



XXI Congresso Brasileiro  
de Engenharia Química

Fortaleza/CE  
25 a 29 de setembro



XVI Encontro Brasileiro sobre o  
Ensino de Engenharia Química  
Fortaleza/CE  
25 a 29 de setembro

# HAZOP BASEADO EM ANÁLISE DE DISPOSITIVOS E SIMULAÇÃO DINÂMICA APLICADO AO PROCESSO *FREEZE DRYING*

R. RAONI L.B.<sup>1</sup>, A. R. SECCHI<sup>1</sup>, M. DEMICHELA<sup>2</sup>, S. BOSCA<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Programa de Engenharia Química-COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro-RJ, Brasil

<sup>2</sup> Department of Applied Science and Technology, Politecnico di Torino, Torino-Italia  
E-mail: rafael\_raoni@hotmail.com.br

**RESUMO:** *O novo método de HazOp utilizado é baseado em uma melhor descrição do processo e se caracteriza pela simulação dinâmica das falhas dos dispositivos, agrupando, em um único cenário, todos os desvios de processo dependentes da falha analisada. Tal proposta tem a capacidade de separar as análises analítica e empírica do estudo, obter resultados quantitativos dos desvios e reduzir o tempo de reunião, melhorando assim seus resultados e reduzindo seus custos. Neste trabalho, o método é aplicado no processo Freeze Drying, amplamente utilizado na área farmacêutica. O processo consiste em retirar a água livre e adsorvida da solução de substâncias com importantes características e princípios ativos, a partir de um processo de congelamento, sublimação e aquecimento. No exemplo, foi possível identificar, quantitativamente, as falhas e seus consequentes desvios que levavam a descaracterização da substância a ser seca, tornando possível o melhor direcionamento das futuras melhorias do processo.*

## 1. INTRODUÇÃO AO HAZOP

O HazOp (*Hazard operability*) é um dos melhores estudos para identificação e qualificação do risco de um evento indesejado ao processo, idealizado para aplicação em processos contínuos. Atualmente, a principal aplicação da metodologia está na identificação dos perigos em indústrias que lidam com materiais perigosos, buscando eliminar as fontes de grandes acidentes (Dunjó et al., 2010), entretanto a melhor compreensão da operação do sistema também tem sua grande importância no estudo (Kletz, 1997). O estudo de HazOp é demandado em vários programas de gerenciamento de riscos, em que os cenários indesejados são identificados a fim de possibilitar uma posterior análise quantitativa de risco. Entretanto, para o gerenciamento de risco de uma indústria química, normalmente são solicitadas apenas análises qualitativas de risco, fazendo com que toda sua segurança dependa da eficiência e qualidade de tais estudos (AIChE, 2000).

Tradicionalmente o estudo é realizado em reuniões de longa duração, com uma equipe multidisciplinar e liderada pelo especialista em análise de riscos. Nela, a documentação do processo é estudada a fim de identificar as possíveis condições anormais que o sistema pode

PROMOÇÃO

REALIZAÇÃO

ORGANIZAÇÃO



atingir (Dunjó et al., 2010). O método começa com a identificação dos nós (pontos no sistema que melhor representam seu comportamento), para possibilitar a posterior análise dos desvios nas variáveis de processo. A combinação das palavras guias (mais, menos, etc.) com as variáveis de processo (pressão, temperatura, etc.) levam à identificação de sua condição anormal, ou seja, o desvio do processo (Ex.: Alta pressão). Esta combinação deve ser realizada a fim de identificar todos os possíveis desvios, o que leva a aplicação de tais palavras guia a apenas algumas variáveis do processo (Crow e Louvar, 2002).

Escolhido o nó e o desvio, suas causas e consequências devem ser identificadas e algumas salvaguardas, que são ações que buscam corrigir algum desvio ou consequência, devem ser listadas. Em alguns estudos, atendendo tabelas guias, há a classificação qualitativa do risco dos cenários e, se for entendido que o risco obtido apresenta um alto valor, são previstas recomendações e observações que devem ser atendidas para uma operação mais segura do processo (Dunjó et al., 2010). Por fim, as informações obtidas no estudo são apresentadas em tabelas, em que é possível a identificação de cada cenário estudado.

## 2. MÉTODO DE HAZOP UTILIZADO

Raoni (2015) propôs um novo método de HazOp baseado na melhor interpretação das causas e consequências do sistema. Identificando que qualquer desvio de processo é causado por uma modificação anterior em um de seus dispositivos, o método foi desenvolvido a partir da interpretação do processo conforme apresentado na Figura 1.

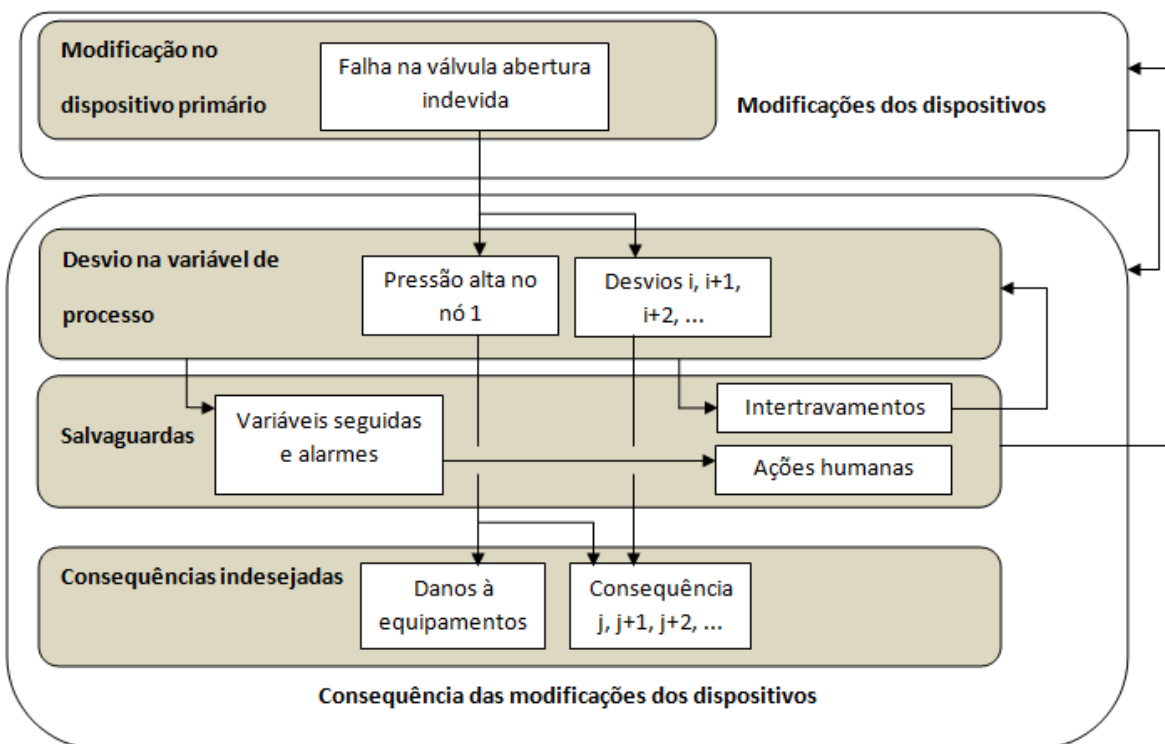


Figura 1 - Interpretação do processo utilizado no novo método de HazOp.

Assim, duas modificações no método de HazOp tradicional são propostas:

- Inicialização do estudo a partir da análise das modificações nos dispositivos do processo e não mais a partir da análise dos desvios das variáveis de processo.
- Para um melhor entendimento da resposta do processo frente às modificações de seus dispositivos, faz-se uso da simulação fenomenológica do processo.

A fim de serem aproveitadas ao máximo as informações disponibilizadas nas simulações e melhor representar o sistema descrito, os resultados da simulação e do estudo de HazOp são apresentados em uma nova tabela, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1 - Nova tabela de HazOp

Sistema estudado:						
Dispositivo modificado:						
Número do cenário:						
Modificação do dispositivo	<i>Análise dos resultados da simulação</i>					
	Informações dos desvios		Salvaguardas dos desvios			
	Valor normal da variável	Valor em desvio	Variável seguida	Alarmes	Intertravamentos	Possibilidade de ações humanas?
	<i>Análise empírica</i>					
	Consequências futuras	Salvaguardas das consequências	Análise do Risco:			Notas, Observações e Recomendações
			Frequência	Severidade	Risco	

A partir da metodologia, foi possível separar o estudo de HazOp em duas partes: “Análise dos resultados da simulação”, em que todas as informações importantes do processo, que podem ser obtidas a partir dos resultados das simulações, são listadas; e “Análise empírica”, em que é realizada a identificação das consequências indesejadas causadas pela modificação dos dispositivos e também as necessárias avaliações de risco para as consequências identificadas.

### 3. PROCESSO FREEZE DRYING

*Freeze Drying* é um processo amplamente utilizado principalmente na área biológica e farmacêutica. O processo consiste em, dada uma solução aquosa, realizar a retirada da água livre da solução, e também da água adsorvida nas moléculas da substância, a partir de um processo de congelamento, sublimação e aquecimento. Tal procedimento tem sua grande importância na indústria em função de realizar a secagem da substância sem que esta perca suas principais características e princípio ativo, causado normalmente quando a substância é exposta a altas temperaturas, e pelo produto seco ser facilmente reconstituído (Bosca et al., 2015).

O processo, operado em regime de batelada, apresenta três etapas: a de Congelamento, em que a solução é imposta a temperaturas muito baixas para que seja possível o congelamento da água livre; a Secagem Primária, em que toda água livre congelada é retirada da solução por um processo de sublimação, devendo a solução receber o calor necessário à referida transformação física (calor latente) e ser submetida a baixas condições de pressão; e a Secagem Secundária, em que a solução é levemente aquecida e submetida a pressões mínimas a fim de que a água adsorvida nas moléculas do composto evapore (Franks, 2007).

A Secagem Primária é a etapa mais importante do processo, já que é nela que são obtidas as características desejadas para o produto seco. Nesta etapa, a temperatura e a pressão da câmara devem ser ajustadas adequadamente a fim de evitar a degradação do produto e destruição da torta formada pelo produto seco, em função da alta taxa de sublimação. A etapa também apresenta elevado custo em função do alto tempo necessário para sua conclusão e da condição extrema requerida para a câmara, assim um bom ajuste das condições da câmara são essenciais para a correta e econômica operação do processo (Bosca et al., 2015).

Para a realização de tais procedimentos é necessário um sistema composto por uma câmara, bombas e ciclos de refrigeração, conforme fluxograma simplificado apresentado na Figura 2.

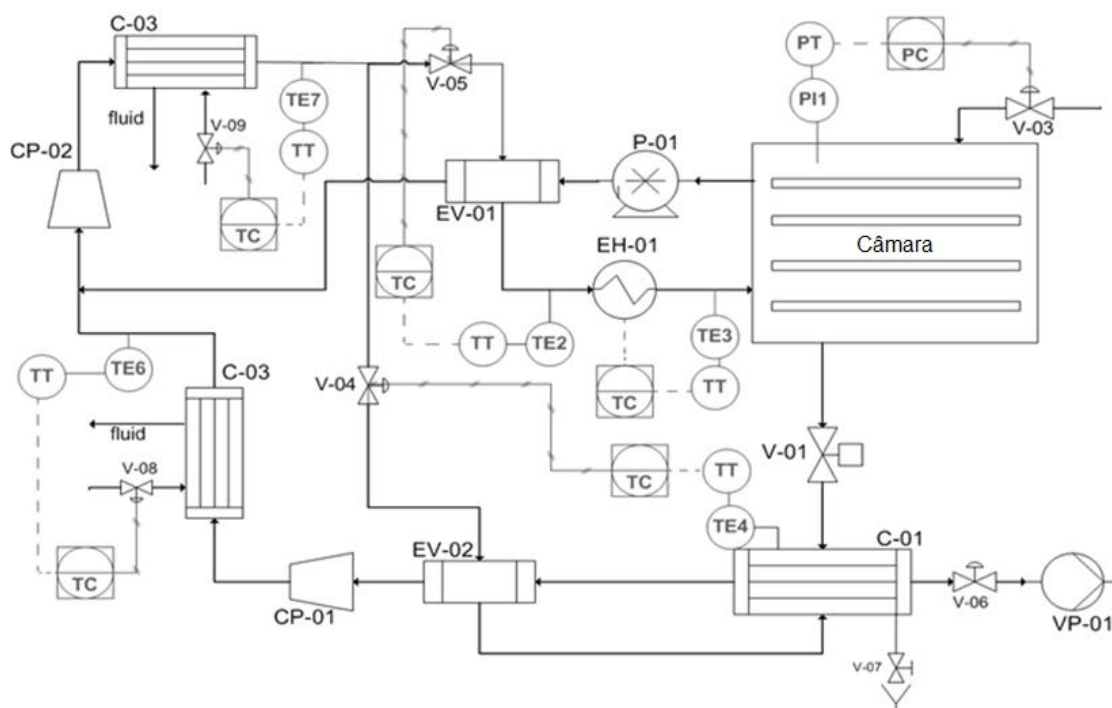


Figura 2 - Fluxograma simplificado do processo *Freeze Drying*.

#### 4. HAZOP DO PROCESSO *FREEZE DRYING*

Em função das condições operacionais do processo, não é visualizado risco considerável para pessoas, meio ambiente e imagem da empresa perante a sociedade, riscos estes normalmente avaliados em um estudo de HazOp. Entretanto, pela possibilidade do alto custo da substância presente na solução a ser seca e do custo para o atendimento das condições do processo, a avaliação do risco para perda de produção e melhores condições operacionais, ou seja, para fins econômicos, pode ser de grande utilidade.

O objetivo do presente trabalho foi aplicar a metodologia de HazOp apresentada na etapa de Secagem Primária do processo de *Freeze Drying*, a fim de exemplificar a metodologia e melhor entender/identificar os comportamentos indesejados do processo, possibilitando assim um

melhor direcionamento nos estudos posteriores para sua otimização econômica. Com os resultados do estudo é possível a identificação de melhorias no sistema a fim de ser obtido um custo mínimo de produção considerando também seu risco operacional, ou seja, a probabilidades de falha de seus dispositivos e suas respectivas consequências.

#### 4.1 Modelo Fenomenológico

Para a simulação da Separação Primária, o modelo foi construído englobando:

- V-03 e sua malha de controle de pressão: Controla a injeção de nitrogênio na câmara;
- Câmara: Onde os frascos com a solução aquosa são submetidos às três etapas do processo;
- O condensador C-01 e válvula (V-01): Responsável por condensar a água sublimada;
- Bomba VP-01 e sua respectiva válvula de entrada (V-06): Bomba geradora de vácuo.

Para a modelagem da sublimação que ocorre na câmara, foi utilizado o modelo unidimensional (Velardi e Barresi, 2008). Para a resolução do modelo, é necessária a estimação de parâmetros de resistência da torta seca para o fluxo de vapor e de parâmetros de transferência térmica entre o fluido refrigerante e o produto no frasco. Tais parâmetros dependem do produto a ser seco e devem ser estimados experimentalmente. No presente trabalho foram utilizados valores referentes a uma solução de sacarose conforme apresentado por Bosca (2013).

Apesar do ciclo de refrigeração não ter sido modelado, por este ser responsável pela manutenção da temperatura da câmara e do condensador, foi possível a análise da falha de seus equipamentos a partir da simulação de desvios adequados nas respectivas temperaturas. Apesar da análise de desvios da variável de processos não estar de acordo com a metodologia de HazOp aplicada, sendo este tipo de análise referente ao método de HazOp tradicional, é entendido que sua utilização é válida já que será possível a análise das consequências geradas no produto a ser seco em função das possíveis falhas nos equipamentos do ciclo. Para uma análise conforme procedimento de HazOp utilizado, o que seria possível a identificação das causas dos desvios nas temperaturas, seria necessário a modelagem de todo ciclo de refrigeração e a simulação de todas as possíveis falhas de seus equipamentos.

#### 4.2 Condição Normal de Operação e Caracterização dos Cenários de HazOp

Na etapa de Secagem Primária, as condições normais de operação devem ser projetadas de forma a atender a temperatura máxima de  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$  na interface de sublimação, temperatura máxima para a degradação do produto e/ou colapso da torta seca, o que promoveria a perda da batelada. Para atendimento da restrição, devem ser estabelecidas as condições de pressão e temperatura da câmara. Entretanto, o aumento na folga desta restrição promove um aumento no tempo de secagem, o que aumenta o custo da operação. Para atendimento de tal condição, a pressão da câmara é mantida em 5 Pa e a temperatura em  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . A partir desta condição de operação, o tempo da Secagem Primária é de aproximadamente 21 horas.

Após a elaboração do modelo no simulador de processo EMSO (Projeto ALSOC, 2015) capaz de simular o processo em sua condição normal de operação, foi possível a identificação e simulação, quando necessário, das possíveis falhas dos dispositivos do sistema. Tais falhas identificadas, que caracterizam os cenários do estudo de HazOp, são listadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Falha dos dispositivos do processo

Cenário	Falha
<b>1</b>	<b>Falha na válvula de N2 – V-03</b>
1.1	Fechamento da válvula: $x = 0$
1.2	Abertura da válvula: $x = 1$
1.3	Abertura da válvula: $x = 0,223$ (Limite. Abertura maior danificará o produto)
<b>2</b>	<b>Falha no aquecedor do ciclo de refrigeração da câmara – EH-01</b>
2.1	Redução de 50 °C na temperatura (Temperatura da etapa de congelamento – não acionamento do aquecedor)
2.2	Redução de 10,1 °C na temperatura
2.3	Aumento de 10,1 °C na temperatura
2.4	Aumento de 12 °C na temperatura
<b>3</b>	<b>Falha na bomba do sistema de resfriamento da câmara – P-01</b>
3.1	Desligamento da bomba
<b>4</b>	<b>Válvula de entrada do condensador - V-01</b>
4.1	Fechamento da válvula: $x = 0$
<b>5</b>	<b>Falha no condensador C-01</b>
5.1	Redução de 20 °C na temperatura
5.2	Aumento de 10,1 °C na temperatura
5.3	Aumento de 18,1 °C na temperatura
5.4	Aumento de 20 °C na temperatura
<b>6</b>	<b>Falha na válvula de entrada da bomba – V-06</b>
6.1	Fechamento da válvula: $x = 0$
6.2	Abertura da válvula: $x = 1$
<b>7</b>	<b>Falha da bomba VP-01</b>
7.1	Não acionamento da bomba

### 4.3 Resultados do HazOp

Com exceção dos cenários 3.1 e 7.1, em que não houve necessidade de simulação para identificar a descaracterização do produto, todos os cenários foram simulados dinamicamente para serem visualizadas suas consequências ao processo. Como o processo em questão é em batelada, tendo assim uma variação normal dos valores de suas variáveis de processo, foi escolhido o tempo igual a aproximadamente 11 horas para a amostragem dos valores das variáveis de processo analisadas. Na Tabela 3 são apresentados os resultados obtidos nos cenários 1.1, 1.2 e 1.3, em que os riscos das consequências identificadas foram estimados qualitativamente seguindo as tabelas de classificação qualitativa de risco.

Tabela 3 - Tabela de HazOp

Sistema estudado: Processo de Freeze-drying						
Dispositivo modificado: V-03						
Número do cenário: 1.1						
<i>Análise dos resultados da simulação</i>						
Modificação do dispositivo	Informações dos desvios		Salvaguardas dos desvios			
	Valor normal da variável	Valor em desvio	Variável seguida	Alarmes	Intertravamentos	Possibilidade de ações humanas?
Fechamento da válvula: x = 0	Pc: 5,00 Pa	2,13	Sim	Não	Não	Sim, a partir do acompanhamento do Pc, Pcond e do V_pump
	Tc: -28,15 °C	-29,05	Não	Não	Não	
	Ti : -35,95 °C	-38,15	Não	Não	Não	
	Tfluid: -20,00 °C	-20,00	Não	Não	Não	
	Pcond : 4,99 Pa	2,10	Sim	Não	Não	
	Tcond : -60,15 °C	213,00	Não	Não	Não	
	V_pump: 12,57 m3/h	9,40	Sim	Não	Não	
	Tdry: 21,11 h	22,92	Não	Não	Não	
<i>Análise empírica</i>						
Consequências futuras	Salvaguardas das consequências	Análise do Risco:			Notas, Observações e Recomendações	
Aumento no tempo de secagem	Sem Salvaguarda	Frequência	Severidade	Risco	Prever alarmes em Pc e Pcond	
		2	5	Marginal		
Número do cenário: 1.2						
<i>Análise dos resultados da simulação</i>						
Modificação do dispositivo	Informações dos desvios		Salvaguardas dos desvios			
	Valor normal da variável	Valor em desvio	Variável seguida	Alarmes	Intertravamentos	Possibilidade de ações humanas?
Abertura da válvula de N2: x = 1	Pc: 5,00 Pa	47,70	Sim	Não	Não	Sim, a partir do acompanhamento do Pc, Pcond e do V_pump
	Tc: -28,15 °C	-22,35	Não	Não	Não	
	Ti : -35,95 °C	-25,65	Não	Não	Não	
	Tfluid: -20,00 °C	-20,00	Não	Não	Não	
	Pcond : 4,99 Pa	47,50	Sim	Não	Não	
	Tcond : -60,15 °C	-60,15	Não	Não	Não	
	V_pump: 12,57 m3/h	19,10	Sim	Não	Não	
	Tdry: 21,11 h	-	Não	Não	Não	
<i>Análise empírica</i>						
Consequências futuras	Salvaguardas das consequências	Análise do Risco:			Notas, Observações e Recomendações	
Produto danificado (Ti > -30 °C)	Sem Salvaguarda	Frequência	Severidade	Risco	Prever alarmes em Pc e Pcond	
		2	4	Inaceitável		
Número do cenário: 1.3						
<i>Análise dos resultados da simulação</i>						
Modificação do dispositivo	Informações dos desvios		Salvaguardas dos desvios			
	Valor normal da variável	Valor em desvio	Variável seguida	Alarmes	Intertravamentos	Possibilidade de ações humanas?
Abertura da válvula de N2: x = 0,223 (Limite. Abertura maior danificará o produto)	Pc: 5,00 Pa	12,40	Sim	Não	Não	
	Tc: -28,15 °C	-26,15	Não	Não	Não	
	Ti : -35,95 °C	-32,15	Não	Não	Não	
	Tfluid: -20,00 °C	-20,00	Não	Não	Não	
	Pcond : 4,99 Pa	12,35	Sim	Não	Não	
	Tcond : -60,15 °C	-60,15	Não	Não	Não	
	V_pump: 12,57 m3/h	16,00	Sim	Não	Não	
	Tdry: 21,11 h	19,03	Não	Não	Não	
<i>Análise empírica</i>						
Consequências futuras	Salvaguardas das consequências	Análise do Risco:			Notas, Observações e Recomendações	
Diminuição no tempo de secagem	Sem Salvaguarda	Frequência	Severidade	Risco	Consequência benéfica ao processo	
		-	-	-		

## 5. CONCLUSÃO

No presente trabalho foi apresentado a aplicação de HazOp proposta por Raoni (2015) no processo *Freeze Drying*, sendo obtidas respostas quantitativas dos desvios, melhorando a qualidade do estudo frente aos resultados do HazOp tradicional. Com a análise dos cenários apresentados na Tabela 3, é possível tirar as possíveis conclusões:

- No cenário 1.1, foi possível identificar o aumento de tempo e as variáveis indicadas para o acompanhamento do processo a fim de possibilitar a identificação da falha estudada, o que possibilita a previsão de dispositivos de segurança mais adequados.
- No cenário 1.2, foi possível identificar uma falha que apresenta risco inaceitável. Tal falha deve ter seu risco analisado quantitativamente a fim de que seja enquadrado em níveis aceitáveis. Tal análise futura deve prever as necessárias melhorias no sistema como, por exemplo, o aumento da confiabilidade da válvula V-03.
- No cenário 1.3, foi possível identificar o ponto de abertura máxima da válvula de forma a não causar danos ao produto a ser seco. A partir desta análise, identifica-se a possibilidade de busca de melhores condições operacionais do processo.

Além de fornecer respostas de um HazOp tradicional, o HazOp utilizado fornece dados que possibilitam efetivas melhorias do processo, como: previsão de novos alarmes e intertravamentos nas variáveis mais adequadas e com melhores ajustes; identificação da necessidade de aumento da confiabilidade de certo equipamento, ou de um conjunto de equipamentos; e identificação da possibilidade de operar o processo em melhores condições operacionais. Tais características tornam o novo HazOp uma excelente ferramenta de análise de riscos.

## 6. REFERÊNCIAS

AIChE - *Guidelines for chemical process quantitative risk analysis*, 2nd ed, 2000, Center for Chemical Process Safety of the American Institute of Chemical Engineers.

CROW, D. A.; LOUVAR, J. F., 2002, *Chemical Process Safety Fundamentals with Applications*, 2nd ed, Prentice Hall International Series in the Physical and Chemical Engineering Sciences.

BOSCA, S.; 2013, *Product quality monitoring and cycle design in a freeze-drying process*, Ph.D Thesis, Dottorato di Ricerca in Ingegneria Chimica XXVI Ciclo – Politecnico di Torino.

BOSCA, S.; BARRESI, A.; FISSORE, D.; DEMICHELA, M., 2015, *Risk assessment for the freeze-drying process of pharmaceuticals in vials*, 7th European Meeting on Chemical Industry and Environment (EMChIE 2015).

DUNJÓ, J.; FTHENAKIS, V.; VÍLCHEZ, J. A.; ARNALDOS, J., 2010, *Hazard and operability (HAZOP) analysis*. A literature review, Journal of Hazardous Materials.

FRANKS, F., 2007. *Freeze-Drying of Pharmaceuticals and Biopharmaceuticals*. Cambridge: Royal Society of Chemistry.

KLETZ, T. A., 1997, *Hazop-past and future*, Reliability Engineering and System Safety.

RAONI, R., 2015, *Uso de simulação para estudos de HazOp*, Qualificação de doutorado, PEQ-COPPE/UFRJ.

VELARDI, S.A.; BARRESI A.A., 2008. *Development of simplified models for the freeze-drying process and investigation of the optimal operating conditions*. Chemical Engineering Research and Design, 86: 9-22.