refluxo necessária; e vazão volumétrica de produção do etanol.

Materiais e métodos

Segundo Fileti (1995), para que os sistemas operacionais sejam executados e mantidos as colunas de destilação exigem o monitoramento de determinados fatores que influenciam no processo, para que estes sejam ajustados e controlados, aumentando a eficiência da mesma e diminuindo possíveis decorrentes perturbações.

Na Tabela 1, observa-se o planejamento experimental realizado a partir do método DCCR (Delineamento Composto Central Rotacional), alterando os valores das variáveis analisadas e que tem como objetivo fornecer resultados com precisão, diminuindo o número

de testes e otimizando o experimento (RODRIGUES, 2009).

Determinaram-se três variáveis independentes: fração volumétrica de etanol na mistura inicial; taxa de refluxo e pressão de vapor, devido ao fato de poderem ser controladas através do painel do sistema de destilação, e a partir disso, propôs-se 17 experimentos visando á elaboração de um modelo matemático e de uma superfície resposta da região ótima do processo de destilação.

Tabela 1. Planejamento experimental.

Fatores (n)	- 1,68	-1	0	1	+1,68
% Etanol (v/v)	5	6,21	8	9,79	11
Taxa de refluxo	0,25	0,35	0,5	0,65	0,75
Pressão de vapor (kgf.cm ⁻²)	0,35	0,49	0,7	0,91	1,05

A unidade piloto experimental têm capacidade de produção de 40 L.dia⁻¹, e é composta pelas partes observadas no esquema da Figura 1.

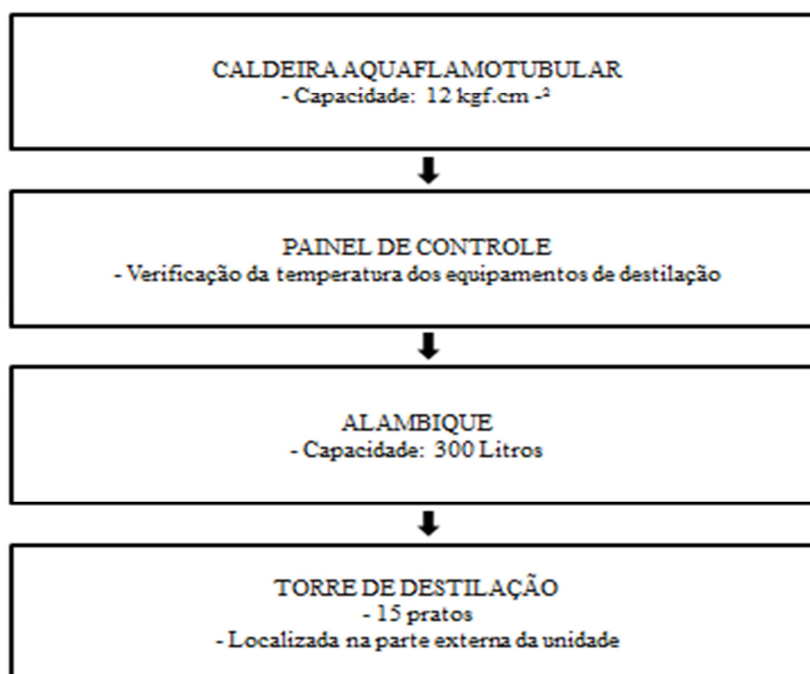


Figura 1. Fluxograma da unidade piloto experimental.

Nomenclatura

Na Tabela 2, apresentam-se as nomenclaturas utilizadas ao longo do texto.

Tabela 2. Nomenclatura

	Nomenclatura
C_1	Concentração alcoólica inicial
C_2	Concentração desejada
Kg.cm^{-2}	Quilograma força por centímetros quadrados
L	Litros
L.dia^{-1}	Litros por dia
L.h^{-1}	Litros por hora
min	Minutos
Q	Vazão
t	Tempo
v/v	Concentração volume/volume
V	Volume
V_1	Volume inicial
V_2	Volume desejado
°GL	Graduação Alcoólica Gay Lussac
%	Porcentagem

Fração volumétrica de etanol

A mistura a ser destilada possuía aproximadamente 300 litros água/álcool, e realizou-se a correção da graduação alcoólica através do cálculo de diluição (Equação 1), de acordo com os valores de porcentagens alcoólicas estabelecidas no planejamento experimental (Tabela 1).

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2 \quad (1)$$

Taxa de refluxo

A taxa de refluxo é um fator determinante no teor alcoólico do destilado. Cada experimento foi realizado com determinada taxa de refluxo, através da válvula de refluxo contida no painel interno do sistema de destilação.

Pressão de vapor (Kgf.cm⁻²)

Após o aquecimento da caldeira, ao atingir aproximadamente 5 Kgf.cm⁻² de vapor, abriu-se a válvula que permite a liberação de pressão para a estrutura de destilação. Os valores de pressão requeridos são observados em um manômetro contido no painel interno da estrutura de destilação.

Vazão volumétrica do destilado (L.h⁻¹)

A cada teste coletou-se em uma proveta determinada quantidade do produto obtido quando este alcançava uma graduação alcoólica acima de 92 °GL. Anotou-se o tempo de retirada e a partir disso, utilizando a Equação 2, calculou-se a vazão para cada teste.

$$Q = \frac{V}{t} \quad (2)$$

Temperaturas do sistema de destilação

Durante a realização dos experimentos monitorou-se as temperaturas do condensador, alambique, deflegmador e destilador observadas no painel interno de destilação, sendo estas anotadas a cada 2 minutos com o objetivo de avaliar a influência destas sobre o processo de destilação através dos gráficos plotados posteriormente.

Resultados e discussões

Através da variação da graduação alcoólica inicial, taxa de refluxo e pressão de vapor, diferentes condições de operação foram testadas, objetivando a partir de análise estatística determinar o melhor processo dentre estes. Observa-se na Tabela 3, a matriz do planejamento, onde a partir dos dados reais e codificados envolvidos no processo, nos diversos experimentos, obteve-se a superfície de resposta em relação às variáveis de interesse.

Tabela 3 - Matriz do planejamento (DCCR) com os fatores (codificados e reais) e resultados obtidos de tempo de destilação (T (min)), volume de etanol produzido (L), vazão (L/h) e graduação alcoólica do produto retirado (°GL).

Ensaio s	Valores Codificados			Valores Reais			Variáveis Respostas			
	%Etanol	Refluxo	Pressão	%Etanol	Refluxo	Pressão	Tempo (min)	V. de etanol (L)	Vazão (L/h)	°GL
1	-1	-1	-1	6,21	0,35	0,49	235	10	3,5	92
2	1	-1	-1	9,79	0,35	0,49	343	27	3,7	92
3	-1	1	-1	6,21	0,65	0,49	301	22	4,7	92
4	1	1	-1	9,79	0,65	0,49	296	24	3,2	92
5	-1	1	1	6,21	0,65	0,91	79	0	0	84
6	1	-1	1	9,79	0,35	0,91	38	0	0	88
7	-1	1	1	6,21	0,65	0,91	85	0	0	89
8	1	1	1	9,79	0,65	0,91	48	0	0	71
9	-1,68	0	0	5	0,5	0,7	40	0	0	90
10	+1,68	0	0	11	0,5	0,7	74	16	43,9	92
11	0	-1,68	0	8	0,25	0,7	140	14	18,9	92
12	0	+1,68	0	8	0,75	0,7	165	16	13,0	92
13	0	0	-1,68	8	0,5	0,35	298	36	7,5	92
14	0	0	+1,68	8	0,5	1,05	42	0	0	91
15	0	0	0	8	0,5	0,7	46	0	0	89
16	0	0	0	8	0,5	0,7	58	9	58,0	92

17	0	0	0	8	0,5	0,7	192	14	4,6	92
----	---	---	---	---	-----	-----	-----	----	-----	----

Análise do tempo de destilação

A partir dos dados apresentados na Tabela 3, plotou-se o gráfico de Pareto, observado na Figura 2(a), avaliando a influência da graduação alcoólica inicial, refluxo e a pressão de vapor no tempo total de destilação. Foi evidenciado que apenas a pressão de vapor apresentou influência significativa sobre o tempo total de destilação, em um nível de significância de 5%. Dessa forma, gerou-se o modelo linear para o tempo de destilação, representado pela equação 3, com coeficiente de regressão de 67%.

$$T_{Destilação} = 142,4387 - 95,02078 \times Pressão \text{ de vapor} \quad (3)$$

Ressalta-se que, nessa equação considerou-se a pressão com os valores codificados. Através da análise de variância (ANOVA), apresentada na Tabela 4, o modelo apresentou concordância acima de 67% com os dados obtidos a partir da realização das destilações.

Tabela 4 - ANOVA do modelo linear do tempo de destilação.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F _{calculado}	F _{tabelado}	R ²
Regressão (Modelo)	1	113604,9479	113604,9479	28,5127	4,6001	0,6707
Resíduo	14	55781,0520	3984,3608			
Total	15	169386,0000				

Verificou-se que o modelo é válido no intervalo de 95% de confiança, tendo em vista que o F_{calculado} é maior que o F_{tabelado}, o que torna esse modelo passível de ser utilizado para estimar o tempo total de destilação por meio da superfície de resposta. Na Figura 2(b), encontra-se a superfície de resposta obtida para o processo de destilação.

Realizando o processo de destilação com maiores pressões de vapor, em torno de 0,9 Kgf.cm⁻², observa-se que o tempo é reduzido de forma significativa, entretanto, o produto retirado não está dentro das especificações em relação ao teor alcoólico. Além disso, há um

gasto energético muito elevado, e todo volume produzido atinge cerca de no máximo 88 °GL, graduação que tende a diminuir do início até o final do processo.

Observa-se também na Figura 2(b), que conforme a diminuição da pressão de vapor aumenta-se o tempo do processo. Nos experimentos realizados com pressões de vapor de 0,7 Kgf.cm⁻², houve a retirada de produto nas especificações em relação ao teor alcoólico, porém, em um maior tempo de processo.

Analisando a Figura 2(c), observa-se que um aumento da pressão de vapor provoca a diminuição do tempo de destilação, conforme mencionado anteriormente.

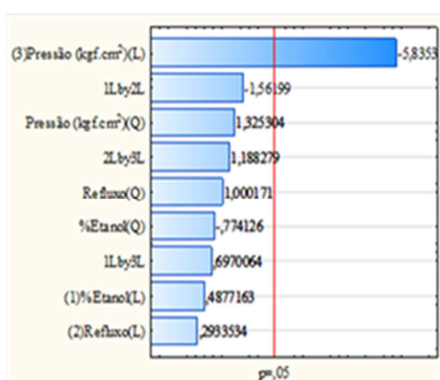


Figura 2(a). Gráfico de Pareto para o tempo total de destilação.

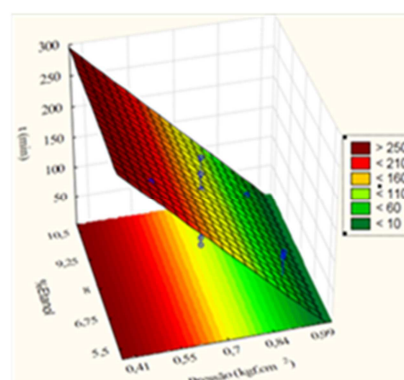


Figura 2(b). Superfície de resposta para o tempo de destilação.

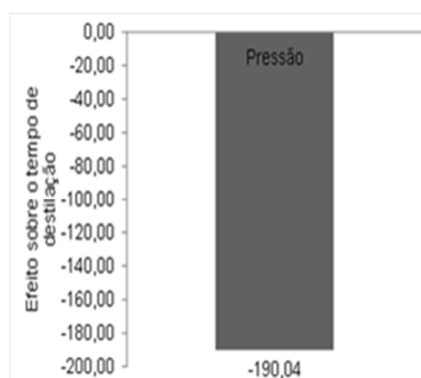


Figura 2(c). Análise de efeito da pressão de vapor sobre o tempo de destilação.

A utilização de uma pressão de vapor muito elevada acarreta o rápido aquecimento da mistura a ser destilada e o aumento da velocidade dos vapores, fazendo com que o fluxo de

vapor que ascende pela coluna seja muito intenso. Apesar de estes processos exigirem menores tempos, não se mostram vantajosos, pois apresentam troca de calor e de massa insuficientes para que se obtenha um produto de topo dentro da especificação de 92 °GL.

Análise do volume de etanol produzido

A partir dos dados apresentados na Tabela 3, plotou-se o gráfico de Pareto, observado na Figura 3(a), avaliando a influência da graduação alcoólica inicial, refluxo e a pressão de vapor sobre o volume de etanol produzido, e por meio deste, observa-se que a pressão de vapor e o percentual alcoólico inicial da mistura apresentam significativa influência no volume de etanol produzido, em um nível de 5% de significância.

Dessa forma, gerou-se um modelo quadrático para o volume de etanol produzido, representado pela Equação 4, com coeficientes de regressão de 82%, observado na Tabela 5.

$$V_{etanol} = 9,1015 + 3,4746023 \times \%Etanol - 10,71544 \times Pressão\ de\ vapor + 2,6386 \times (Pressão\ de\ vapor)^2 \quad (4)$$

Utilizando-se a análise de variância (ANOVA), apresentada na Tabela 5, observou-se que o modelo mostra valor superior de regressão linear a 82%.

Tabela 5 - ANOVA do modelo quadrático do volume de etanol.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F _{calculado}	F _{tabelado}	R ²
Regressão (Modelo)	3	1591,8804	530,6268	18,6032	3,4902	0,8230
Resíduo	12	342,2795	28,5232			
Total	15	1934,1600				

Verificou-se que o modelo quadrático é válido no intervalo de 95% de confiança, pois o F_{calculado} é maior que o F_{tabelado}, assim este modelo pode ser utilizado para estimar o valor do volume de etanol a partir da superfície de resposta.

Na Figura 3(b), encontra-se a superfície de resposta obtida para o volume de etanol, e

através da análise desta observa-se que quanto maior a porcentagem alcoólica na mistura inicial, maior a quantidade de álcool que é retirada durante o processo, pois todo ou grande parte do volume de álcool adicionado na mistura tem de a ser destilado. Este produto retirado pode ou não possui alta graduação alcoólica, e quanto menor a graduação do produto, o volume produzido tende a ser maior, pois o mesmo possui também certa quantidade de água em sua composição.

Na Figura 3(a), observa-se que o volume produzido também é influenciado pela pressão de vapor, devido ao rápido aquecimento e a formação de grande velocidade de vapores, como citado anteriormente.

No ensaio 13, realizado com pressão de vapor de $0,35 \text{ Kgf.cm}^{-2}$ e porcentagem alcoólica inicial de 8% (v/v), obteve-se 36 litros em 298 minutos. Nos ensaios que utilizaram pressão de vapor acima de $0,9 \text{ Kgf.cm}^{-2}$, não houve a produção de álcool nas especificações em relação ao °GL, e nos que utilizaram pressão de vapor de $0,7 \text{ Kgf.cm}^{-2}$ e porcentagem alcoólica inicial de 8% (v/v) como o ensaio 11, por exemplo, houve a produção de 14 litros, em 140 minutos.

O gráfico exposto na Figura 3(c) demonstra o efeito da pressão de vapor e da graduação alcoólica inicial sobre o volume de etanol produzido.

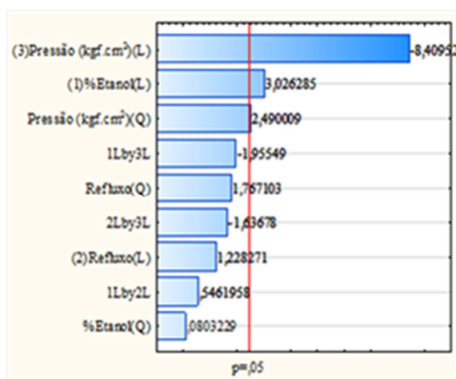


Figura 3(a). Gráfico de Pareto para o volume de etanol produzido.

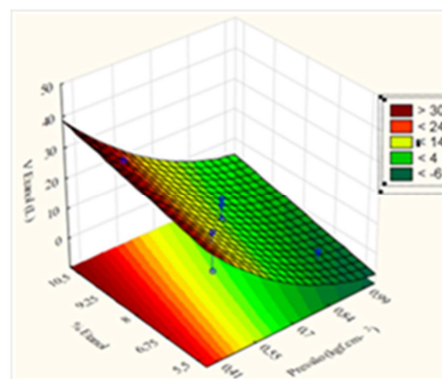


Figura 3(b). Superfície resposta para o volume de etanol.

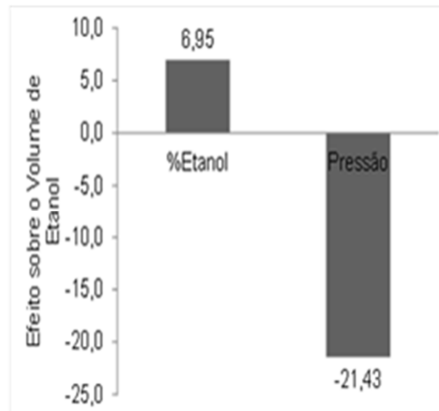


Figura 3(c). Análise da variação da pressão de vapor e da % de etanol sobre o volume de etanol produzido.

Análise sobre vazão de produto de topo (Q); e sobre a graduação alcoólica do produto de topo (°GL)

Para a análise da influência das variáveis independentes na vazão de produto de topo (Q), e sobre a graduação alcoólica inicial (°GL), gerou-se os gráficos de Pareto observados na Figura 4(a) e (b), e conforme o indicado por estes, não houve significância das taxas de refluxo, pressão de vapor e graduação alcoólica inicial sobre os valores de vazão e graduação alcoólica do produto de topo.

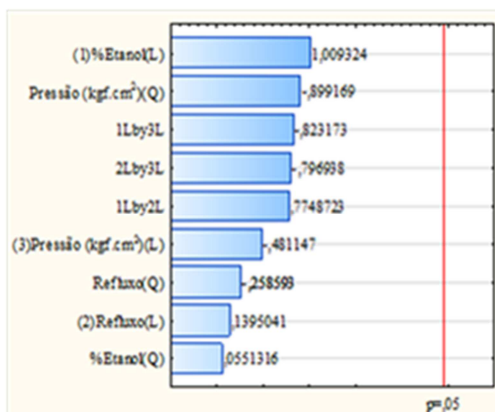


Figura 4(a). Gráfico de Pareto para a vazão de produto de topo (Q).

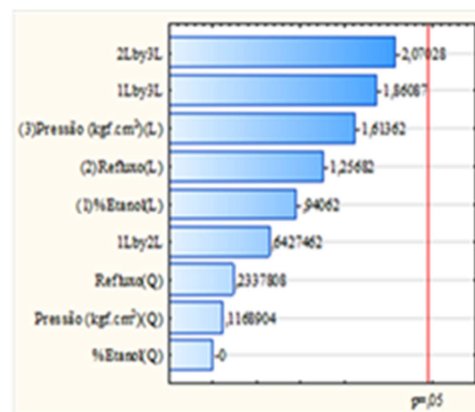


Figura 4(b). Gráfico de Pareto para a graduação alcoólica de produto de topo.

A concentração volumétrica de etanol na mistura a ser destilada possui efeito

positivo sobre o volume final de etanol recuperado, ou seja, aumentando a concentração de etanol na mistura a ser destilada, maior o volume de etanol produzido. Já a pressão interna da linha de vapor tem efeito negativo, ou seja, aumentando-se a pressão, obtêm-se menor volume de etanol produzido dentro da especificação, pois quanto maior a pressão, maior a velocidade da fase vapor e menor o tempo de contato entre as fases, o que prejudica os fenômenos de transferência de calor e massa.

Conclusões

Após a realização de todos os experimentos, concluiu-se que a pressão de vapor exerce grande influência sobre o tempo dos processos e o volume de etanol purificado, pois está diretamente relacionado ao tempo de aquecimento da mistura do sistema de destilação e a velocidade em que os vapores formados ascendem pela coluna, onde quanto maior a pressão de vapor, menor o tempo de *start-up*, e maior a velocidade da fase vapor.

Portanto, para a determinação dos parâmetros mais adequados é necessário que o objetivo final do processo seja definido, por exemplo, tempo, volume de etanol produzido ou graduação alcoólica do retirado.

Analisando o menor tempo como objetivo, tem-se o experimento 11 como o de maior rendimento, que durou cerca de 140 minutos, com uma vazão de 18,9 L/h⁻¹ e um total de produto retirado acima de 92 °GL de 14 litros. Neste teste utilizou-se uma taxa de refluxo de 0,75, pressão de vapor de 0,7 Kgf.cm⁻² e graduação alcoólica inicial de mistura de 8% (v/v).

Devido à alta taxa de refluxo houve a purificação da fase vapor, e a retirada de produto com a graduação alcoólica desejada. A pressão de vapor, por ser alta, também pode ter influenciado em um menor tempo de *start-up* da coluna, diminuindo o tempo deste, e aumentando o tempo da fase estacionária (fase em que as temperaturas do sistema de destilação não sofrem grande variação, e que o produto de interesse é produzido).

Referências bibliográficas

- CADORE, I. R. *Eficiência de torres de destilação*. Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Química. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. p. 46, 2011.
- FILETI, A. M. F. *Controle em destilação batelada: controle adaptativo e controle preditivo com modelo baseado em redes neurais artificiais*. Tese de Doutorado em Engenharia Química. Universidade Estadual de Campinas, Campinas. p. 216, 1995.
- FOUST, A.S.; WENZEL, L.A.; CLUMP, C.W.; MAUS, L.; ANDERSEN, L.B. *Princípios das Operações Unitárias*. 2 ed. p. 684, 1982.

- GOUVÊA, P. E. M. *Simulação e análise de configurações alternativas de colunas de destilação: meta e para-destilação*. Tese de Mestrado em Engenharia Química. Universidade Estadual de Campinas, Campinas. p. 150, 1999.
- JUNIOR, M. S. J. R. *Obtenção de álcool etílico hidratado, com graduação alcoólica para uso automotivo: validação de um processo em batelada*. Tese de Mestrado em Engenharia de processos. Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria- RS. p. 146, 2010.
- KETZER, F. *Modelagem, simulação e controle de uma coluna de destilação descontínua apropriada à produção de etanol em pequena escala*. Tese de Mestrado em Engenharia de Processos. Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria – RS. p.123, 2013.
- LIMA, U. A.; BASSO, L. C.; AMORIM, H. V. *Biotecnologia Industrial*. 3 v. São Paulo: Blucher, p. 1-39, 2001.
- MAYER, F. D. *Desenvolvimento da tecnologia de destilação apropriada à produção de álcool combustível em pequena escala*. Tese de Mestrado em Engenharia de Processos. Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria – RS. p. 109, 2010.
- RODRIGUES, M. I., IEMMA, F. A. Noções sobre experimentos fatoriais; Comparação do uso das metodologias; Estratégia experimental para fatoriais fracionados e delineamento composto central rotacional (DCCR). In: *Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos*. v. 1, capítulo 3, 4, 5, Campinas, SP, 2 ed., Editora Cárita, 2009.
- SOARES, C. *Avaliação Experimental dos Coeficientes de Transferência de Massa e Calor em uma Coluna com Pratos Perfurados*. Tese de Mestrado em Engenharia Química. Universidade Estadual de Campinas, Campinas. 2000.
- WERLE, L. O. *Minimização dos transientes através de aquecimento distribuído em uma coluna de destilação*. Tese de Mestrado em Engenharia Química. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. p. 167, 2007.