

300618

7
2y



UNIVERSIDAD LA SALLE

ESCUELA DE QUIMICA
INCORPORADA A LA U.N.A.M.

**DISEÑO DE UNA PRACTICA SOBRE DESTILACION EN
COLUMNAS EMPACADAS PARA EL LABORATORIO
DE INGENIERIA QUIMICA DE LA UNIVERSIDAD
LA SALLE**

TESIS PROFESIONAL

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A :

ELSA ELIA MARQUEZ BERUMEN

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

MEXICO, D. F.

1986



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

I N D I C E

	<u>PAGINA</u>
INTRODUCCION	1
I. FUNDAMENTOS TEORICOS	2
I.1 EQUILIBRIO DE FASES	3
I.2 MEZCLAS AZEOTROPICAS	28
I.3 FRACCIONAMIENTO	30
I.4 COLUMNAS EMPACADAS	54
II. DISEÑO DEL EXPERIMENTO	63
II.1 INTRODUCCION	64
II.2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	64
II.3 METODOLOGIA DE CALCULO	79
III. RESULTADOS	94

	<u>PAGINA</u>
IV. DISEÑO DE PRACTICA	110
CONCLUSIONES	145
BIBLIOGRAFIA	146

I N T R O D U C C I O N

El presente trabajo tiene como finalidad establecer el diseño de una práctica de destilación en columnas empacadas para el Laboratorio de Ingeniería Química de la Universidad La Salle, para ello, se hace necesario el diseño de un equipo en el que se realicen diferentes experimentos con el objeto de establecer el sistema de equilibrio y las condiciones más adecuadas para el desarrollo de la práctica.

CAPITULO I

FUNDAMENTOS TEORICOS

1.1 EQUILIBRIO DE FASES

1.1.1 Introducción

En destilación se separan los componentes de una mezcla líquida por vaporización parcial de la misma, de tal manera que una fase vapor entra en contacto con una fase líquida y la masa se -- transfiere tanto del líquido al vapor como del vapor al líquido. El líquido y el vapor contienen generalmente, los mismos componentes, pero en cantidades relativas diferentes. El líquido es tá en su punto de burbuja y el vapor en equilibrio está en su punto de rocío. La masa se transfiere simultáneamente del líquido por vaporización y del vapor por condensación. El efecto neto es un aumento en la concentración del componente más volátil en el vapor por un aumento en la concentración del componente menos volátil en el líquido.

En la resolución de los problemas de destilación se requiere de las relaciones de equilibrio líquido-vapor, los datos que se necesitan para determinarlas pueden ser obtenidos en forma experimental; sin embargo, obtenerlos de esta manera es difícil para sistemas binarios y se vuelve aún más, conforme el número de componentes en la mezcla aumenta, en estos casos, la termodinámica constituye una herramienta que permite utilizar al máximo los datos disponibles. A continuación se presenta el tratamiento termodinámico para el cálculo de las relaciones de equilibrio líquido-vapor para mezclas binarias.

1.1.2 Regla de las Fases

El equilibrio de fases en un sistema está sujeto a restriccio--

nes establecidas por la regla de las fases.

Estas restricciones están expresadas en la ecuación

$$P + V = C + 2 \quad (1.1)$$

Donde:

P = Número de fases en equilibrio

V = Número de grados de libertad del sistema

En un sistema sin reacción:

C = Cantidad de compuestos químicos o elementos libres presentes.

Para la destilación de mezclas binarias existen sólo dos grados de libertad. Esto significa que si la presión y la temperatura se fijan, la composición de las fases en equilibrio no puede ser variada.

1.1.3 Sistemas Binarios Ideales

Las soluciones ideales son mezclas en las que el volumen molar parcial de cada componente en la solución es igual al volumen molar del componente puro a la misma presión y temperatura. El comportamiento ideal se presenta en mezclas cuyos componentes muestran gran semejanza química y tienen valores de presión crítica muy cercanos entre si.

Estas mezclas se comportan de acuerdo a la ley de Raoult:

$$\bar{P}_A = P_A^\circ X_A \quad (1.2)$$

$$\bar{P}_B = (1 - X_A)P_B^{\circ} \quad (I.3)$$

Donde:

\bar{P}_A = Presión parcial de A

\bar{P}_B = Presión parcial de B

Si la mezcla cumple con la ley de Dalton:

$$P_T = \bar{P}_A + \bar{P}_B \quad (I.4)$$

La presión necesaria para que la mezcla se encuentre en ebullición es:

$$P_T = \bar{P}_A + \bar{P}_B$$

$$P_T = X_A P_A^{\circ} + (1 - X_A)P_B^{\circ} \quad (I.5)$$

Siendo P_A° y P_B° las presiones de vapor a la temperatura que se fije y X_A y X_B la fracción molar de ambos componentes en el líquido.

Por otro lado, se puede calcular la fracción molar en la fase vapor a través de la ley de Dalton que establece que:

$$\bar{P}_A = Y_A^* P_T \quad (I.6)$$

Siendo mezclas binarias ideales:

$$Y_A^* = \frac{\bar{P}_A}{P_T}$$

$$\bar{P}_A = X_A P_A^c$$

$$Y_A^* = \frac{X_A P_A^o}{P_T} \quad (1.7)$$

$$Y_B^* = \frac{P_B^o (1 - X_A)}{P_T} \quad (1.8)$$

Si sustituimos en la definición de volatilidad relativa α se obtiene que:

$$\alpha = \frac{\bar{P}_A / X_A}{\bar{P}_B / X_B} \quad (1.9)$$

$$\alpha = \frac{P_A^o}{P_B^o} \quad (1.10)$$

De ahí, que para soluciones ideales es posible calcular los equilibrios de vapor-líquido a partir de la presión de vapor de las sustancias puras.

A. Diagramas de Fase

La información de relaciones de equilibrio, generalmente se presenta en términos de diagramas de fase como son:

- Presión de Vapor-Composición
- Presión-Composición a Temperatura Constante
- Temperatura-Composición a Presión Constante
- Diagrama X-Y

A.1 Diagramas Presión de Vapor-Composición

En estos diagramas se representan gráficamente las presiones totales y parciales para las diferentes soluciones en función de la fracción molar, en ellos la temperatura es constante.

A.2 Diagramas Presión-Composición

En estos diagramas se representa la presión de ebullición en función de la composición de la mezcla líquida a temperatura constante.

El cálculo de estos diagramas es sencillo, ya que una vez fija la temperatura, se determina con ello las presiones de vapor. La presión total de la mezcla se obtiene de la ecuación (I.5):

$$P_T = X_A P_A^{\circ} + X_B P_B^{\circ}$$

La composición del vapor se obtiene de la ecuación (I.7):

$$Y_A^* = (P_A^{\circ} X_A) / P_T$$

A.3 Diagramas Temperatura-Composición

En la práctica de la destilación, los diagramas a presión constante son más útiles, en ellos se representa la temperatura de ebullición en función de la composición de la mezcla.

Para mezclas cuyo comportamiento se aproxima al ideal, estos diagramas se pueden construir a partir de los datos de presión de vapor de ambos componentes.

Aplicando la ley de Raoult se obtiene que la presión necesaria para que se produzca la ebullición a una temperatura dada, se calcula por la ecuación (1.5):

$$P_T = X_A P_A^{\circ} + X_B P_B^{\circ}$$

El valor de X_A para cada temperatura se calcula por la ecuación:

$$X_A = \frac{P_T - P_B^{\circ}}{(P_A^{\circ} - P_B^{\circ})} \quad (1.11)$$

Las fracciones molares de los componentes en el vapor Y_A , Y_B , son proporcionales a sus presiones parciales, de ahí que:

$$Y_A^* = \frac{P_A}{P_T} = \frac{X_A P_A^{\circ}}{P_T} \quad (1.7)$$

$$Y_B^* = 1 - Y_A^* = \frac{P_B}{P_T} = \frac{P_B^{\circ} X_B}{P_T}$$

$$Y_B^* = [P_B^o (1 - X_A)] / P_T \quad (I.8)$$

Las ecuaciones (I.7) y (I.8) se aplican a la construcción de los diagramas de equilibrio a presión constante.

A.3.1 Ejemplo

Elaborar el diagrama a presión constante para el sistema benceno-tolueno a una presión de 586 mmHg.

Planteamiento:

A = Benceno

B = Tolueno

Las presiones de vapor se tomarán del diagrama de Cox -- (31) para cada temperatura.

La fracción mol en ambas fases se calculará a partir de las ecuaciones (I.11 y I.7).

Los cálculos se resumen en la Tabla I.1 y se presentan en la Figura I.1, temperatura-X Y.

T A B L A 1.1

CALCULOS DEL DIAGRAMA A PRESION CONSTANTE

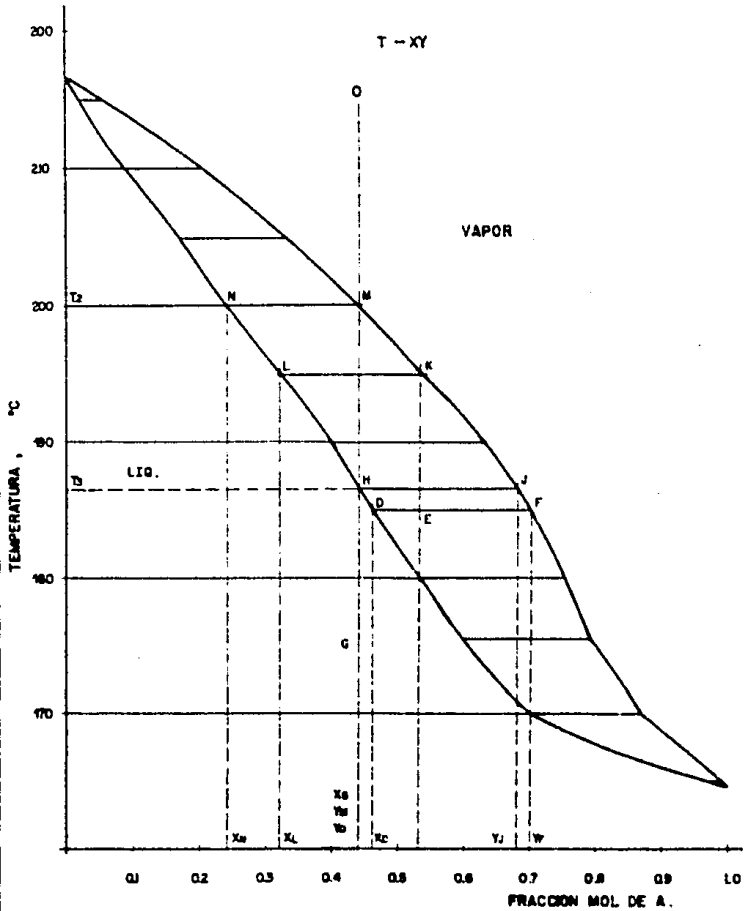
T °F	P ^c _{BEN}	P ^c _{TOL}	X _A	Y _A	X _B	Y _B
162	11.33	--	--	--	--	--
165	11.5	4.7	0.9752	0.9897	0.6248	0.0105
170	14	5	0.7034	0.8691	0.2966	0.1308
176	15	5.85	0.5991	0.7950	0.4009	0.2070
180	16	6	0.5351	0.7527	0.4668	0.2472
185	17	6.5	0.4601	0.6905	0.5398	0.3096
190	18	7	0.3937	0.6254	0.6062	0.3745
195	19	7.8	0.3153	0.5286	0.6846	0.4713
200	21	8.3	0.2386	0.4423	0.7613	0.5576
205	23	9	0.1665	0.3880	0.8385	0.6619
210	25	10	0.088	0.1958	0.9112	0.8041
215	27.5	11	0.020	0.0487	0.9799	0.9512
217	--	11.33	--	--	--	--

FIGURA 11

SISTEMA BENCENO—TOLUENO

586 mmHg

T - XY



En el diagrama que se muestra en la Figura I.1, a la curva superior se le denomina curva de condensación o final de ebullición y proporciona la relación entre la temperatura y la composición del vapor ($t - y^*$), la curva inferior representa la relación entre la temperatura y la composición del líquido ($t - x$), esta curva es llamada también de principio de ebullición o final de condensación.

Las mezclas de líquido y vapor en el equilibrio están a la misma temperatura y presión de forma que las líneas de unión, como la línea D-F, unen las mezclas de equilibrio en D y F. Hay un número infinito de líneas de unión para este diagrama. Una mezcla en la curva inferior, como el punto D, es un líquido saturado de composición X_D . Una mezcla en la curva superior como F es un vapor saturado de composición Y_F . Una mezcla en E se encuentra en dos fases y consta de una fase líquida de composición en D y una fase vapor de composición en F, en tal proporción que el promedio de toda la mezcla se representa mediante E.

Las cantidades relativas de las fases en equilibrio están relacionadas con los segmentos de la línea de unión.

$$\frac{\text{MOLES DE D}}{\text{MOLES DE F}} = \frac{\text{LINEA EF}}{\text{LINEA DE}}$$

Todo punto que se encuentra por encima de la curva superior, -- tal como O, corresponde a una mezcla de los componentes A y B -

en el estado vapor, de composición Y_0 , enfriando esta mezcla a presión constante, iniciará su condensación en el punto M a la temperatura t_2 dando un líquido de composición X_N .

Cualquier punto que se encuentre por debajo de la curva inferior, tal como el punto G, representa una mezcla líquida de los componentes A y B de composición X_G , cuya temperatura de ebullición t_3 , viene dada por la intersección de la abscisa del punto con la curva inferior dando lugar a un vapor de composición Y_J .

Considérese una mezcla en G en un recipiente cerrado que puede mantenerse a presión constante moviendo un pistón, la solución está completamente líquida. Si se calienta la primera burbuja de vapor, se forma en H y tiene la composición en J más rica en la sustancia más volátil; por lo tanto, al evaporarse más mezcla, se enriquece el vapor en el componente más volátil, reduciéndose la composición de éste en el líquido: se origina entonces, por ejemplo, el líquido L y su vapor en el equilibrio K, aunque la composición de la masa total es aún la original como en G. La última gota de líquido se evapora en M y tiene la composición en N, el sobrecalentamiento de la mezcla sigue la trayectoria MO.

La mezcla se ha evaporado en un intervalo de temperatura desde H hasta M, a diferencia de la temperatura única de evaporación de una sustancia pura. Entonces el término punto de ebullición para una solución, generalmente no tiene sentido, puesto que la --

evaporación ocurre en un intervalo de temperatura, esto es, desde el punto de formación de la burbuja hasta el punto de formación de rocío.

A.4 Diagramas X-Y

Las composiciones de líquido-vapor en el equilibrio pueden mostrarse también sobre un diagrama de composición (X - Y), como en la Figura I.2. Por ejemplo, el punto P sobre el diagrama representa la línea de unión DF de la Figura I.1. Dado que el vapor es más rico en la sustancia más volátil, la curva se encuentra arriba de la diagonal de 45° que se ha trazado como comparación.

Mientras mayor sea la diferencia entre la curva de equilibrio y la diagonal de la Figura I.2, mayor es la diferencia en las composiciones del líquido y el vapor, y mayor es la facilidad para lograr la separación.

La medida de esta facilidad se conoce como factor de separación y en el caso de la destilación a éste se le llama volatilidad relativa, denotada generalmente α , que es la relación entre las concentraciones de A y B en ambas fases.

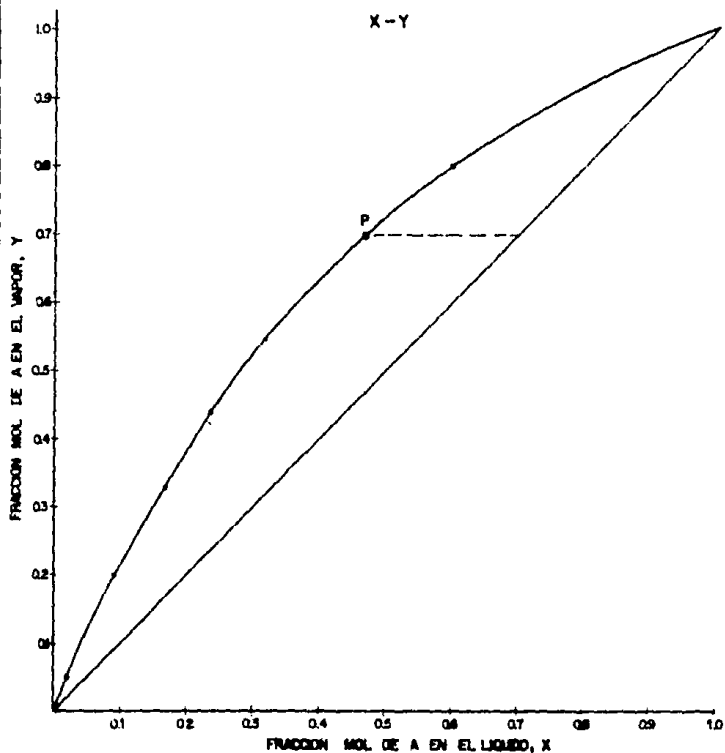
$$\alpha = \frac{Y^* (1 - X)}{X (1 - Y^*)} \quad (I.12)$$

FIGURA I.2

SISTEMA BENCENO—TOLUENO

586 mmHg.

X-Y



Para $\alpha = 1.0$, la separación no es posible ya que ambas fases tienen la misma composición.

Mientras mayor sea α con respecto a la unidad mayor será el grado de separación.

I.1.4 Sistemas Binarios no Ideales

Para la mayoría de las mezclas, la presión total obtenida experimentalmente para una temperatura determinada es distinta de la prevista por la ley de Raoult. A las soluciones que no siguen esta ley, se les denominan soluciones no ideales. Cuando el valor de la presión total es mayor que el ideal se le llama desviación positiva, si el valor de ésta es menor se dice que es una desviación negativa, siendo más abundantes las mezclas con desviaciones positivas. Sin embargo, cuando la concentración de un componente se aproxima a la unidad, su comportamiento se acerca al previsto por la ley de Raoult; por tanto, en disoluciones muy concentradas, esta ley se puede aplicar como límite al componente que se halla en mayor proporción.

Si se trata de mezclas diluidas para el componente que se encuentra en menor proporción, se puede aplicar la ley de Henry, según la cual, la presión de un componente en el vapor es proporcional a su concentración en el líquido:

$$P_A = C X_A \quad (I.13)$$

Donde:

C = Constante de Henry.

Comparando el intervalo de aplicación de estas dos leyes, podemos decir que la ley de Raoult es aplicable al disolvente, y la de Henry es aplicable al soluto.

El comportamiento no ideal de una mezcla se manifiesta porque el volumen molar parcial de cada componente no se conserva al momento de la mezcla y por los calores de mezcla cuando los componentes puros son mezclados a temperatura y presión constante.

A. Fase Líquida no Ideal - Fase Vapor Ideal

Las desviaciones del comportamiento ideal se pueden tratar introduciendo un coeficiente de corrección para la fase líquida en las ecuaciones del comportamiento ideal (I.5) y (I.6), el cual es llamado coeficiente de actividad γ .

$$P_T = \gamma_A X_A P_A^0 + \gamma_B X_B P_B^0 \quad (I.14)$$

$$Y_A^* = \frac{\bar{P}_A}{P_T} ; \quad Y_B^* = \frac{\bar{P}_B}{P_T}$$

$$Y_A^* = \frac{V_A X_A P_A^0}{P_T}; \quad Y_B^* = \frac{V_B X_B \bar{P}_B}{P_T} \quad (I.15)$$

Los coeficientes de actividad V_A y V_B , varían con la concentración y en cada caso son ambos mayores o menores que la unidad para la mezcla e igual a 1 para compuestos puros. En el primer caso, la presión parcial de los componentes es mayor que la que predice la ley de Raoult, y se habla de desviaciones positivas -- respecto de esta ley. En el segundo, menos frecuente, las desviaciones son negativas. La denominación corresponde al signo de -- log V , que es la magnitud usualmente empleada en los cálculos.

En general, al aumentar la temperatura los coeficientes de actividad se aproximan a la unidad acercándose al comportamiento que predice la ley de Raoult.

Una de las formas para evaluar el coeficiente de actividad es por medio de la ecuación de Van Laar:

$$\log V_1 = \frac{A_{12}}{\left(1 + \frac{A_{21} \cdot X_2}{A_{12} \cdot X_1}\right)^2} \quad (I.16)$$

$$\log V_2 = \frac{A_{21}}{\left(1 + \frac{A_{21} \cdot X_2}{A_{12} \cdot X_1}\right)^2} \quad (I.17)$$

Donde:

$$X_1 = 0;$$

$\log V_1^\infty = A_{12}$ = Coeficiente de actividad a dilución infinita del componente 1 en el componente 2.

$X_2 = 0$; $\log \gamma_2^\infty = A_{21}$ = Coeficiente de actividad a dilución infinita del componente 2 en el componente 1.

Esta ecuación se aplica a sistemas no simétricos, es decir, aquellos que presentan un comportamiento como el que se muestra en la Figura (I.3).

A partir de los coeficientes de actividad a dilución infinita es posible calcular el coeficiente de actividad para una composición dada.

Para sistemas que presentan un comportamiento simétrico como el que se muestra en la Figura (I.4), podemos utilizar para el cálculo la ecuación de Margules que establece que:

$$\log \gamma_1 = X_2^2 [B_{12} + 2X_1 (B_{21} - B_{12})] \quad (I.18)$$

$$\log \gamma_2 = X_1^2 [B_{21} + 2X_2 (B_{12} - B_{21})] \quad (I.19)$$

$$B_{12} = A_{12}; \quad B_{21} = A_{21}; \quad X = \text{Fracción Mbl de 1 y 2}$$

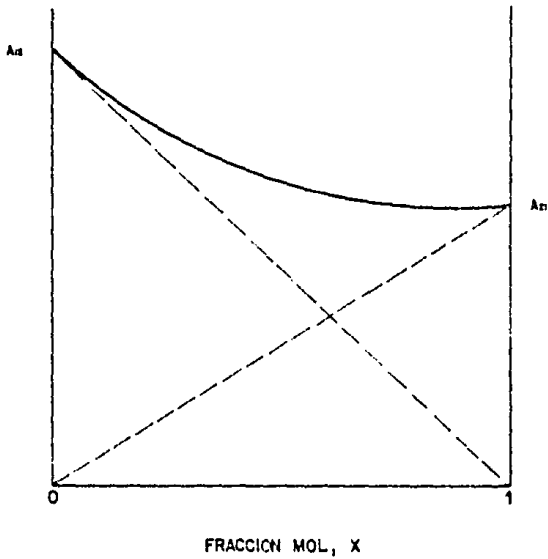
Como se observa, para poder encontrar los coeficientes de actividad a las diferentes concentraciones hay que contar con los coeficientes de actividad a dilución infinita. Estos valores generalmente se pueden encontrar en la literatura.

Para sistemas que presentan un azeótropo, es posible evaluarlos de la siguiente manera:

En el punto azeotrópico: $X = Y$

FIGURA I.3

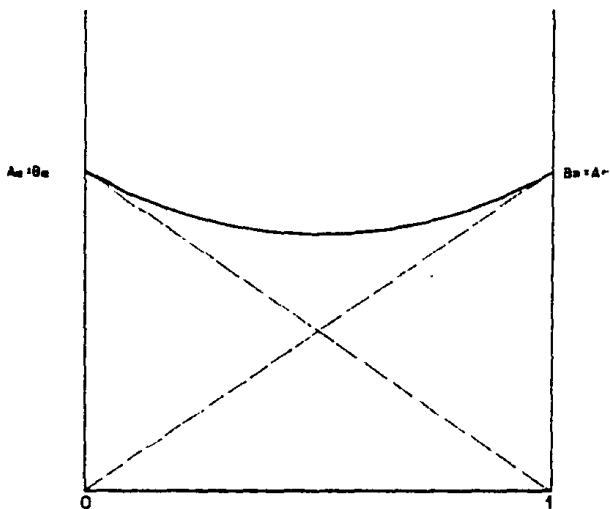
SISTEMAS NO SIMÉTRICOS



A_2 ES DIFERENTE DE A_1

FIGURA I.4

SISTEMAS SIMETRICOS.



FRACCION MOL, X

$$A_2 = A_1$$

Lo cual quiere decir que:

$$P_{iL} = P_i^{\circ} \cdot X_i \gamma_i \dots\dots\dots \text{ Fase líquida}$$

$$P_{iG} = P_T Y_i \dots\dots\dots \text{ Fase gaseosa}$$

P_{iG} = Presión parcial del componente i en la fase gaseosa.

P_{iL} = Presión parcial del componente i en la fase líquida.

$$P_{iG} = P_{iL}$$

Entonces:

$$P_i^{\circ} X_i \gamma_i = P_T Y_i$$

$$\gamma_1 = \frac{P_T}{P_i^{\circ}} ; \quad \gamma_2 = \frac{P_T}{P_i^{\circ}} \quad (1.20)$$

De ahí, que a partir de estos datos se pueden obtener las constantes A_{12} y A_{21} :

$$A_{12} = \log \gamma_1 \left[1 + \frac{X_2}{X_1} \frac{\log \gamma_2}{\log \gamma_1} \right]^2 \quad (1.21)$$

$$A_{21} = \log \gamma_2 \left[1 + \frac{X_1}{X_2} \frac{\log \gamma_1}{\log \gamma_2} \right]^2 \quad (1.22)$$

A.1 Ejemplo

Calcule las constantes de Van Laar (coeficiente de actividad a dilución infinita). Elabore las gráficas $\log \gamma - X$, $Y - X$ y $T - X$. Para el sistema etanol-agua que tiene un punto azeotrópico que corresponde a una composición 89.43% en mol de etanol a 1 atmósfera de presión y a una temperatura de 78.15 °C. Las constantes de Antoine del sistema son (25):

	A	B	C
ETANOL	8.16290	1623.220	228.98
AGUA	7.96681	1668.210	228.

Planteamiento:

- 1) Calcule la presión de vapor P^o de ambos componentes a partir de la ecuación de Antoine a la temperatura del punto azeotrópico.
- 2) En el punto azeotrópico

$$\gamma_1 = \frac{P_1}{P_1^o}; \quad \gamma_2 = \frac{P_2}{P_2^o}$$

- 3) Calcule a partir de estos datos el coeficiente de dilución infinita

$$A_{12} = \log \gamma_1 \left[1 + \frac{X_2}{X_1} \cdot \frac{\log \gamma_2}{\log \gamma_1} \right]^2$$

$$A_{21} = \log \gamma_2 \left[1 + \frac{X_1}{X_2} \cdot \frac{\log \gamma_1}{\log \gamma_2} \right]^2$$

4) Se calcula:

$$P_i G = P_T Y_i$$

$$Y_i = \frac{P_i X_i \gamma_i}{P_T}$$

para lo cual, se deberá contar con la temperatura de ebullición. El cálculo de esta temperatura se puede realizar de la siguiente manera:

- Fije la composición
- Suponga una temperatura de ebullición
- Calcule la presión de ambos componentes
- Con γ , la composición y las presiones de vapor calculadas a la temperatura supuesta de ebullición sustituya en la siguiente ecuación:

$$P_T = P_1^0 X_1 \gamma_1 + P_2^0 X_2 \gamma_2$$

Si la presión total obtenida es igual a la del sistema, la temperatura de ebullición supuesta es correcta, si no, deberá suponerse una nueva temperatura y repetirse los cálculos anteriores.

Cálculos:

1 = Etanol; 2 = Agua

T = 78.15 °C X₁ = 0.8943; X₂ = 0.1057

P_T = 760 mmHg

$$1) \log P_{\text{ETOH}}^{\circ} = 8.16290 - \frac{1623.220}{228.98 + T}$$

$$P_{\text{ETOH}}^{\circ} [\text{ mmHg }] = 754.7036$$

$$\log P_{\text{H}_2\text{O}}^{\circ} = 7.96681 - \frac{1668.210}{228 + T}$$

$$P_{\text{H}_2\text{O}}^{\circ} = 329.46889 \text{ mmHg}$$

$$2) \gamma_1 = \frac{760}{754.7036} = 1.0070178$$

$$\log \gamma_1 = 0.0030371$$

$$\gamma_2 = \frac{760}{329.46889} = 2.30674$$

$$\log \gamma_2 = 0.362999$$

$$3) A_{12} = 0.0030371 \left[1 + \left(\frac{0.1057}{0.8943} \right) \left(\frac{0.3629}{0.0030371} \right) \right]^2$$

$$A_{12} = 0.6949$$

$$A_{21} = 0.362999 \left[1 + \left(\frac{0.8943}{0.1057} \right) \left(\frac{0.0030371}{0.362999} \right) \right]^2$$

$$A_{21} = 0.4162$$

- 4) Cálculo de la temperatura de ebullición, se realizarán los cálculos para las composiciones: 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.8943.

a) Para $X_1 = 0.1$

b) Temperatura supuesta = 88 °C

$$c) \log P_{\text{ETOH}}^{\circ} = 8.16290 - \frac{1623.220}{228.98 + 88} =$$

$$P_{\text{ETOH}}^{\circ} = 1101.562$$

$$\log P_{\text{H}_2\text{O}}^{\circ} = 7.96681 - \frac{1668.21}{228 + 88} =$$

$$P_{\text{H}_2\text{O}}^{\circ} = 487.152$$

$$\log \gamma_1 = \frac{0.6949}{\left[1 + \left(\frac{X_1}{X_2} \right) \left(\frac{0.6949}{0.4162} \right) \right]^2}$$

$$\log \gamma_1 = \frac{0.6949}{\left[1 + \left(\frac{0.1}{0.9} \right) \left(\frac{0.6949}{0.4162} \right) \right]^2} = 0.4944$$

$$\log \gamma_2 = \frac{0.4162}{\left[1 + \left(\frac{X_2}{X_1} \right) \left(\frac{0.4162}{0.6949} \right) \right]^2} =$$

$$\log \gamma_2 = \frac{0.4162}{\left[1 + \left(\frac{0.9}{0.1} \right) \left(\frac{0.4162}{0.6949} \right) \right]^2} = 0.0102$$

$$\gamma_1 = 3.1220; \quad \gamma_2 = 1.0237$$

$$5) P_T = P_1^o \gamma_1 X_1 + P_2^o \gamma_2 X_2$$

$$P_T = (3.1220) (1101.562) (0.1) + (1.0237) (487.152) (0.9)$$

$$P_T = 792.735 \text{ mmHg}$$

La presión total es muy alta, por lo tanto, la temperatura supuesta debe disminuir.

Cálculo con la nueva temperatura supuesta

a) $X = 0.1$

b) Temperatura supuesta = 86.9 °C

c) $\log P_{\text{ETOH}}^{\circ} = 8.16290 - \frac{1623.220}{228.98 + 86.9}$

$$P_{\text{ETOH}}^{\circ} = 1057.2469$$

$$\log P_{\text{H}_2\text{O}}^{\circ} = 7.96681 - \frac{1668.21}{228 + 86.9}$$

$$P_{\text{H}_2\text{O}}^{\circ} = 466.8996$$

$$\gamma_1 = 3.1220; \quad \gamma_2 = 1.0237$$

d) $P_T = (1057.2469) (3.1220) (0.1) + (466.8996) (1.0234) (0.9)$

$$P_T = 760.2640 \text{ mmHg}$$

El cálculo se considera correcto.

La composición de la fase vapor es:

$$Y_i = \frac{(1057) (3.1220) (0.1)}{760.2640} = 0.3778$$

Los cálculos se resumen en la Tabla I.2 y se presentan en las Figuras I.5, t - XY; Figura I.6, X - Y; Figura I.7, log \mathcal{V} - X.

B. Fase Líquida No Ideal - Fase Vapor No Ideal

Para este tipo de mezclas se requiere un criterio que establezca el equilibrio entre fases líquido-vapor para una temperatura y presión determinadas, de ahí que:

$$\hat{f}_i^V = \hat{f}_i^L \quad (1.23)$$

Donde:

$$i = 1, 2 \dots N$$

Para un componente en la mezcla vapor:

$$\hat{f}_i^V = Y_i \hat{\phi}_i P \quad (1.24)$$

Donde:

\hat{f}_i^V = Fugacidad del componente i en la fase vapor.

$\hat{\phi}_i$ = Coeficiente de fugacidad del componente i en la mezcla vapor.

$\hat{\phi}_i$ = $\phi(T, P, Y_1, Y_2 \dots Y_{N-1})$

P = Presión del sistema

TABLE 1.2

CALCULO DEL EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR UTILIZANDO LA ECUACION DE VAN LAAR

x_1	λ_1	P_1^{sat}	P_2^{sat}	$100 \cdot \gamma_1$	γ_1	$100 \cdot \gamma_2$	γ_2	P_{100}	P_{120}	P_1	18000	y_1
95.6	0.0160	1151.874	648.1109	0.6520	1.0079	0.0001	1.0009	133.7986	636.9950	760.1955	0.0255	0.1620
88.85	0.0721	1146.8550	503.2996	0.3143	3.3032	0.0057	1.0127	287.1187	4.23948	760.1093	0.0132	0.5778
80.9	0.1	1057.2169	466.8996	0.1911	3.1220	0.0107	1.0237	350.0737	130.1883	760.1640	0.0347	0.4312
83.25	0.2	926.6705	401.6683	0.3439	2.2136	0.0381	1.0867	408.8118	331.920	760.1338	0.0136	0.5372
81.6250	0.3	861.2799	379.2887	0.2301	1.7223	0.0721	1.1811	446.8230	343.6748	760.5018	0.0660	0.5873
80.60	0.4	831.003	363.9721	0.1536	1.3310	0.1133	1.2916	436.6766	281.9161	760.5728	0.0734	0.6251
79.80	0.5	805.4120	352.396	0.0973	1.251	0.1628	1.4548	401.0331	256.3282	760.4013	0.0528	0.6620
79.1313	0.6	781.527	342.9341	0.0606	1.1392	0.2126	1.6311	336.2206	223.7963	760.0169	0.0922	0.7035
78.6197	0.7	768.8587	333.8623	0.0390	1.0630	0.2633	1.8346	271.3667	181.8344	760.2111	0.0778	0.7508
78.27	0.80	758.2992	321.0973	0.0218	1.0275	0.3143	2.061	633.3363	136.2215	60.035	0.0966	0.8201
78.15	0.8013	754.2036	329.1689	0.0063	1.0070	0.3630	2.3067	679.6660	80.3306	60.9987	0.0902	0.8913
78.16	0.9	755.0027	329.6039	0.0027	1.0021	0.3638	2.32211	683.186	76.3329	60.7767	0.0372	0.899330
78.20	0.95	756.120	330.1116	0.0006	1.0013	0.3612	2.4612	719.161	40.6281	760.0925	0.0122	0.9168
78.25	0.97	757.76	330.8213	0.0002	1.000	0.3617	2.5188	732.357	21.9693	60.3556	0.0168	0.9671

FIGURA 1.5

SISTEMA ETANOL — AGUA.
TEMPERATURA — X, Y.
760 mmHg

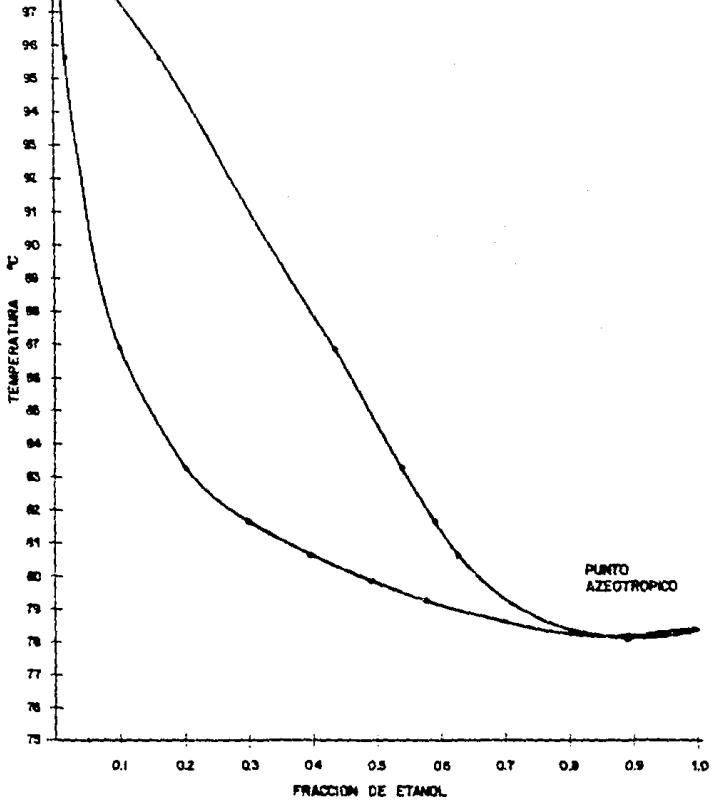


FIGURA I.6

SISTEMA ETANOL — AGUA

DIAGRAMA EQUILIBRIO X-Y

760 mm Hg.

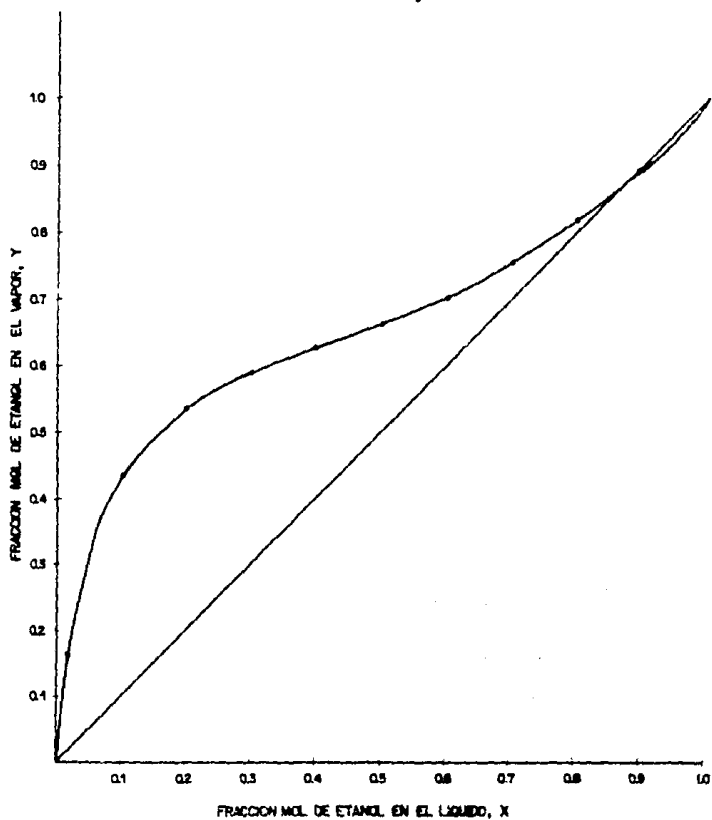
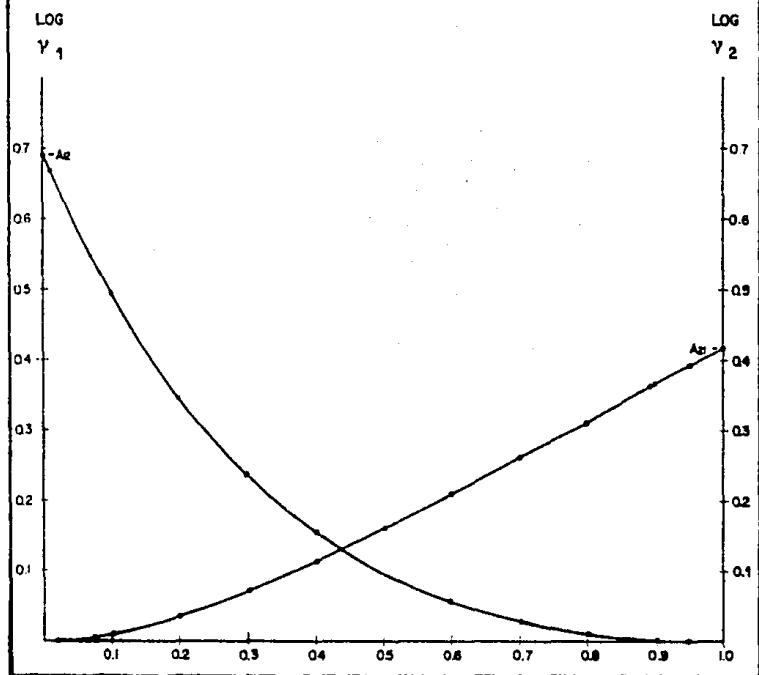


FIGURA I.7
SISTEMA ETANOL — AGUA
COEFICIENTE DE ACTIVIDAD
760 mmHg



Para un componente i en la fase líquida:

$$\hat{f}_i^L = X_i \gamma_i f_i^\circ \quad (I.25)$$

Donde:

\hat{f}_i^L = Fugacidad de i en la fase líquida

X_i = Composición de i en la mezcla líquido

γ_i = Coeficiente de actividad

γ_i = $\gamma(T, P, X_1, X_2, \dots, X_{N-1})$

f_i° = Coeficiente de fugacidad a condiciones estándar

f_i° = $f(T, P)$

Sustituyendo la ecuación (I.24) tenemos que:

$$Y_i = \frac{f_i^\circ X_i \gamma_i}{\phi_i P} \quad (I.26)$$

1.2 MEZCLAS AZEOTROPICAS

Cuando las desviaciones de la ley de Raoult son grandes y las presiones de vapor de los componentes no están muy alejadas entre sí, las curvas de presión total puede presentar un máximo o un mínimo.

En el caso de las desviaciones positivas, las curvas de presión total a temperatura constante aumentan a través de un máximo a cierta concentración como en la Figura 1.8.

Se dice que una mezcla de este tipo forma un azeótropo o mezcla con punto de ebullición constante.

Las curvas de composición del líquido y el vapor son tangentes entre sí en el punto azeotrópico a una presión constante donde se representa la temperatura mínima de ebullición del sistema. El significado de lo anterior se comprende más fácilmente si se estudia el diagrama a presión constante, Figura 1.9.

En una mezcla azeotrópica, la composición del vapor es idéntica a la del líquido y en consecuencia ebulle a una temperatura constante y sin cambio en la composición.

Este tipo de soluciones no pueden separarse mediante los métodos ordinarios de separación y dado que, la composición azeotrópica y su punto de ebullición cambian con la presión en algunos casos variando ésta, se puede desplazar el azeotropismo del sistema.

En el caso de que las desviaciones con respecto a la idealidad sean negativas, la curva de presión total contra composición disminuirá a través de un mínimo Figura 1.10. Esta condición da lu

FIGURA I.8

AZEOTROPO A TEMPERATURA CONSTANTE
PARA DESVIACIONES POSITIVAS DE LA LEY
DE RAULT.

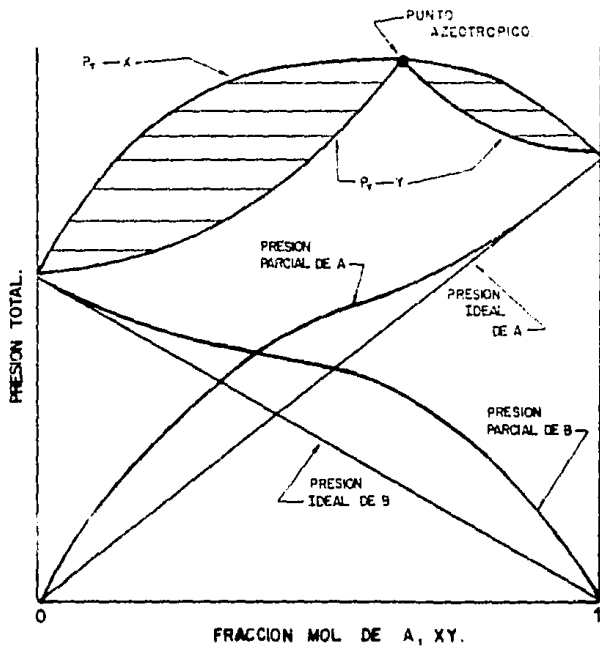


FIGURA 2.9
DIAGRAMA A PRESION CONSTANTE
PUNTO DE EBULLICION MINIMO

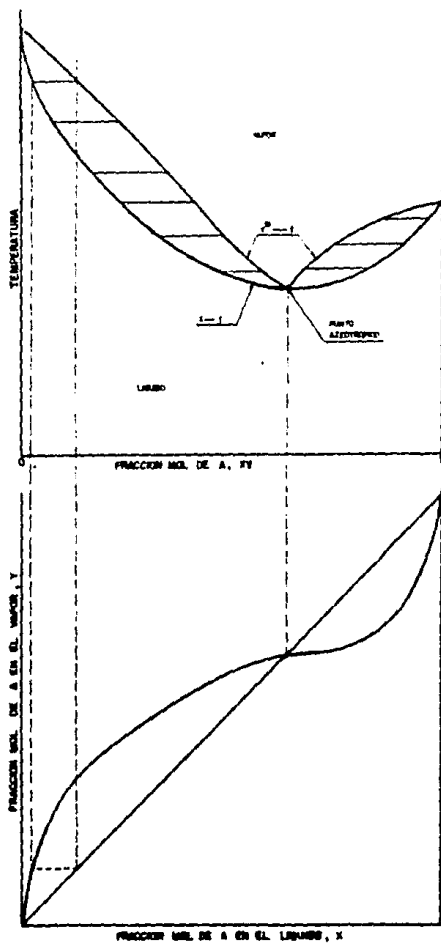
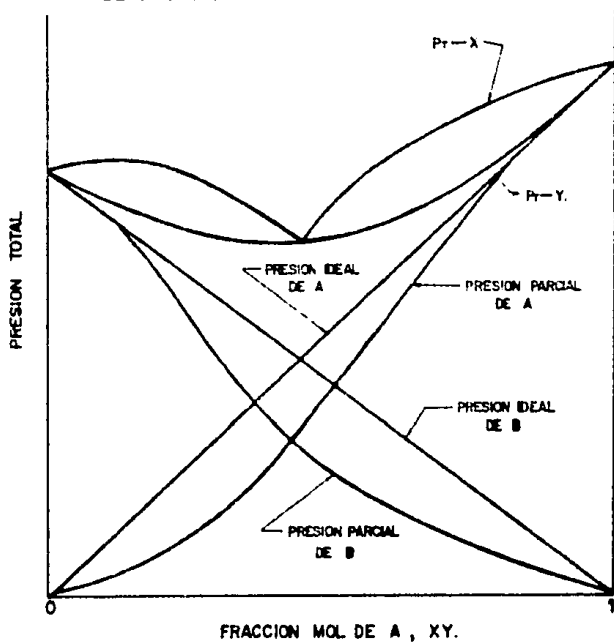


FIGURA I.10

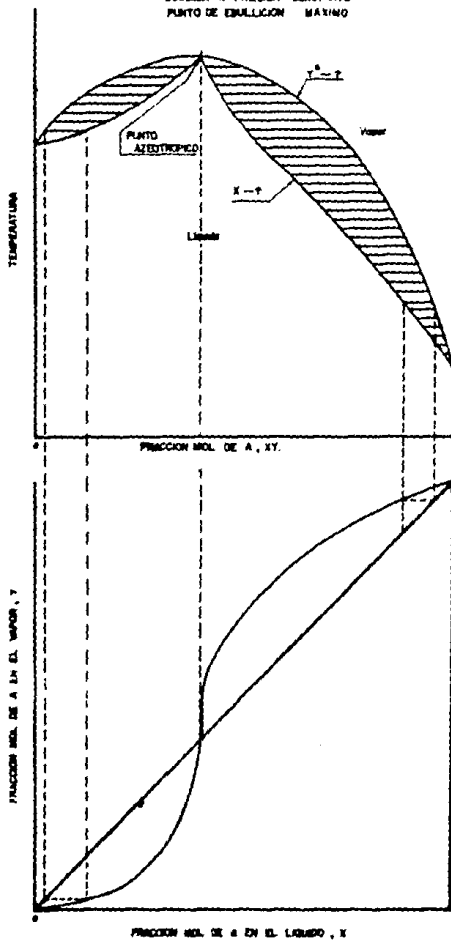
AZEOTRPO A TEMPERATURA CONSTANTE
PARA DESVIACIONES NEGATIVAS DE LA LEY
DE RAULT.



lugar a un máximo en las temperaturas de ebullición Figura 1.11 y se forma un azeótropo.

En la práctica se ha encontrado que los azeótropos de punto de ebullición máximo son menos frecuentes que los de punto de ebullición mínimo.

FIGURA I.11
DIAGRAMA A PRESION CONSTANTE
PUNTO DE EBULLICION MAXIMO



I.3 FRACCIONAMIENTO

El proceso de destilación más empleado para separar entre sí líquidos volátiles es el de fraccionamiento. El equipo para esta operación es tá constituido por tres partes integradas; un rehervidor (en el cual se generan vapores), una columna de platos o columna empacada (dispositivo de contacto líquido-vapor) y un condensador de vapores (cambiado de calor enfriado por agua o refrigerante), Figura 1.12.

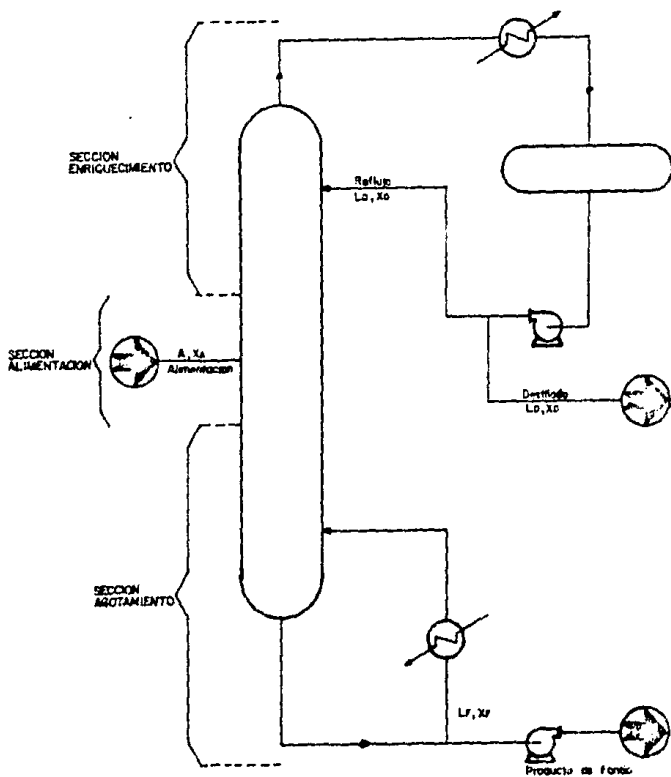
El fraccionamiento o destilación por etapas con reflujo, puede considerarse como un proceso en el cual se lleva a cabo una serie de etapas de vaporización, de tal manera que los productos de vapor y líquido de cada etapa fluyen a contracorriente. El líquido de una etapa fluye a la etapa inferior y el vapor de ésta fluye hacia arriba, a la etapa superior. Por consiguiente, a cada etapa entra una corriente de vapor G y una corriente líquida L, que se mezclan y tienden al equilibrio. El flujo de vapores es causado por una diferencia de presión entre el fondo de la columna -donde se genera el vapor- y el domo de la columna donde se condensa éste.

La corriente de vapor generada en el rehervidor al ascender por la columna se va enriqueciendo en el componente más volátil de la mezcla - que se está fraccionando. Esta corriente de vapor es condensada y -- una parte del condensado se regresa hacia la torre, lo que constituye el reflujo.

Al descender el líquido se empobrece en el componente más volátil, en riqueciéndose en él más (o los más) pesados.

Al líquido enriquecido en el componente menos volátil se le llama residuo o producto de fondo. Dentro de la columna los líquidos y los vapores siempre están en sus puntos de burbuja y de rocío, respectiva

Figura 1.12
SECCIONES DE UNA COLUMNA DE FRACCIONAMIENTO



mente, de manera que la temperatura más elevada se encuentra en el fondo y la menor en la parte superior.

La función más importante de una columna es la de poner en contacto íntimo a la corriente de líquido que desciende con la corriente de vapor que asciende y lograr que se alcance el equilibrio. Dado que la velocidad de transferencia de masa aumenta en proporción al área de contacto entre las fases, se trata de crear una interfase líquido-vapor lo más grande posible. Como la principal resistencia a la transferencia de masa en la mayoría de los procesos de destilación se encuentra en la fase vapor, es necesario contar con un mecanismo que haga burbujear el vapor en el líquido, y de esta manera obtener una mayor área de contacto entre las fases. Para ello se emplean una gran variedad de unidades de contacto líquido-vapor, como son diferentes tipos de empaques y platos.

Sin embargo, la combinación del dispositivo de contacto, las condiciones de operación y las características del sistema, raramente producen el 100% de eficiencia, es decir, difícilmente se alcanza el equilibrio, lo que ocasiona que el número de etapas reales para llevar a cabo una determinada separación es considerablemente más grande que el número de etapas teóricas.

1.3.1 Cálculo del Número de Platos Teóricos

El cálculo del número de platos teóricos se realiza a partir de los datos de equilibrio líquido-vapor y la composición requerida de los productos mediante el método de McCabe-Thiele. Este método es útil para la mayoría de los fines, excepto cuando las pérdidas de calor o los calores de solución son extraordinariamente grandes. Lo adecuado del método depende de que como aproximación, las líneas de operación sobre el

diagrama X - Y, puedan considerarse rectas para cada sección de un fraccionador entre los puntos de alimentación o extracción de corrientes.

Existe otro método llamado Ponchon y Savarit, éste puede usarse en todos los casos, pero requiere de datos detallados de entalpia para su aplicación. Sin embargo, si los datos del sistema no son los suficientes, se deben hacer aproximaciones a partir de la información disponible, por lo cual se pierde mucha de la exactitud del método.

Las secciones de una columna de fraccionamiento se dividen en tres partes, Figura 1.12, que se denominan:

Sección de Alimentación que es en la que se introduce la mezcla a destilar; Sección de Rectificación en la que se eliminan los compuestos pesados del destilado y que se encuentra por arriba de la alimentación; y por último, la Sección por debajo de la alimentación, a la cual se le denomina de Agotamiento, y en la que se eliminan los ligeros del residuo. Llamando a la alimentación L_A al destilado L_D al fondo L_F , y siendo las composiciones molares del componente más volátil en esas corrientes X_A , X_D , y X_F , respectivamente, se pueden establecer los balances para el sistema.

A. Balance de Materia

Balance Total

$$L_A = L_D + L_F \quad (1.27)$$

Balance del Componente más Volátil

$$L_A X_A = L_D X_D + L_F X_F \quad (1.28)$$

Balance de Energía

Despreciando las pérdidas de calor:

$$Q_{\text{rehervidor}} + H_A L_A = H_D L_D + L_F H_F + Q_{\text{condensador}} \quad (\text{I.29})$$

A.1 Sección de Enriquecimiento

Considérese una sección del fraccionador por arriba del punto de alimentación, como la que se muestra en la Figura 1.13. Para identificar las corrientes de esta sección, se utiliza el subíndice n, los balances de materia para esta sección son:

Balance Total

$$G_{n+1} = L_D + L_n \quad (\text{I.30})$$

Balance para el Componente más Volátil

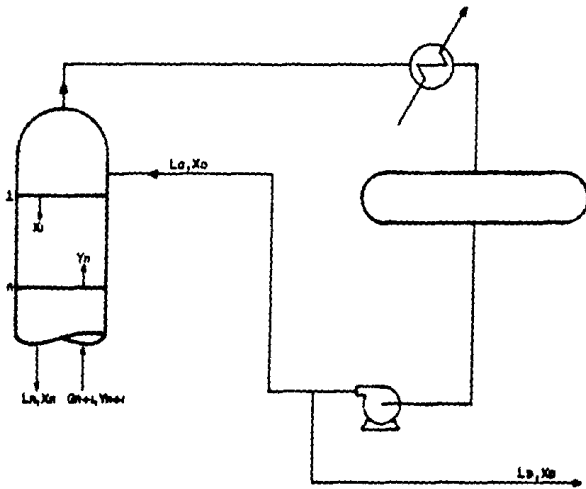
$$G_{n+1} Y_{n+1} = L_D X_D + L_n X_n \quad (\text{I.31})$$

Acomodando la ecuación:

$$G_{n+1} Y_{n+1} - L_n X = DX_D \quad (\text{I.32})$$

Figura I.13

SECCION DE ENRIQUECIMIENTO



El lado izquierdo de la ecuación (I.32), representa la diferencia en el flujo del componente más volátil, de arriba hacia abajo o flujo neto hacia arriba. Puesto que el lado derecho es constante para una destilación determinada, el flujo neto hacia arriba es constante, independientemente del número de platos en esta sección de la columna; además, es igual al flujo que se obtiene como producto en la parte superior de la columna.

De la ecuación (I.32) despejando se obtiene:

$$Y_{n+1} = \frac{L_n X_n}{G_{n+1}} + \frac{LD X_D}{G_{n+1}} \quad (I.33)$$

A.2 Sección de Agotamiento

En la sección de agotamiento se utiliza el subíndice m para identificar las corrientes. Si se realiza el balance de materia para esta sección, Figura I.14, se obtiene que:

Balance Total

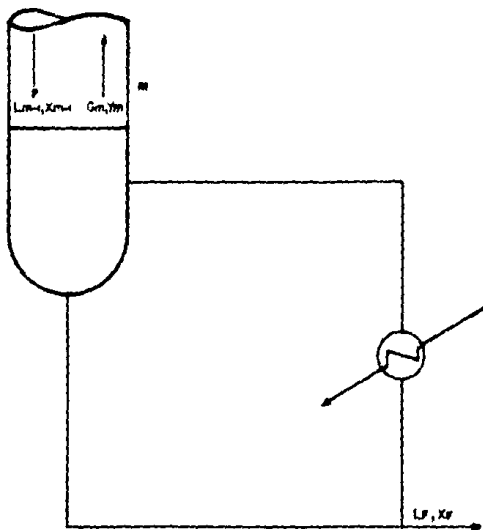
$$L_{m-1} = L_F + G_m \quad (I.34)$$

Balance para el Componente más Volátil:

$$L_{m-1} X_{m-1} = L_F X_F + G_m Y_m \quad (I.35)$$

Figura I.14

SECCION DE AGOTAMIENTO



Arreglando la ecuación

$$L_{m-1} X_{m-1} - G_m Y_m = L_F X_F \quad (I.36)$$

El lado izquierdo de la ecuación (I.36) representa la diferencia en el flujo del componente más volátil, de abajo hacia arriba, o el flujo neto hacia abajo. Y que el lado derecho es constante para una cierta destilación, la diferencia es independiente del número de platos de esta sección de la columna e igual al flujo que se obtiene como producto de fondo.

Despejando Y_m de la ecuación (I.35) tenemos que:

$$Y_m = \frac{L_{m-1} X_{m-1}}{G_m} - \frac{L_F X_F}{G_m} \quad (I.37)$$

Las ecuaciones anteriores que se desarrollaron para las secciones de enriquecimiento y agotamiento, relaciona la concentración del vapor procedente de una etapa con la del líquido que llega a ella y que viene de la etapa o plato inmediatamente superior. Estas ecuaciones reciben el nombre de líneas de operación.

En general, G_{n+1} y L_n varían a lo largo de la columna. La relación entre ambos se establece mediante el balance de entalpia del plato correspondiente.

Haciendo el balance para el plato n:

$$G_{n+1} H_{n+1} + L_{n-1} H_{n-1} = G_n H_n + L_n H_n + Q_p + H_m \quad (I.38)$$

En donde la H representa la entalpia, ΔH_m el calor de mezclado y Q_p el calor perdido.

Si L_n y L_{n-1} no son constantes las líneas de operación son curvas. Sin embargo, en muchas situaciones L_n y L_{n-1} no varían, esto sucede si se reunen las siguientes condiciones:

- 1) No hay pérdidas de calor al exterior, lo cual se logra mediante el aislamiento térmico.
- 2) No hay calor de mezcla; lo que sucede si los sistemas son ideales, es decir, no presentan calores de disolución elevados.
- 3) El calor de vaporización es constante e independiente de la composición, esto es posible si se trabaja con compuestos químicamente similares, de puntos de ebullición cercanos y que por lo tanto tienen calores latentes semejantes. Si se acepta que los calores latentes de los componentes A y B que se están destilando son iguales, el calor de vaporización de una mol de cualquier mezcla A y B es independiente de la concentración, y por lo tanto:

$$L_n = L_{n+1} \quad (I.39)$$

$$G_n = G_{n+1} \quad (I.40)$$

$$L_n = L_{n-1} \quad (I.41)$$

Indicando que cuando se evapora una mol de mezcla líquida se debe condensar una mol de mezcla gaseosa.

B. Método McCabe-Thiele

Cuando se presentan las condiciones anteriores se puede aplicar el método de McCabe-Thiele para el cálculo del número de platos ideales necesarios para una determinada separación. - Este es un método gráfico en que las líneas de equilibrio se trazan junto con las líneas de operación en una gráfica X - Y. El plato ideal se define como aquel en el que la composición promedio de vapor está en equilibrio con la composición promedio que abandona el plato.

Como se puede considerar que:

$$\frac{L_n}{G_{n+1}} = \text{constante} \quad \text{y} \quad \frac{L_{n-1}}{G_n} = \text{constante}$$

Las ecuaciones

$$Y_{n+1} = \frac{L_n X_n}{G_{n+1}} + \frac{L_D X_D}{G_{n+1}} \quad (I.33)$$

$$Y_m = \frac{L_{m-1} X_{m-1}}{G_m} - \frac{L_F X_F}{G_m} \quad (1.37)$$

representan líneas rectas.

B.1 Sección de Enriquecimiento

De acuerdo con lo desarrollado anteriormente, la ecuación de la línea de operación de esta sección es:

$$Y_{n+1} = \frac{L X_n}{G_{n+1}} + \frac{L_D X_D}{G_{n+1}}$$

Definiendo a R como reflujo externo e igual a $\frac{L_0}{L_D}$

Entonces la ecuación (1.30) queda como:

$$G_{n+1} = R L_D + L_D = L_D (R + 1)$$

De ahí, que la ecuación (1.33) se puede escribir como:

$$Y_{n+1} = \frac{R X_n}{R+1} + \frac{X_D}{R+1} \quad (1.42)$$

La ecuación (1.42) y la (1.33) son diferentes representaciones de la línea de operación de la sección de ---

enriquecimiento y son las de una línea recta sobre las coordenadas

X, Y de pendiente $\frac{L_n}{G_{n+1}} = \frac{R}{(R+1)}$ y una ordenada al

origen igual a $\frac{X_D}{(R+1)} = \frac{L_D X_D}{G_{n+1}}$

Si hacemos $X_n = X_D$

$$Y_{n+1} = \frac{L_n X_D}{G_{n+1}} + \frac{L_D X_D}{G_{n+1}} = \frac{X_D (L_n + L_D)}{G_{n+1}}$$

$$Y_{n+1} = X_D \frac{(L_n + L_D)}{G_{n+1}} = X_D$$

De manera que la línea pasa a través del punto $Y = X = X_D$, sobre la diagonal de 45° .

Este punto, junto con la ordenada al origen, permite trazar la línea de operación de la sección de enriquecimiento que pasa por los siguientes puntos $(0, \frac{L_D}{G_{n+1}} X_D)$; (X_D, X_D) y con la pendiente $\frac{L_n}{G_{n+1}} = \frac{R}{R+1}$.

Esto se observa en la Figura I.15.

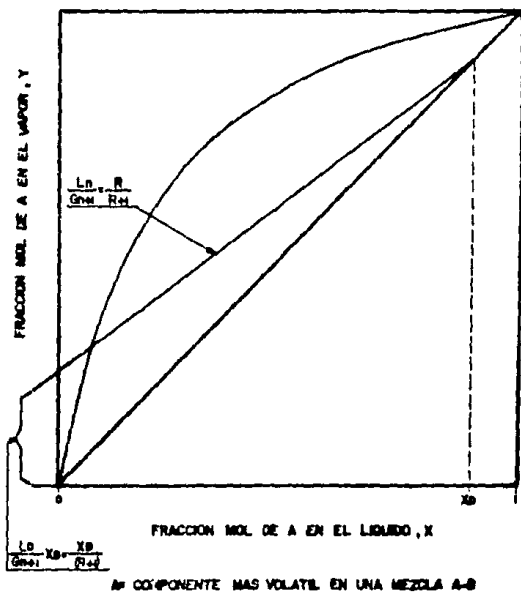
B.2 Sección de Agotamiento

De la ecuación (I.37) tenemos que:

$$Y_m = \frac{L_{m-1} X_{m-1}}{G_m} - \frac{L_F X_F}{G_m}$$

Figura 2.15

METODO DE MCCABE—THIELE.
 LINEA DE OPERACION DE LA SECCION DE ENRIQUECIMIENTO



Además:

$$L_{m-1} = G_m + L_F$$

$$G_m = L_{m-1} - L_F$$

Entonces podemos escribir:

$$Y_m = \frac{L_{m-1}}{L_{m-1} - L_F} X_{m-1} - \frac{L_F X_F}{L_{m-1} - L_F} \quad (1.43)$$

Esta es la ecuación de una línea recta de pendiente --

$$\frac{L_{m-1}}{G_m} = \frac{L_{m-1}}{L_{m-1} - L_F} \quad \text{y puesto que cuando } X_{m-1} = X_F = Y_m$$

$$Y_m = \left[\frac{L_{m-1}}{G_m} - \frac{L_F}{G_m} \right] X_F = \left[\frac{L_{m-1} - L_F}{G_m} \right] X_F = X_F \quad (1.44)$$

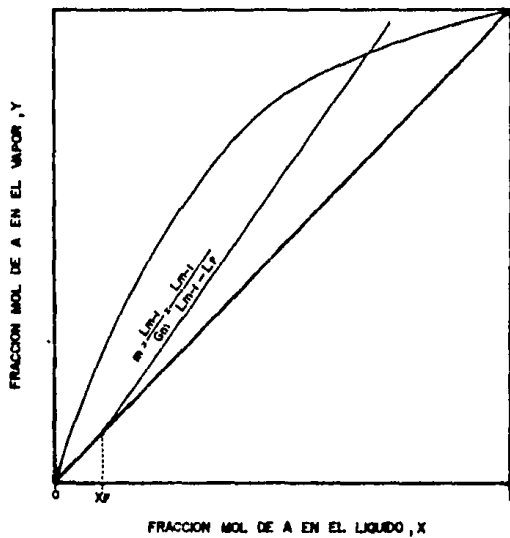
La línea de operación pasa a través de $X = Y$ sobre la diagonal de 45, Figura 1.16.

En el diagrama de McCabe-Thiele, si el vapor Y está en --- equilibrio con el residuo X, el primer plato representa el rehervidor.

La línea de operación deberá unirse a la línea de enriquecimiento en un punto que está determinado por las condiciones térmicas en que se introduce la alimentación.

Figura 1J6

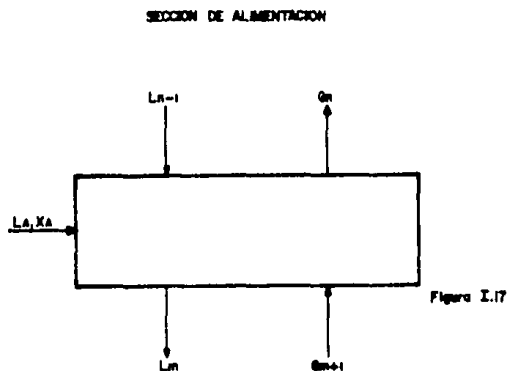
METODO DE McCABE—THIELE.
LINEA DE OPERACION DE LA SECCION DE AGOTAMIENTO



B.3 Sección de Alimentación

Al introducirse la mezcla de alimentación a la columna, las pendientes de las líneas de operación se modifican, ya que ésta puede estar en diferentes condiciones térmicas al momento de entrar a la columna, mientras que los flujos internos son líquidos saturados o vapores saturados.

La sección de alimentación se puede representar en un esquema como se muestra en la Figura I.17.



Haciendo el balance de materia:

$$L_A + L_{n-1} + G_{m+1} = G_n + L_m \quad (I.45)$$

Rearreglando la ecuación:

$$L_A + (L_{m-1} - L_m) = (G_n - G_{m+1}) \quad (I.46)$$

Del balance de calor se tiene que:

$$L_A H_A + L_{n-1} H_{n-1} + G_{m+1} H_{m+1} = G_n H_n + L_m H_m \quad (I.47)$$

De acuerdo con los principios de McCabe-Thiele, los calores latentes de A y B no dependen de las concentraciones y son muy parecidos entre sí.

Se tiene entonces que:

$$H_m = H_n$$

$$H_{n-1} = H_m$$

El balance queda:

$$L_A H_A = H_n (G_n - G_{m+1}) + H_m (L_m - L_{n-1})$$

Sustituyendo (I.46) en (I.50):

$$L_A H_A = H_n (L_A + (L_{n-1} - L_m)) + H_m (L_m - L_{n-1})$$

$$L_A (H_A - H_n) = (H_n - H_m) (L_{n-1} - L_m) \quad (I.51)$$

En el método de McCabe-Thiele se utiliza una cantidad llamada q para determinar el efecto de la alimentación sobre los flujos internos de la columna, que se define como:

$$q = \frac{\text{Calor necesario para convertir una mol alimentada a vapor saturado}}{\text{Calor molar de vaporización a la alimentación}}$$

Esto es:

$$q = \frac{H_n - H_A}{H_n - H_m} \quad (I.52)$$

La ecuación (I.52) y la (I.51) en la alimentación:

$$-qL_A = (L_{n-1} - L_m)$$

$$L_m = L_{n-1} + qL_A \quad (I.53)$$

Por lo tanto:

$$G_n = G_{n+1} + (1 - q) L_n \quad (I.54)$$

Análisis de los valores q :

$q > 1$ líquido subenfriado

$q = 1$ líquido saturado

$1 > q > 0$ alimentación parcialmente vaporizada

$q = 0$ vapor saturado

$q < 0$ vapor sobrecalentado

A continuación se muestra esquemáticamente el efecto de las condiciones térmicas en los flujos internos.

Líquido de enfriado, $\eta > 1$

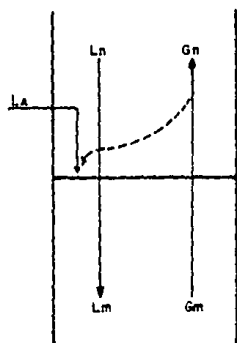


Figura 1.18

Sección de Enriquecimiento

Sección de Agotamiento

Líquido Saturado, $\eta = 1$

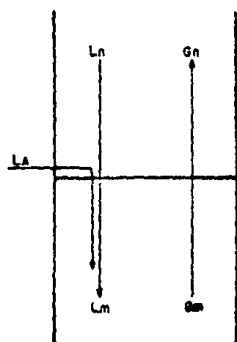


Figura 1.19

En L_n el líquido desciende sin condensar la corriente gaseosa

$$G_n = G_m$$

Alimentación Parcialmente Vaporizada, $1 > q > 0$

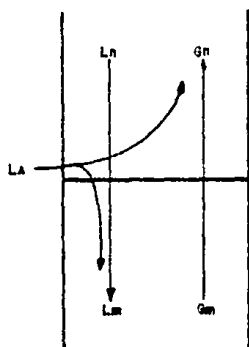


Figure I.20

La mezcla se distribuye en las corrientes de vapor y de líquido, aumentando la cantidad de éstas.

$$L_m > L_n$$

$$G_n > G_m$$

Vapor Saturado, $q = 0$

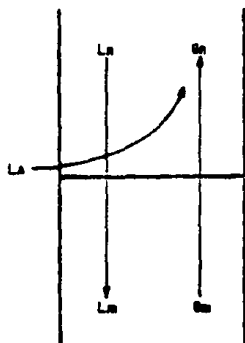


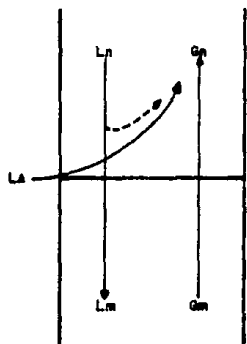
Figure I.21

El vapor asciende por la corriente gaseosa

$$G_n > G_m$$

$$L_n > L_m$$

Vapor Sobrecalentado, $q < 0$



La alimentación tiene más calor que el vapor saturado, por lo cual cede calor a la corriente líquida, la -- que se vaporiza

$$G_n > G_m$$

$$L_n > L_m$$

Figure 1.22

En el plato de la alimentación se unen la sección de enriquecimiento y la de agotamiento.

Para la sección de enriquecimiento:

$$Y_{n+1} = \frac{L_n X_n}{G_{n+1}} + \frac{L_D X_D}{G_{n+1}} \quad (I.33)$$

Para la sección de agotamiento:

$$Y_m = \frac{L_{m-1} X_{m-1}}{G_m} - \frac{L_F X_F}{G_m} \quad (I.37)$$

En el plato de alimentación:

$$Y_{n+1} = Y_m$$

$$X_n = X_{m-1}$$

Si restamos la ecuación (I.33) de (I.37):

$$(G_{n+1} - G_m) Y_m = (L_n - L_{m-1}) X_n + L_D X_D + L_F X_F$$

$$(G_{n+1} - G_m) = (1 - q) L_A$$

$$(L_n - L_{m-1}) = -q L_A$$

$$L_A X_A = L_D X_D + L_F X_F$$

Sustituyendo:

$$(1 - q) L_A Y_m = -q L_A X_A + L_A X_A$$

Arreglando la ecuación:

$$Y_m = \frac{q}{q-1} X_n - \frac{X_A}{q-1} \quad (1.55)$$

La cual establece todas las posibles líneas de intersección como se observa en la Figura 1.23.

LOCALIZACION DE LA LINEA q PARA LAS DIFERENTES CONDICIONES TERMICAS DE ALIMENTACION.

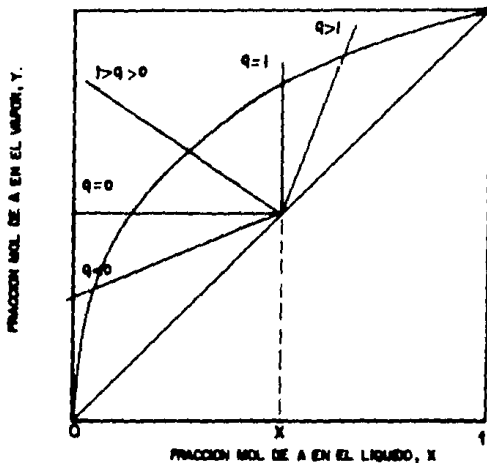


FIGURA 1.23

A continuación se presentan las etapas de construcción del diagrama para calcular el número de platos, por el método de McCabe-Thiele.

Primer paso en el diagrama de equilibrio se traza la línea de operación de la sección de enriquecimiento

$$Y_{n+1} = \frac{L_n X_n}{G_{n+1}} + \frac{L_D X_D}{G_{n+1}} \quad (1.35)$$

$$Y_{n+1} = \frac{R X_n}{R+1} + \frac{X_D}{R+1} \quad (1.45)$$

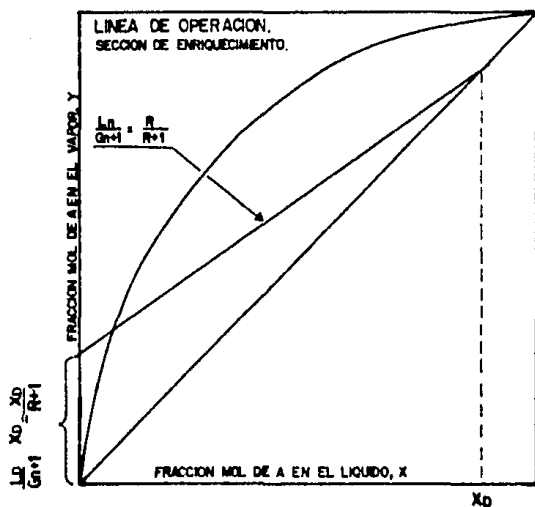


FIGURA 1.24

Segundo piso, se traza la línea de alimentación.

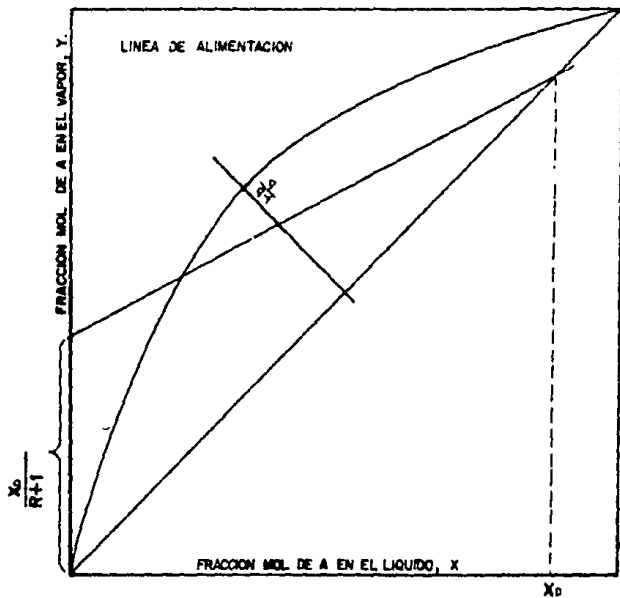


FIGURA I.25

Tercer paso, se traza la línea de agotamiento.

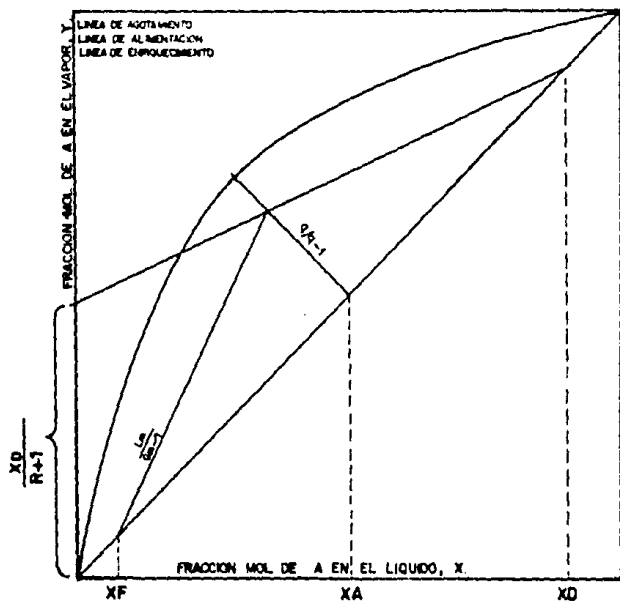


FIGURA I . 26

Cuarta etapa, una vez trazadas las líneas de operación sobre el diagrama de equilibrio, se procede a dibujar los platos teóricos, iniciando la composición del destilado (Figura 1.27).

El último plato corresponde al reñervidor.

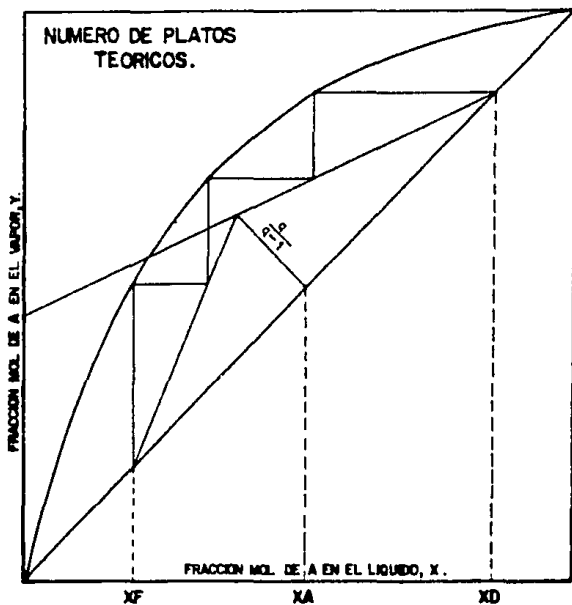


FIGURA I. 27

1.3.2 Reflujo Total y Míximo

Al destilar una mezcla, por regla general, se especifican las condiciones de la alimentación y las composiciones deseadas del destilado y del producto de fondo. Para ello, es necesario establecer el reflujo de operación que permita fijar las líneas de operación para la sección de enriquecimiento y de agotamiento.

El reflujo de operación se debe determinar entre condiciones límites del sistema.

Una de estas condiciones es la de reflujo total, es decir, cuando no se obtiene producto por el domo y todo el líquido condensado se regresa a la columna.

Con esta condición $L_D = 0$

Y por lo tanto: $G_{n+1} = L_n$

Y la línea de operación $Y_{n+1} = \frac{L_n X_n}{G_{n+1}} + \frac{L_D X_D}{G_{n+1}}$

$$Y_{n+1} = X_n$$

De acuerdo con las ecuaciones anteriores, la línea de operación de la sección de enriquecimiento, asume la línea diagonal de 45°.

El número de platos teóricos que se requiere se obtiene como se describió anteriormente, escalonando los platos desde la composición del destilado hasta alcanzar la composición del producto de fondo.

Como se observa en la Figura I.28, esto proporciona el número mínimo de platos que debe utilizarse para obtener -- cierta separación, pero ocasiona la carga térmica en el -- condensador y en el reboilidor máxima.

Esta condición de operación del reflujo total es muy fre-- ciente al iniciar la operación de una columna de destila-- ción.

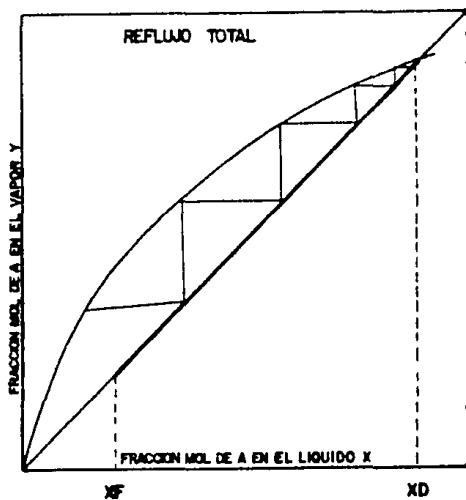
Otra condición límite es el reflujo mínimo. Esta se pre-- senta cuando las líneas de operación tocan a la línea de - equilibrio, produciendo un punto en donde las composición permanece constante de un plato a otro, por lo que el núme-- ro de platos requeridos se vuelve infinito. Esta condi-- ción se puede determinar gráficamente (Figura I.29).

En la condición de reflujo total, el número de platos es - mínimo, pero el diámetro de la columna es máximo, lo que - corresponde a un costo máximo de ésta y de servicios como son: vapor de calentamiento y agua requerida para la con-- densación.

En la condición de reflujo mínimo, el número de platos es máximo, lo que nuevamente produce un costo máximo. De --- acuerdo con lo anterior, el reflujo de operación se esta-- blece con base a consideraciones económicas.

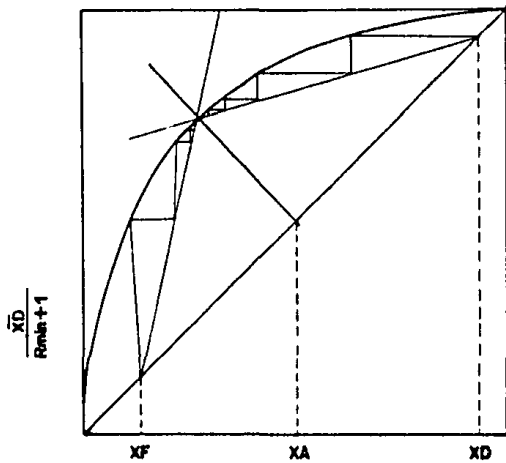
En la determinación del reflujo óptimo pueden usarse varios, criterios Van Winkle y Todd (36), propusieron una correlación en forma gráfica que relaciona el reflujo mínimo con el de operación y su relación con la separación efectuada. Con este método se obtienen valores de relación de reflujo óptimo de 1.2 a 1.5 veces el mínimo. Sin embargo, esta co-- rrelación se desarrolló cuando los costos de energía eran

FIGURA I. 28



REFLUJO MINIMO.

FIGURA I. 29



bajos con respecto a los actuales, si se consideran estos -
costos de energía el reflujo óptimo generalmente está en un
intervalo de 1.05 a 1.10 veces al reflujo mínimo (2).

I.4 COLUMNAS EMPACADAS

Las columnas empacadas se utilizan para establecer un contacto continuo entre un líquido y su vapor. Estas son columnas que se han llenado con un material al que se denomina empaque, que permite el contacto íntimo entre las fases al desplazarse el líquido sobre la superficie de éste en contra corriente con el vapor.

Estas columnas se emplearon en un principio para la experimentación en el laboratorio y han ido aplicándose cada vez más en operaciones a mayor escala, sus principales ventajas son la sencillez de construcción, aún construidas en materiales que no son atacados por la corrosión, y la baja pérdida de presión a lo largo de la torre, lo que hace su empleo adecuado para el fraccionamiento a presión reducida o en vacío.

El fraccionamiento en este tipo de columna es análoga a la de las columnas de platos, la diferencia radica en que hay una variación discontinua de las composiciones de líquido y vapor al pasar de plato a plato, mientras que en una columna empacada esta variación es continua a lo largo de la torre. Por esta razón, la teoría de la destilación en columnas empacadas es necesariamente distinta de la teoría ex puesta antes para una columna de platos.

En las columnas empacadas, la etapa teórica de separación se conoce como unidad de transferencia, la cual puede definirse como capaz de proporcionar un enriquecimiento de una de las fases igual a la fuerza motriz promedio que produce este enriquecimiento. La eficiencia del empaque debe considerarse como la altura del mismo que proporciona una separación equivalente a una unidad de transferencia HTU.

Las operaciones de destilación pueden ser expresadas en términos de relaciones de equilibrio y platos teóricos. Así, uno de los factores

que correlaciona estas variables para varios tipos de empaque es la altura equivalente a un plato teórico AEPT. Sin embargo, los datos para utilizar este concepto son extremadamente escasos y aparentemente existe mucha incertidumbre como para ser aplicados en forma general, por tal razón, el uso de AEPT no es muy común.

Los balances de materia y energía aplicados a las columnas de platos son igualmente aplicables a las de empaque, teniendo en cuenta que - en este caso hay que referirlos a un elemento diferencial de volumen limitado por dos secciones normales de la torre infinitamente próximas.

La relación entre la composición del vapor y la del líquido en un -- punto de la columna situado en la zona de rectificación viene dada - por:

$$Y_n = \frac{L_n}{G_n} X + \frac{L_D X_D}{G_n} \quad (I.56)$$

Donde:

Y = Composición del vapor.

L_n = Flujo molar del líquido en la sección de enriquecimiento.

G_n = Flujo molar del vapor en la sección de enriquecimiento.

L_D = Flujo molar de destilado.

X = Composición en el líquido.

X_D = Composición del destilado.

Si el punto se encuentra en la zona de agotamiento, entonces:

$$Y_m = \frac{L_m}{G_m} X - \frac{L_F}{G_m} X_F \quad (1.57)$$

Donde:

Y = Composición del vapor.

L_m = Flujo molar del líquido en la sección de agotamiento.

G_m = Flujo molar del vapor en la sección de agotamiento.

L_F = Flujo molar de producto en fondo.

X = Composición en el líquido.

X_F = Composición del producto en fondo.

Unidades de Transferencia

Efectuando un estudio del funcionamiento de una columna de empaque de acuerdo con el mecanismo de transferencia de masa entre fases, la altura Z de empaque, necesaria para efectuar una separación determinada, viene dada por el producto del número de unidades de -- transferencia, denominado N_{OG} , por la altura de la unidad de trans-- ferencia H_{OG} , que están expresados de la siguiente manera:

$$N_{OG} = \int_{Y_1}^{Y_2} \frac{dy}{y^* - y} \quad (1.58)$$

$$H_{OG} = \frac{G}{K_G \cdot a} \quad (I.59)$$

Donde:

N_{OG} = Número de unidades de transferencia de masa.

Y = Composición en la fase vapor.

Y^* = Composición del vapor en equilibrio.

H_{OG} = Altura de la unidad de transferencia.

G = Masa velocidad del vapor.

K_G = Coeficiente global para la fase vapor.

a = Area de superficie de empaque por unidad de volumen.

Si la mayor resistencia a la transferencia de masa se encuentra en la fase líquida, entonces:

$$N_{OL} = \int_{X_1}^{X_2} \frac{dx}{X - X^*} \quad (I.60)$$

$$H_{OL} = \frac{L}{K_L \cdot a} \quad (I.61)$$

Donde:

N_{OL} = Número de unidades de transferencia de masa.

X = Composición en la fase líquida.

X^* = Composición del líquido en equilibrio.

H_{OL} = Altura de la unidad de transferencia.

L = Masa velocidad del líquido.

K_L = Coeficiente global para la fase líquida.

a = Area de superficie de empaque por unidad de volumen.

Los coeficientes globales K_G y K_L , se relacionan con los coeficientes de transporte k_G y k_L y la pendiente de la curva de equilibrio, por las expresiones:

$$\frac{1}{K_G} = \frac{1}{k_G} + \frac{m}{k_L} \quad (I.62)$$

$$\frac{1}{K_L} = \frac{1}{k_L} + \frac{1}{m k_G} \quad (I.63)$$

La transferencia de masa se define en función de la fase controlante. Si esencialmente toda la resistencia a la transferencia de masa está en la fase gas, esto significa usualmente que el gas es muy soluble - en o reacciona con el líquido del sistema. Si en el sistema la fase del líquido controla, el gas es relativamente insoluble en el líquido.

Con el objeto de tener una guía, se presenta la información de diferentes sistemas en la Tabla I.3.

En destilación el número de unidades de transferencia, usualmente se calcula con base a los cambios de composición que se presentan en la fase vapor, a pesar de que existe una considerable resistencia a la transferencia en la fase líquida (22).

T A B L A I.3

F A S E C O N T R O L A N T E

F A S E V A P O R

1. Absorción de amoníaco en agua
2. Absorción de amoníaco en amoníaco en solución
3. Agotamiento de amoníaco con amoníaco en solución
4. Absorción de vapor de agua con ácidos fuertes
5. Absorción de trióxido de sulfuro con ácido sulfúrico concentrado
6. Absorción de ácido clorhídrico en agua
7. Absorción de ácido clorhídrico en ácido clorhídrico diluido
8. Absorción de dióxido de sulfuro en soluciones alcalinas
9. Absorción de dióxido de sulfuro en amoníaco en solución
10. Evaporación de líquidos
11. Condensación de líquidos

F A S E L I Q U I D A

1. Absorción de dióxido de carbono en agua
2. Absorción de oxígeno de agua
3. Absorción de hidrógeno en agua
4. Absorción de dióxido de carbono en alcalis diluidos
5. Absorción de cloro en agua

A M B A S F A S E S

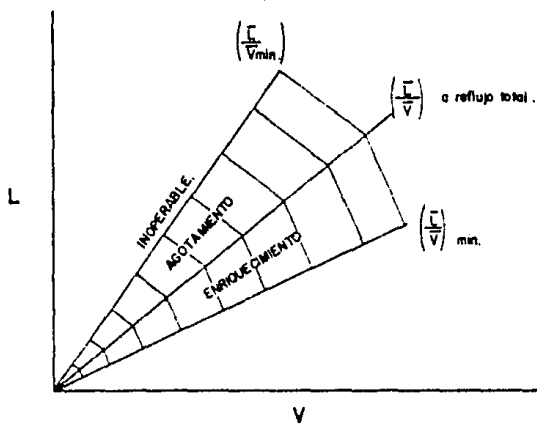
1. Absorción de dióxido de sulfuro en agua
 2. Absorción de acetona en agua
 3. Absorción de óxido de nitrógeno en ácido sulfúrico concentrado
-

1.4.1 Capacidad de Diseño en Columnas Empacadas

Las columnas empacadas como todos los equipos de contacto continuo tienen limitaciones en su capacidad de manejar las cargas de vapor y líquido. En destilación, la relación entre el líquido y el vapor está determinada por la relación de reflujo. De ahí, que los límites de operación se encuentran entre el reflujo mínimo y el reflujo total. Para un flujo determinado de producto, las cantidades reales de vapor y de líquido son determinadas en función del reflujo mínimo y el reflujo total, esta limitación está basada en la producción de un producto específico. Esto se ilustra en la Figura 1.30.

Además de los límites de operación impuestos por la separación entre los componentes existen otros límites debidos a la capacidad de manejo del flujo de líquido y de vapor, en los puntos donde el flujo de estos es máximo nos encontramos en las condiciones de inundación, en esta situación el líquido es retenido en la columna y ocupa todos los espacios vacíos entre el empaque. En los puntos en que la columna empacada trabaja con flujos mínimos de vapor o ambos, se tiene un flujo insuficiente para cubrir el empaque con líquido, lo que nos ocasiona que no exista contacto entre el líquido y el vapor, debido a la canalización que se produce, y por tanto, se tiene una muy baja eficiencia en la transferencia de masa, estos límites de operación se muestran en la Figura 1.31a.

Adicionalmente a los límites anteriores, existen otros debidos a una baja eficiencia en el contacto entre las fases, cuando se trabaja a flujos de líquido y vapor muy bajos, y excesivas caídas de presión a altas velocidades de flujo cuando esto se representa en una gráfica de comportamiento, el área A indica el área de operación adecuada de la torre como se muestra en la Figura 1.31b.

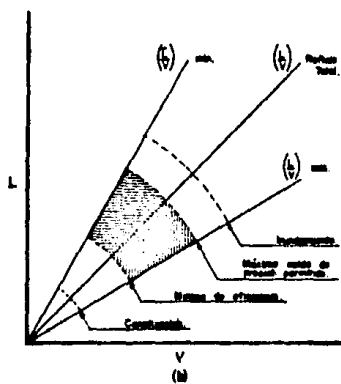
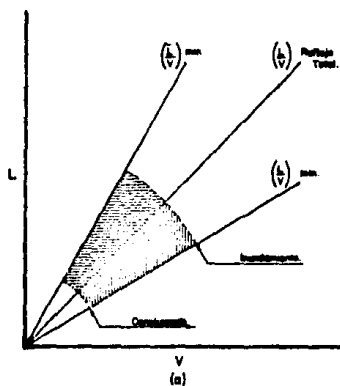


LIMITES DE OPERACION FIJADOS POR LA RELACION DE REFLUJO.

FIGURA I.30

LIMITE DE OPERACION COLUMNA EMPACADA.

Figura 2.31



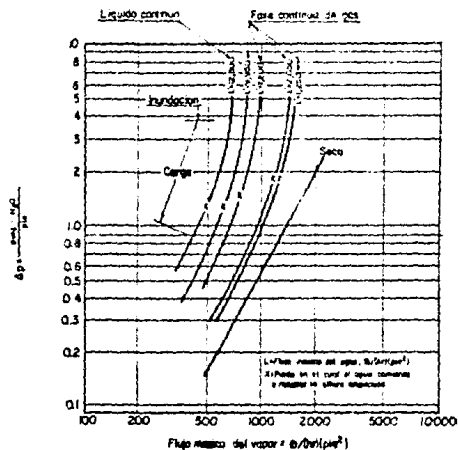
Las relaciones que representan el comportamiento de una columna empacada y que se refieren específicamente a los flujos de líquido y de vapor, se expresan en función de la caída de presión. Las pérdidas de presión se pueden deber a un mal arreglo del empaque, a secciones sin relleno en la cama de empaque, o bien, - al taponamiento de los espacios vacíos del empaque por sólidos o por los productos de alguna reacción. Además de los factores anteriores, la caída de presión se debe también a la resistencia al flujo de fluidos, característica de cada tipo de empaque. Esta resistencia es diferente si el sistema es de una sola fase o si es de dos. El comportamiento básico de la caída de presión para casi todos los tipos de empaques se muestra en la Figura - I.32.

Gráficamente los puntos de carga y de inundación se pueden visualizar en la Figura I.32. Se puede observar que la curva que representa la caída de presión en el lecho empacado cuando el gas fluye en ausencia de flujo de líquido, presenta un comportamiento como el de la curva denominada seca. Conforme el líquido se añade a la parte superior del empaque su efecto en la caída de presión se aprecia notablemente debido al cambio que sufre la pendiente de la curva de caída de presión, este cambio - en algunos casos no es excesivamente claro, por eso, a este punto siempre se le ha considerado como una región más que un punto específico y se le conoce como punto de carga; generalmente se diseñan las columnas para operar con flujos de gas y de líquido en la región de carga o entre el 60 y el 80% de su punto más bajo.

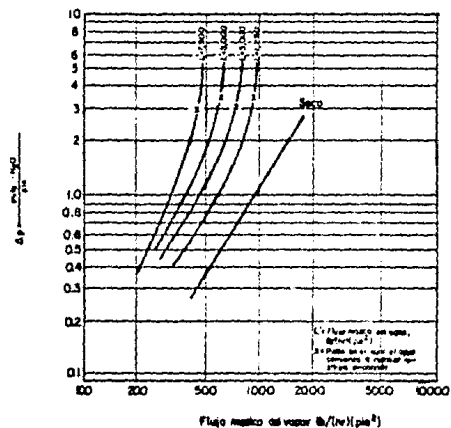
El punto de inundación se localiza en la segunda inflexión de la curva de caída de presión y corresponde al punto en el que se tiene un rápido incremento en la caída de presión que tiende al infinito para un incremento finito en la velocidad del gas.

En cualquier caso de operación real, si se trabaja en el punto de inundación, se tendrá un comportamiento errático y una operación pobre; por lo que es obvio que las columnas no se diseñan para trabajar en el punto de inundación, pero si del 40 al 60% de los flujos de gas y líquido están asociados con este -- punto.

FIGURA I.32
COMPORTAMIENTO DE LA CAIDA DE PRESION



(a)
Análisis Roachley de
1 puñados



(b)
Análisis Roachley de
1/2 puñados

CAPITULO II

DISENO DEL EXPERIMENTO

II.1 INTRODUCCION

El objetivo de la experimentación fue el desarrollo de una práctica de destilación en columnas empacadas, para su empleo por alumnos del curso de Laboratorio de Transferencia de Masa.

II.2 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

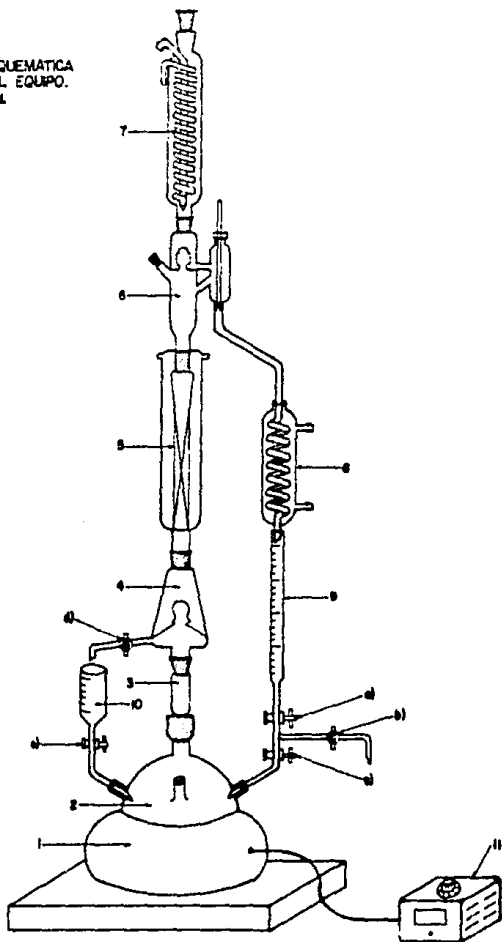
II.2.1 Descripción del Equipo. Columna de Destilación Empacada

El equipo utilizado para el desarrollo de la práctica se -- instaló en el Laboratorio de Física en la Escuela de Química de la Universidad La Salle. Se ubicó en un lugar en el cual se cuenta con los servicios requeridos como son agua, energía eléctrica y drenaje.

Dado que el equipo se construyó casi en su totalidad en vidrio, antes de instalarse se revisó que cada una de las partes estuviera relevada de esfuerzos con el objeto de evitar problemas de ruptura del vidrio una vez instalado el equipo e iniciadas las operaciones.

El equipo utilizado en el experimento, el cual se muestra - en la Figura II.1, está constituido por los equipos que se indican en la Tabla II.1

REPRESENTACION ESQUEMATICA
DE LA CONEXION DEL EQUIPO.
FIGURA 3.3.1



T A B L A II.1

APARATO DE DESTILACION EN COLUMNAS EMPACADAS

L I S T A D E E Q U I P O

<u>DESCRIPCION</u>	<u>No.</u>
CESTA DE CALENTAMIENTO	1
MATRAZ BOLA DE 4 BOCAS	2
CONECTOR	3
RECOLECTOR DE FONDOS	4
COLUMNA EMPACADA	5
CABEZA DE DESTILADO	6
CONDENSADOR	7
ENFRIADOR	8
BURETA DE 100 ml VALVULAS a, b, c	9
BURETA DE 100 ml VALVULAS d, e	10
REOSTATO	11

A continuación se describe la forma en que está conectado el equipo.

El rehervidor de la columna está constituido por los siguientes equipos: el matraz bola (2) de 4 bocas que tiene una capacidad de 5 lt. se coloca sobre la cesta de calentamiento -- (1), que suministra el calor requerido para efectuar la destilación, dicho calentamiento se regula con un reostato (11).

En la boca principal del matraz bola se coloca el conector -- (3) que reduce el diámetro de 50 mm a 25 mm y une el colector de fondos (4) con el matraz bola. El colector de fondos se asemeja a un matraz erlenmeyer y en su interior tiene una cachucha de vidrio que permite coleccionar el líquido y al mismo tiempo el paso de vapor a través de sus orificios (ver Figura II.2). Este se conecta con la columna empacada (5) cuyas dimensiones son 60 cm de largo y 2.4 cm de diámetro. La columna tiene una chaqueta de vacío que sirve como medio aislante para evitar las pérdidas de calor en esta zona.

La columna está rellena de un empaque en forma de espirales hechas de acero inoxidable denominado Helipak y que tiene como medidas 4.4 mm de altura, 4.4 mm de largo y 2.3 mm de ancho (ver Figura II.3). El empaque está soportado en la columna por una malla de alambre colocada en el fondo de ésta. La altura empacada es de 50 cm.

Por arriba de la columna se encuentra una cabeza de destilado (6), ésta tiene una cachucha de vidrio con la misma función que la del colector de fondos. En la cabeza de destilado se controla la relación de reflujo, mediante una aguja de vidrio, la cual regula el paso de líquido y permite fijar el flujo de éste, que se obtiene como producto y el que regresa por el interior de la columna; esto es, la aguja al elevarse permite -

FIGURA II.2

COLECTOR DE LIQUIDO DE FONDO

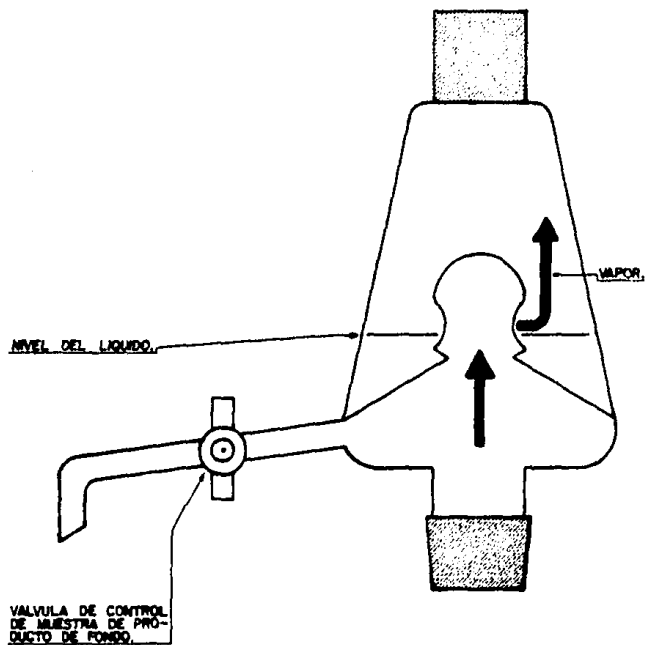
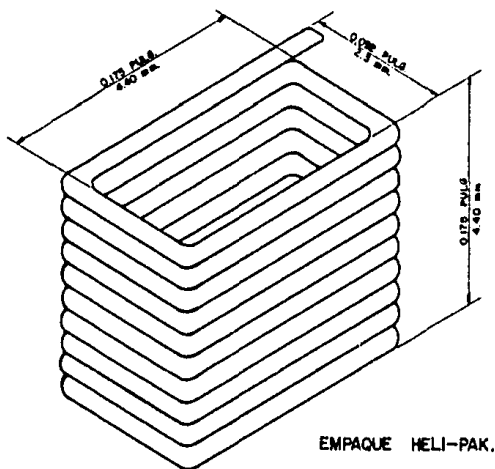


FIGURA II.3



EMPAQUE HELI-PAK.

CARACTERISTICAS DEL EMPAQUE :

NOMBRE: HELI-PAK.

DIMENSIONES: mm.,(PULG.); 4.4,4.4,2.3,(0.175,0.175,0.092).

AREA DE SUPERFICIE DEL EMPAQUE, d^3 m²/m³, (Ft²/Lt); 1964,(21).
VOLUMEN LECHO EMPACADO

FACTOR DE EMPAQUE: 960.

MATERIAL: A-316 A.S.

DENSIDAD: Kg/Li, (Lb/Li); 1.134,(2.5).

AREA DEL EMPAQUE: Cm²,(In²); 1.43,(0.2217).

el paso del destilado por fuera de la columna, o bien, si -- esta se baja completamente cierra el paso por fuera y lo permite por el interior como se muestra en la Figura II.4.

En la parte superior de la cabeza de destilado está conectado un condensador de producto (7) que mide 30 cm de largo y 5 cm de ancho, tiene un serpentín por dentro que se encuentra colocado verticalmente.

Conectado en forma lateral a la cabeza de destilado, hay un enfriador de producto (8) que se une a una bureta de 100 ml (9), la cual permite medir el volumen de destilado líquido - que se obtiene y consta de tres válvulas identificadas como a, b y c, con las cuales se controla la toma de muestras y - el regreso del producto destilado al rehervidor.

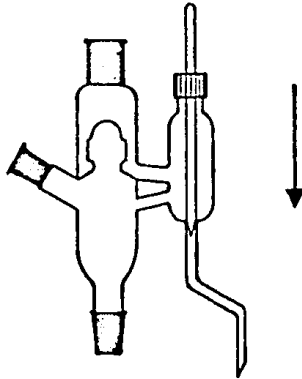
En el colector de fondos que se localiza en el fondo de la - columna existe una salida lateral de producto controlada por una válvula (d), el producto que sale por ésta se recibe en una bureta de 100 ml (10), lo cual permite medir el flujo vo lumétrico de éste. Esta bureta se encuentra conectada a una boquilla del matraz bola, a la salida de ésta existe una - válvula (e) que permite regular el nivel de líquido en la -- misma.

La temperatura del vapor en la parte superior de la columna se mide con un termómetro que se coloca en una boquilla late ral de la cabeza de destilado.

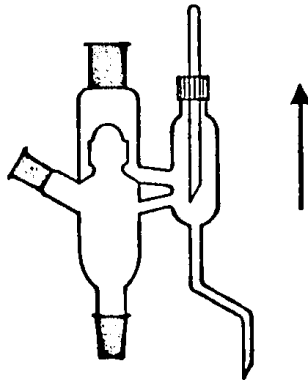
La temperatura del fondo de la columna se determina mediante un termómetro que se instala en una de las boquillas del ma traz bola.

De acuerdo con lo descrito anteriormente, la alimentación a

FIGURA II.4



CABEZA DE REFLUJO
CERRADA



CABEZA DE REFLUJO
ABIERTA

la columna de destilación es por el fondo de ésta, por lo --
cual sólo cuenta con la sección de Enriquecimiento o Rectifi-
cación.

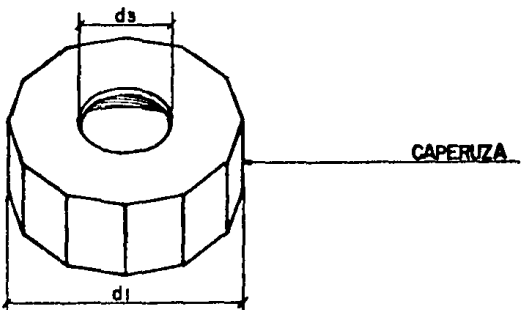
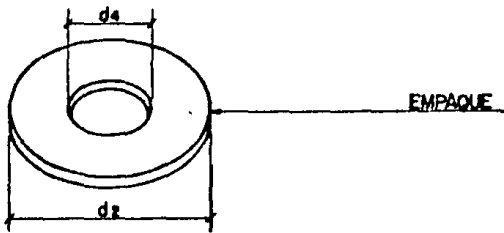
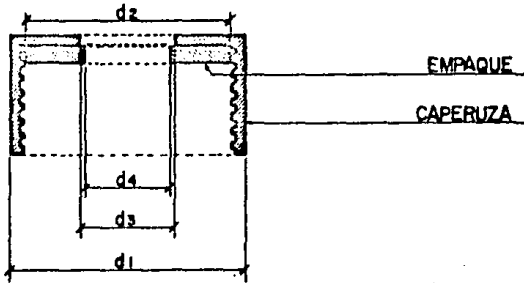
Los termómetros y las buretas (9 y 10) se colocan en las bo-
quillas indicadas mediante una caperuza de unión roscada que
tiene un empaque de hule (ver Figura II.5), el cual se colo-
ca en el interior de la caperuza con el objeto de lograr que
no existan fugas en el sistema.

II.2.2 Selección de Mezcla a Destilar

Se analizaron tres diferentes sistemas con el objeto de se-
leccionar el sistema de equilibrio con el que se desarrolla-
ría la experimentación. En el primero que se pensó fue la -
mezcla ideal benceno-tolueno. Sin embargo, utilizar este --
sistema en el desarrollo de la práctica no fue posible, debi-
do a que estos compuestos tienen un índice de refracción muy
parecido entre si, lo que dificulta la determinación de la -
composición de la mezcla, pues no es posible obtener una cur-
va de calibración adecuada con el refractómetro con que cu-
enta el Laboratorio de Ingeniería Química de la Universidad La
Salle.

Otra alternativa que se analizó fue emplear la mezcla bence-
no-heptano que también es una mezcla ideal a la cual se le -
puede determinar su composición por índice de refracción. -
Este sistema no se seleccionó debido a que el heptano es un
disolvente muy fuerte, lo que provocó que los empaques de --
las caperuzas de unión se disolvieran ocasionando fuertes --
pérdidas por fugas en el sistema.

FIGURA II.5



Finalmente se seleccionó la mezcla etanol-agua que presenta las siguientes ventajas, los componentes no son de un alto costo, son de gran disponibilidad comercial y es posible obtener la composición de la mezcla a partir del índice de refracción de una manera confiable. Por otro lado, no se tienen grandes pérdidas por fugas en los empaques ya que ninguno de los componentes de la mezcla afecta al material del empaque.

II.2.3 Selección del Método Analítico

A partir del análisis de las muestras de destilado y del producto de fondo, se puede determinar su composición. Se cuenta con tres diferentes alternativas para realizar el análisis de las muestras, éstas se describen a continuación:

A) Alcoholímetro

Es un instrumento que sirve para determinar la cantidad absoluta de alcohol contenido en una solución acuosa por medio de la densidad de la misma.

Uno de los tipos de alcoholímetro más usados es el de -- Gay Lussac o centesimal, el cual está graduado de una manera tal, que al sumergirlo en una mezcla de alcohol y agua a la temperatura de 20 °C señala inmediatamente en la escala graduada el % en volumen del alcohol contenido en la mezcla.

B) Cromatografía de Gases

La cromatografía es un método analítico de separación basado en la distribución de la muestra en dos fases; una fase estacionaria normalmente de una gran área de contacto y una fase móvil. La mezcla a separar es arrastrada a través de una columna por un gas inerte, denominado gas de arrastre. La muestra se fracciona entre el gas de arrastre y un disolvente no volátil que es la fase estacionaria soportada en una columna capilar que adsorbe y desorbe selectivamente los componentes de una mezcla basándose en la diferencia de los coeficientes de distribución, siendo ésta básicamente resultante de las diversas polaridades y pesos moleculares de los mismos. El disolvente retarda los diferentes compuestos de la mezcla hasta que forman bandas separadas en el gas de arrastre, estas bandas salen de la columna en la corriente de gas y son registradas en función del tiempo por un detector que indica y mide la cantidad de cada uno de ellos por separado que se encuentra en el gas de arrastre.

C) Refractometría

Cuando un haz de luz atraviesa oblicuamente de un medio a otro de densidad diferente, la dirección de la luz cambia al cruzar la superficie a lo que se denomina refracción, este fenómeno tiene como medida el índice de refracción que se define como la relación del seno del ángulo de incidencia de un rayo de luz en el aire, con respecto al seno del ángulo de refracción en el líquido.

El índice de refracción es una de las constantes físicas

clásicas que puede usarse para describir una especie química, a pesar de no ser una propiedad específica, pocas sustancias tienen índices de refracción, idénticos a una temperatura y una longitud de onda fijas, de tal forma que esta constante es útil para confirmar la identidad de un compuesto y medir su pureza. También se emplea para el análisis cuantitativo de mezclas binarias, por lo que se ha hecho importante la aplicación de la refractometría en la evaluación de aparatos de destilación. Por ejemplo, el número de etapas teóricas para una columna de destilación puede calcularse a partir de los datos analíticos resultantes.

A menudo se obtiene una curva de calibración en línea recta si las concentraciones se expresan en gramos de soluto por 100 ml de solución, por el contrario para mezclas de líquidos orgánicos se observa más a menudo la linealidad cuando se emplea el % en volumen.

Por supuesto la linealidad no es un requisito para el trabajo cuantitativo porque puede prepararse siempre una curva de calibración apropiada, en este caso es necesario el complemento de un método alternativo.

Los tres métodos analíticos anteriormente mencionados podrían ser utilizados considerando las siguientes limitaciones:

- El alcoholímetro tiene una precisión de 1.0% en volumen. El error que se obtiene por la precisión del equipo en la composición es de .01 gramos.

Su aplicación requiere de un volumen de muestra de 100 ml aproximadamente, por lo que es difícil su empleo -- cuando se manejan flujos de productos muy pequeños.

- La cromatografía de gases tiene una alta precisión de aproximadamente .0001 moles. La ventaja de la cromatografía de gases es que se trata de una técnica rápida sensible y relativamente simple que la hace ideal para mezcla de tres o más componentes, donde la refractometría se vuelve demasiado compleja. Sin embargo, sus limitantes fundamentales son el costo del equipo, tiempo de análisis de aproximadamente 20 minutos que comparado con el que se emplea en la refractometría, alrededor de 1 minuto representa una desventaja para la aplicación de esta técnica en la realización de la práctica.
- La precisión del refractómetro es de .0001, el error que se obtiene en la determinación de la composición es de .005 gramos. Su limitante fundamental es el no poderse aplicar a mezclas de cuatro o más componentes y ser sumamente complicada para mezclas ternarias.

En la aplicación de esta técnica se necesita de 1 ó 2 gotas de muestra.

En función de las limitantes arriba mencionadas, se concluye que el método analítico más adecuado para las características especificadas de la mezcla necesaria de cuantificar, que en este trabajo es una mezcla binaria etanol-agua, es la refractometría.

II.2.4 Determinación de la Composición

Para determinar la composición de cada muestra, se obtuvo experimentalmente la curva de calibración mencionada anteriormente en la que se muestra el porcentaje en masa o en volumen de una mezcla y el índice de refracción.

Para el sistema estudiado se hizo la curva de calibración de la mezcla como a continuación se indica:

- 1) Se toman 100 ml de etanol anhidro y 100 ml de agua.
- 2) Se pesa el frasco ...PF.
- 3) Se le añaden aproximadamente 10 ml de agua.
- 4) Se pesa el frasco con los 10 ml de agua ...PA.
- 5) Se le añade aproximadamente 1 ml de etanol.
- 6) Nuevamente se pesa el frasco ...PE
- 7) $PF-PA = \text{peso del agua.}$
- 8) $PE-PF = \text{peso del agua} + \text{etanol}$
- 9) $\text{Peso del agua} + \text{peso del etanol} - \text{peso del agua} = \text{peso de etanol.}$
- 10) $\text{Peso del etanol}/(\text{peso del etanol} + \text{agua}) = \% \text{ peso del etanol.}$
- 11) El procedimiento se repite desde el paso número 5, pe-

ro cada vez se añade 1 ml más de etanol, es decir, - se establece una relación de 2 ml de etanol/10 ml de de agua, 3 ml de etanol/10 ml de agua, hasta alcanzar 10 ml de etanol/10 ml de agua.

- 12) La siguiente etapa consiste en repetir el procedi-
miento, pero éste inicia con 1 ml de agua/10 ml de -
etanol, de esta manera se cubre el intervalo de com-
posición.

En este caso:

PA = Peso del frasco más 10 ml de etanol

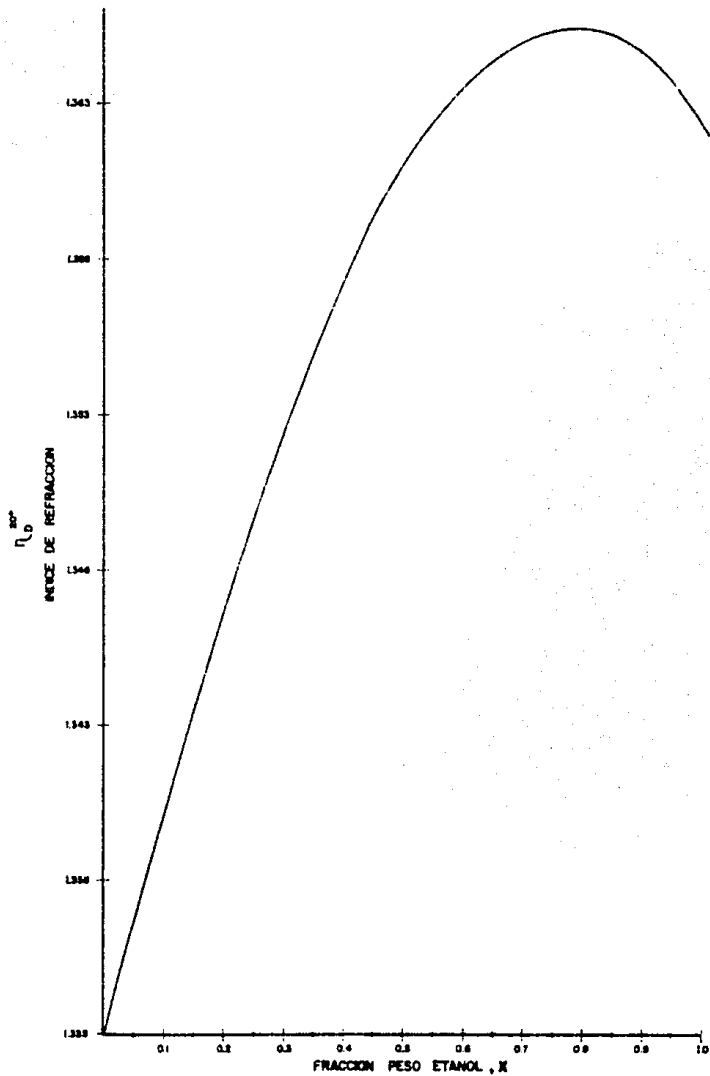
PE = Peso del frasco con etanol + agua

La curva de calibración se muestra en la Figura II.6.

Como se observa, para un mismo valor de índice de refrac-
ción se tienen dos diferentes valores de composición. -
Este problema se resuelve introduciendo una nueva varia-
ble que es la densidad de la mezcla determinada por los
grados Gay Lussac. Estos son una medida del porcentaje
en volumen de alcohol de la mezcla. De esta forma se --
puede determinar la composición en porcentaje en peso de
la mezcla, que como ya se mencionó anteriormente, no es
tan precisa como la medida por índice de refracción. El
valor de índice de refracción que deberá tomarse es el -
que indica un valor de composición cercano al determina-
do por alcoholimetría.

FIGURA II. 6

CURVA DE CALIBRACION
 % PESO — INDICE DE REFRACCION



II.2.5 Descripción de Operación

Antes de iniciar la operación es necesario:

- Que el equipo esté limpio.
- Que las juntas estén perfectamente unidas para evitar fugas, ya que el sistema se encuentre en operación.
- Suministrar agua al condensador y al enfriador de producto abriendo las válvulas que controlan la entrada de ésta a los equipos antes mencionados.
- Colocar termómetros en la cabeza de reflujo y en el matraz bola.
- Conectar el reóstato a la cesta de calentamiento y éste a su vez a la corriente de energía eléctrica.

Una vez instalado el equipo, el matraz bola de cuatro bocas se llena con la mezcla que se desea separar a 2/3 partes de su capacidad, y el calor se suministra a ésta con la cesta de calentamiento regulándose mediante un reóstato que controla la intensidad de corriente.

La mezcla debe calentarse hasta alcanzar la ebullición, momento en el cual los vapores ascienden a través de todo el equipo y llegan al condensador donde al ser enfriados con agua se condensan totalmente y regresan como líquido al colector de destilado y a la cabeza de reflujo, equipo en el que se fija la relación de reflujo que se desea, ya sea reflujo total o reflujo parcial.

Si se desea reflujo total, la aguja que controla la opera

ción en la cabeza de reflujo, se baja totalmente, de tal forma que el paso de líquido hacia la bureta quede cerrado y descienda por la parte interna de la columna. Si la aguja se baja sólo parcialmente se obtiene producto destilado por la bureta y líquido que se regresa como reflujo a la columna.

A continuación se indican los pasos a seguir en la experimentación:

- 1) Al poner en funcionamiento el equipo se trabaja a reflujo total para lograr las condiciones de equilibrio del sistema, y por otro lado, es necesario que el colector de fondos alcance un nivel de líquido tal que derrame por el interior de la columna para establecer el equilibrio líquido-vapor, ver Figura II.2.
- 2) Para que el nivel del líquido requerido en el colector de fondos se logre en menos tiempo, la columna se deja inundar aproximadamente al 60%, en este momento se interrumpe el calentamiento de la mezcla, lo que provoca que el líquido retenido en la columna descienda bruscamente logrando de esta manera el nivel deseado.
- 3) Una vez que se han alcanzado las condiciones de equilibrio, lo cual se puede determinar al medir la temperatura en la cabeza de reflujo y en el rehervidor, ya que estas permanecen constantes, se procede a fijar la relación de reflujo de operación.
- 4) Ya que se ha logrado establecer un régimen estaciona-

rio en el sistema a las condiciones de operación fijadas, se procede a medir el flujo volumétrico del destilado y del líquido de fondos. Con el objeto de evitar desestabilizar la operación es conveniente seguir el procedimiento que se indica a continuación:

- a) Se mide el flujo volumétrico de la corriente del producto destilado, para ello es necesario cerrar las tres válvulas a, b y c de la bureta, lo que permite la acumulación del líquido y poder determinar el tiempo en el que se obtienen 2 ó 3 ml de producto. Realizado lo anterior, se abren las válvulas a y b y se toma muestra del producto, se cierra la válvula b y se abre la válvula c para permitir el retorno de líquido hacia el matraz bola. La muestra se analiza para determinar la composición mediante su índice de refracción.

- b) Se abren las válvulas d y e para desalojar el líquido retenido en el colector de fondos, ya que éste no es representativo del producto de fondos debido a que se acumuló como resultado de la inundación en la columna. Se permite que parte del líquido que se está desalojando del colector permanezca en la bureta para tener un nivel del líquido que facilite medir el flujo volumétrico, que se determina por la cantidad de líquido que cae en la bureta por hora.

Por último, se toma muestra del producto de fondos, para ello es necesario abrir la válvula d. También esta muestra se analiza mediante la determinación de su índice de refracción.

Si se desea fijar una nueva relación de reflujo deberá repetirse la operación desde el paso 2.

Una vez terminada la operación, el calentamiento debe ser interrumpido, sin embargo, la circulación de agua en el condensador y en el enfriador debe continuar hasta que la temperatura del matraz bola haya descendido lo suficiente para evitar pérdidas excesivas de vapor en el sistema.

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

II.3 METODOLOGIA DE CALCULO

En esta sección se describe la secuencia de cálculo que se recomienda para obtener:

- Número de Platos Teóricos
- Altura Equivalente de Plato Teórico, AETP
- El Número de Unidad de Transferencia, NOG
- Altura de la Unidad de Transferencia, H_{OG}

Al finalizar la práctica, la información con que se cuenta es:

- a) Flujo Volumétrico del Destilado
- b) Flujo Volumétrico del Producto de Fondo
- c) Índice de Refracción de Ambos Productos

A partir de estos datos es posible iniciar los cálculos.

II.3.1 Cálculo del Número de Platos Teóricos

El número de platos teóricos se calcula mediante el Método de McCabe-Thiele, descrito en el Capítulo I. Para aplicar este método se requiere trazar la curva de equilibrio del sistema empleado en la práctica y las curvas de operación.

A) Trazo de la Curva de Equilibrio

La curva de equilibrio para el sistema puede ser calculada con los métodos descritos en el Capítulo I, o bien, ésta puede tomarse de datos experimentales. En este trabajo -- los datos de equilibrio del sistema etanol agua son experimentales (10).

B) Trazo de la Curva de Operación

El equipo que se utiliza en la práctica sólo cuenta con -- sección de enriquecimiento, ya que su alimentación se encuentra en el fondo de la columna. La línea de operación para la sección de enriquecimiento considerando flujos -- constantes de líquido y vapor está dada por:

$$Y_{n+1} = \frac{RX_n}{R+1} + \frac{X_d}{R+1} \quad (1)$$

Donde:

X_n = Composición mol del Plato n

X_d = Composición mol del Destilado

R = Relación de Reflujo Externo

L = Flujo Interno de Líquido = mol/h

D = Destilado que se extrae como producto = mol/h

B.1 Cálculo del Reflujo de Operación.

Para el cálculo de reflujo es necesario contar con el flujo molar de destilado y de producto. Este se calcula a partir del flujo volumétrico de destilado y de fondos, para ello se requiere de la composición de estos, su densidad, el peso molecular promedio de ambos productos y el balance de materia en la columna.

B.1.1 Determinación de la Composición del Destilado y del Líquido del Fondo.

La composición se obtiene a partir del análisis de las muestras de destilado y de producto de fondo mediante el índice de refracción, la curva de calibración y los grados Gay-Lussac.

Como puede observarse, en la curva de índice de refracción y por ciento en peso (Figura II.6), se tienen dos valores diferentes de composición. Este problema se resuelve introduciendo los grados Gay-Lussac, los cuales determinan el por ciento en volumen de la mezcla.

$$^{\circ}\text{Gay Lussac} = \frac{\text{ml etanol}}{(\text{ml de etanol} + \text{ml de agua})}$$

que transformados a por ciento en peso nos permiten conocer cual de los dos valores de índice de refracción es el correcto.

$$\text{Fracción Peso} = \frac{[\text{°Gay Lussac}] [\text{Densidad Etanol}]}{\left[\left(\frac{\text{°Gay Lussac}}{\text{Lussac}} \right) \left(\frac{\text{Dens.}}{\text{Etanol}} \right) + \left(\frac{100-\text{°Gay Lussac}}{\text{Lussac}} \right) \left(\frac{\text{Dens.}}{\text{Agua}} \right) \right]}$$

B.1.2 Cálculo de la Fracción mol.

$$\text{Fracción Mol de A} = \frac{\text{Fracción Peso A} \left(\frac{1}{\text{PM}_A} \right)}{\left[\left(\frac{\text{Fracc.}}{\text{Peso A}} \right) \left(\frac{1}{\text{PM}_A} \right) + \left(\frac{1-\text{Fracc.}}{\text{Peso A}} \right) \left(\frac{1}{\text{PM}_B} \right) \right]}$$

$$\text{Fracción Mol de B} = \frac{\text{Fracción Peso B} \frac{1}{\text{PM}_B}}{\left[\left(\frac{\text{Fracc.}}{\text{Peso A}} \right) \left(\frac{1}{\text{PM}_A} \right) + \left(\frac{1-\text{Fracc.}}{\text{Peso A}} \right) \left(\frac{1}{\text{PM}_B} \right) \right]}$$

Donde:

A = Componente más volátil = Etanol

B = Componente menos volátil = Agua

PM_A = Peso Molecular A

PM_B = Peso Molecular B

B.1.3 Peso Molecular de la Mezcla.

$$\text{PM Mezcla} = \text{Fracc. Mol A}(\text{PM}_A) + (1-\text{Fracc. Mol B})(\text{PM}_B)$$

B.1.4 Balance de Materia. Flujos Molares

El flujo molar de destilado y líquido de fondo se obtiene a partir del balance de masa para la envolvente mostrada en la Figura II.7.

$L = L_o =$ Flujo interno de líquido = mol/h

$G =$ Vapor que se genera en el rehervidor y que constituye la alimentación a la torre = mol/h

$D =$ Destilado que se extrae como producto = mol/h

Balance Global de Materia

Efectuando el balance global de materia para la envolvente I, tenemos:

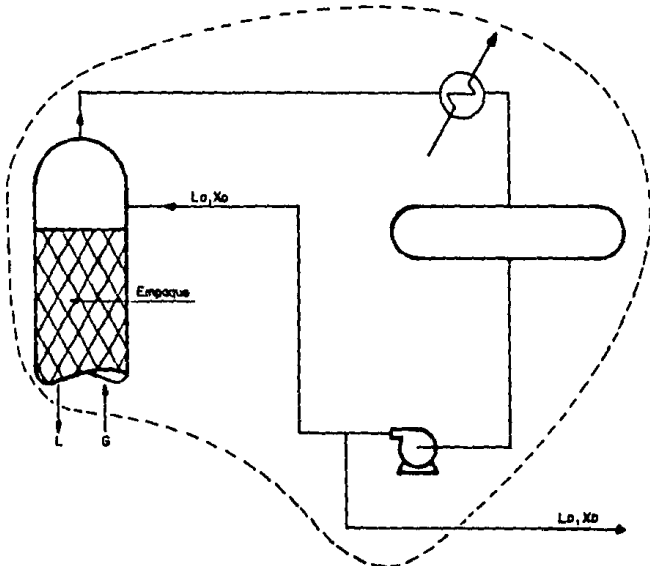
$$G = L + D$$

El reflujo externo se define como:

$$R = L / D$$

Figura X7

SECCION DE ENRIQUECIMIENTO



ENVOLVENTE I

Flujo Molar de Destilado.

$D = (\text{Flujo Volumétrico de Destilado}) (\text{Densidad de la Mezcla de Destilado}) (1/\text{Peso Molecular del Destilado})$

$D (=) \text{ mol/h}$

Flujo Molar de Fondo.

$L = (\text{Flujo Volumétrico de Fondo}) (\text{Densidad de la Mezcla de Fondo}) (1/\text{Peso Molecular de Fondo})$.

C) Cálculo del Número de Platos Teóricos

De acuerdo con lo mencionado al principio de este capítulo, la línea de operación para la columna empleada en la experimentación es:

$$Y_{n+1} = \frac{RX_n}{R+1} + \frac{X_d}{R+1}$$

La ecuación anterior es la de una línea recta y de pendiente $R/R+1$ con una ordenada al origen $= X_d/R+1$.

Cuando $X_n = X_d$, la línea recta pasa a través del punto $X = Y = X_d$ sobre la diagonal de 45° . Con este punto y la ordenada al origen se construye la línea de operación en el diagrama de equilibrio X frente Y. Ver Figura II.8.

Con la línea de operación sobre el diagrama se traza los platos teóricos, a partir de la composición del destilado hasta la del vapor entrante a la sección empacada. - Ver Figura II.9.

Figura IX.8

METODO DE McCABE—THIELE.
 LINEA DE OPERACION DE LA SECCION DE ENRIQUECIMIENTO.

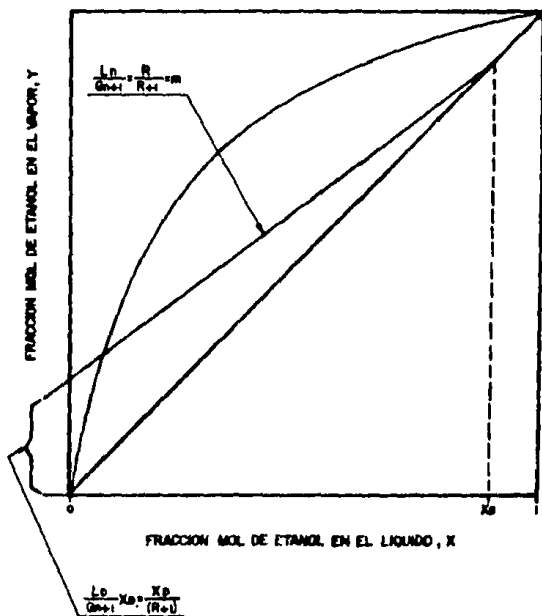
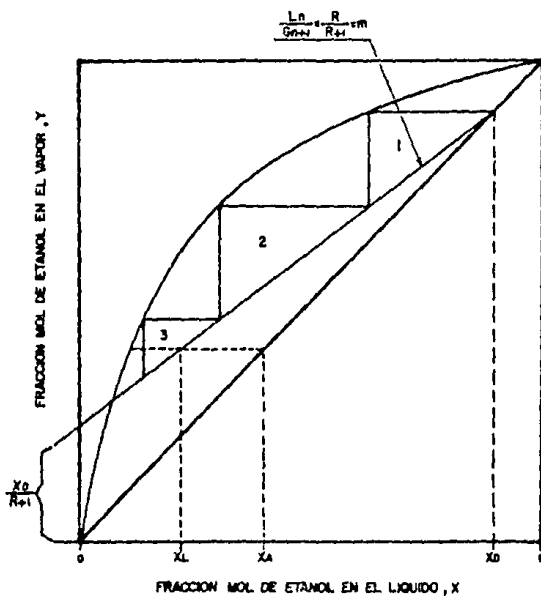


Figura II.9

METODO DE McCABE—THIELE.
NUMERO DE PLATOS TEORICOS.



II.3.2 Cálculo de la Altura Equivalente de Plato Teórico

Altura equivalente de plato teórico = Altura del empaque / Número de platos teóricos.

II.3.3 Cálculo del Número de Unidades de Transferencia

$$N_{OG} = \int_{Y_0}^{Y_1} \frac{dY}{Y^* - Y} dY$$

Donde:

Y = Composición del vapor

Y* = Composición del vapor en equilibrio

Y₁ = Composición del destilado

Y₀ = Composición de la alimentación

Esta ecuación puede resolverse por integración gráfica, o bien, por medio de la ecuación de Simpson, que se presenta a continuación:

$$\int_{X_0}^{X_n} f(x) dx = \frac{h}{3} (f_0 + 4f_1 + 2f_2 + 4f_3 + 2f_4 + 2f_{n-2} + 4f_{n-1} + f_n)$$

Donde:

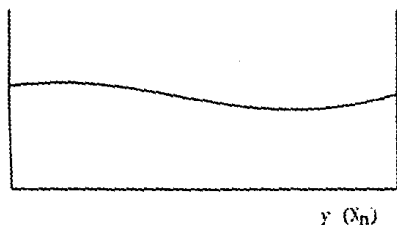
$$\Delta x = \frac{X_n - X_0}{n}; \quad X_n > X_0$$

h = Paso de integración

n = Número de subintervalos

$$f(x) = \frac{1}{y^2 - y}$$

dx = dy



$$f(x) = \frac{1}{y^2 - y}$$

II.3.4 Cálculo de Altura de la Unidad de Transferencia HOG, a partir de los Datos Experimentales

$$HOG = Z/NOG$$

Donde:

Z = Altura del empaque

NOG = Número de Unidades de Transferencia

II.3.5 Cálculo de la Altura Equivalente de Plato Teórico, AEPT

$$AEPT = 2/N_p$$

Donde:

N_p = Número de platos teóricos

II.3.6 Ejemplo

Se toma como ejemplo de los cálculos la Corrida No. 1

La información que se obtiene de la experimentación es:

R E S U L T A D O S	
Flujo Volumétrico del Destilado	380 ml/h
Flujo Volumétrico de Líquido de Fondo	194 ml/h
Índice de Refracción de Destilado	1.3645
Índice de Refracción de Fondo	1.3630
Grados Gay-Lussac de Destilado	92
Grados Gay-Lussac de Fondo	63

A) Cálculo del Número de Platos Teóricos.

A.1 Flujo Molar de Destilado.

La composición se obtiene con el índice de refracción a -

partir de la curva de calibración, Figura II.6.

Los dos valores de la lectura son:

Fracción 0.895 y 0.675 con $n_D = 1.3645$

Fracción Peso calculada a partir de los Grados Gay-Lussac

Densidad del agua a 20 °C = 0.998 (22)

Densidad del etanol anhidro = 0.798

$$\begin{aligned}\text{Fracción Peso} &= (92)(0.798)/((92)(0.798)+(8)(0.998)) \\ &= 0.9018.\end{aligned}$$

Por lo tanto, la composición correcta es 0.895.

A.1.1 Cálculo de la Fracción Mol.

$$\begin{aligned}\text{Fracción Mol} &= ((0.895)(1/46.07))/((0.895)(1/46.07) \\ &+ (1-0.895)(1/18.02)) = 0.7692\end{aligned}$$

A.1.2 Cálculo Peso Molecular.

$$\begin{aligned}\text{Peso Molecular} \\ \text{de la Mezcla} &= (0.7692)(46.07)+(1-0.7692)(18.02) \\ &= 39.595 \text{ g/gmol}\end{aligned}$$

A.1.3 Cálculo del Flujo Molar de Destilado.

Densidad de la Mezcla = 0.81930 g/ml (22)

$$D = 380.95 \frac{\text{ml}}{\text{h}} \times .8193 \frac{\text{g}}{\text{ml}} \times \frac{\text{g mol}}{59.595} = 7.9826 \text{ gmo1/h}$$

A.2 Flujo Molar del Producto de Fondo.

A.2.1 Determinación de la Composición.

La composición se determina a partir del índice de refracción y la curva de calibración (Figura II.6).

Los valores de la lectura son:

Fracción Peso = 0.574 y 0.97 con $n_D = 1.3630$

Cálculo de la fracción peso a partir de los Grados Gay Lussac.

$$\begin{aligned} \text{Fracción Peso} &= (63)(0.798) / ((63)(0.798) + (100-63)(0.998)) \\ &= 0.576 \end{aligned}$$

Por lo tanto, la fracción peso correcta es 0.574.

A.2.2 Cálculo de la Fracción mol.

$$\begin{aligned} \text{Fracción Mol} &= \frac{(.574)(1/46.07)}{(.574)(1/46.07)} \\ &+ \frac{(1-.574)(1/18.02)}{(1-.574)(1/18.02)} = 0.3454 \end{aligned}$$

A.2.3 Cálculo del Peso Molecular

$$\begin{aligned} \text{Peso Molecular} &= (.3454)(46.07) + (1-.3454)(18.02) \\ &= 27.73 \text{ g/g mol} \end{aligned}$$

$$\text{Densidad de la Mezcla} = 0.89711 \text{ g/ml}$$

A.2.4 Flujo Molar de Producto de Fondo

$$F = 194 \frac{\text{ml}}{\text{h}} \times 0.89711 \frac{\text{g}}{\text{ml}} \times \frac{1 \text{ g mol}}{27.73 \text{ g}} = 6.2874 \text{ g mol/hr}$$

C) Número de Platos Teóricos

C.1 Relación de Reflujo

$$R = L/D = 6.2874/7.8826 = .7976$$

C.2 Línea de Operación.

Ordenada al origen

$$x_d/(R+1) = .7692/(1 + .7976) = .4279$$

C.3 Cálculo del Número de Platos Teóricos.

Con la ordenada al origen $x_d/(R+1) = 0.4279$

La relación de reflujo

$$R = L/D = 0.7976$$

y la curva de equilibrio x-y del sistema de etanol agua se traza como se indica en la Figura II.10, la línea de operación procediéndose posteriormente a trazar el número de platos teóricos.

D) Cálculo de Altura Equivalente de Plato Teórico AETP.

$$AETP = 50/6 \text{ Platos} = 8.3 \text{ cm/Plato}$$

E) Cálculo del Número de Unidades de Transferencia

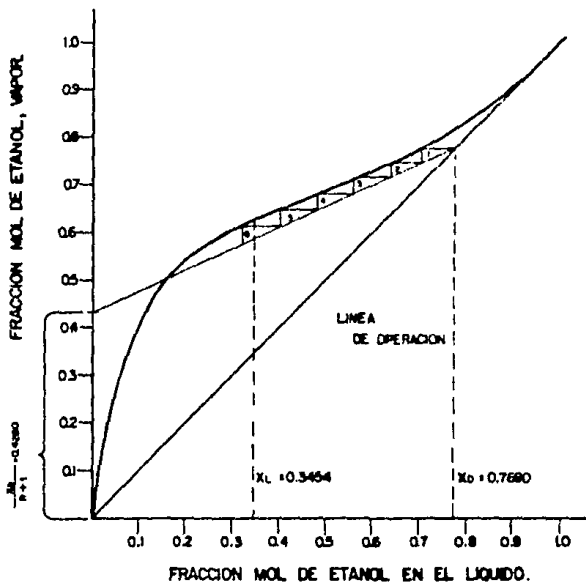
$$X = 0.3454 \text{ corresponde a } Y = 0.58$$

$$X = 0.7692 \text{ corresponde a } Y = 0.7650$$

FIGURA II.10

CURVA DE EQUILIBRIO
SISTEMA ETANOL — AGUA

P = 586 mm Hg



$$h = \frac{0.765 - 0.58}{10} = 0.0185$$

<u>Y</u>	<u>Y*</u>	<u>$\frac{1}{Y^* - Y}$</u>
0.58	0.624	22.7273
0.5985	0.635	27.5973
0.6170	0.66	23.2558
0.6355	0.675	23.3165
0.6540	0.690	27.7778
0.6725	0.705	30.7692
0.6910	0.725	29.4118
0.7095	0.74	32.7869
0.7280	0.76	31.2500
0.7465	0.785	25.9740
0.7650	0.804	25.6410

$$N_{OG} = 5.135$$

CAPITULO III

R E S U L T A D O S

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos de la experimentación realizada.

Se seleccionó la mezcla etanol-agua para el desarrollo de la experimentación.

Se obtuvieron resultados en dos condiciones extremas de operación: a reflujo total y a reflujo mínimo, esto se debió a que el sistema de control de la relación de reflujo con que cuenta el equipo, no permite un punto de ajuste intermedio entre los valores extremos mencionados.

En la Tabla III.1 se presentan los resultados que se obtuvieron en los diferentes experimentos realizados.

A partir de los datos de la experimentación se calcularon:

- 1) Flujo molar del destilado
- 2) Flujo molar del producto de fondo
- 3) La relación de reflujo
- 4) La composición del destilado
- 5) La composición del producto de fondo

Estos se muestran en la Tabla III.2.

De la gráfica III.1, en la que se presenta la composición del destilado como función de la relación de reflujo, se puede comprobar que a una mayor relación de reflujo se obtiene una mayor separación. Se observa también que existe una zona en la cual se requiere de un aumento grande en la relación de reflujo para lograr un aumento mínimo en la composición del destilado.

Esta zona es cercana al punto en que se presenta el azeótropo, por lo que la composición permanece prácticamente constante para un aumento en la relación de reflujo, lo cual tiene como consecuencia que se requiera de un incremento considerable en el número de platos.

En la Tabla III.3 se presenta el número de platos teóricos que resultaron para las separaciones obtenidas en cada caso. Estos fueron evaluados por dos métodos, el de McCabe-Thiele y el de Ponchon-Savarit. En esta tabla se puede ver que no se encuentran diferencias significativas entre los resultados obtenidos por los dos métodos. Por lo cual, para el desarrollo de la práctica, se sugiere emplear el método McCabe-Thiele, ya que es más fácil de utilizar que el Ponchon-Savarit, dada la dificultad que se tiene para evaluar la entalpia del sistema.

En la Tabla III.4 se presenta el número de platos teóricos calculados por el método de McCabe-Thiele, el número de unidades de transferencia, la altura de la unidad de transferencia, la altura equivalente a un plato teórico y la masa velocidad del vapor.

En ella se puede observar que el número de platos teóricos es muy parecido al número de unidades de transferencia, de donde se puede decir que la altura equivalente a un plato teórico es también muy parecida a la altura de la unidad de transferencia. Esto se presenta cuando la línea de equilibrio y la de operación son aproximadamente rectas y paralelas.

En la gráfica III.2 se muestra la altura equivalente a un plato teórico (A.E.P.T.) ante la masa velocidad del vapor. Este tipo de gráfica se realiza con valores de relación de reflujo constantes. La experimentación no se hizo a reflujo constantes. Sin embargo, se presenta esta gráfica a manera de mostrar el comportamiento del empaque para relaciones de reflujo cercanas entre sí. Estas son puntos de bajas relaciones de reflujo y se muestran en la gráfica III.1.

Se observan tres zonas diferentes del comportamiento del empaque, que se

pueden explicar de la siguiente manera.

Zona A

En la región denominada como A, que se puede identificar como zona previa al punto de carga, se observa que hay valores de alta eficiencia del empa que que se explican porque hay un tiempo de contacto grande debido a los bajos valores de masa velocidad.

Zona B

En esta zona se presenta un mínimo de A.E.P.T. como resultado de un mejor mezclado líquido-vapor y a la cual se le denomina como zona de carga.

Zona C

En la región C se ha alcanzado el punto de inundación y la eficiencia decrece rápidamente, es por eso que se requiere una mayor altura equivalente a un plato teórico (A.E.P.T.).

En la misma gráfica se señalan dos puntos adicionales que corresponden a valores de relación de reflujo muy cercanas entre sí, y a su vez muy altos para poder ser comparados con los utilizados en la gráfica. La localización de estos puntos hace suponer que de completarse el intervalo de operación a diferentes valores de masa velocidad se encontraría un comportamiento parecido de la curva mostrada. A partir de la forma que presenta esta curva en algunas referencias se podría esperar que el desplazamiento sea hacia valores de eficiencia más altos.

Se realizó una revisión bibliográfica con el objeto de encontrar una correlación para la altura de la unidad de transferencia que predijera el comportamiento del empaque.

Se encontraron las siguientes correlaciones con las cuales se calculó la altura equivalente de la unidad de transferencia y se compararon con los valores encontrados experimentalmente.

En este trabajo se considera que la resistencia a la transferencia de masa se encuentra principalmente en la fase gas y se desprecia la resistencia en la fase líquida.

1) Ecuación de Sherwood y Holloway (22)

$$H_G = 1.01 \frac{G^{0.51}}{L^{0.33}} \quad (\text{III.1})$$

Donde:

$$G = \frac{lb}{h \text{ ft}^2} \quad \text{de gas}$$

$$L = \frac{lb}{h \text{ ft}^2} \quad \text{de líquido}$$

$$H_G = \text{ft}$$

2) Ecuación de Vivian y Witney (26)

$$H_G = 0.349 \frac{G^{0.3}}{L^{0.25}} \quad (\text{III.2})$$

Donde:

$$G = \frac{kg}{hm^2} \quad \text{de gas}$$

$$L = \frac{\text{kg}}{\text{h m}^2} \quad \text{de líquido}$$

$$H_G = m$$

- 3) Ecuación de Sherwood y Holloway (26)

$$H_G = 0.412 \left\{ \frac{G^{0.31}}{L^{0.33}} \right\} Sc_G^{0.5} \quad (\text{III.3})$$

El uso de esta ecuación está restringido a valores de:

$$97.6 < G < 8930 \text{ kg}/(\text{h m}^2) \quad \text{y} \quad 820 < L < 29780 \text{ kg}/(\text{h m}^2)$$

- 4) Ecuación de Van Krevelen y Hofstizer (26)

$$H_G = 0.208 \text{ dr} \left(\frac{a'}{a} \right) Re^{0.2} Sc^{2/3} \quad (\text{III.4})$$

$$H_G = m$$

dr = Diámetro del empaque

$$a = \frac{\text{Area de superficie de empaque}}{\text{Volumen de lecho empacado}}$$

$$\frac{a}{a'} = 0.24 \left(\frac{L}{G} \right)^{0.25} \dots(26)$$

Donde:

$$L = \frac{\text{kg}}{\text{hm}^2} \quad \text{de líquido}$$

$$G = \frac{\text{kg}}{\text{hm}^2} \quad \text{de vapor}$$

$$Re' = \frac{G}{(a' \mu_G)}$$

$$\mu_G = \text{Viscosidad del gas, } \frac{\text{g}}{\text{cm seg}}$$

$$G = \frac{\text{kg}}{\text{hm}^2} \quad \text{de gas}$$

$$L = \frac{\text{kg}}{\text{hm}^2} \quad \text{de líquido}$$

$$H_G = m$$

$$Sc_g = \frac{\mu}{\rho D}$$

Las propiedades se evalúan a las condiciones promedio del sistema

μ = Viscosidad de gas (25)

$$\mu = \frac{\sum_{i=1}^n Y_i \mu_i (M_i)^{1/2}}{\sum_{i=1}^n Y_i (M_i)^{1/2}}$$

Donde:

Y_i = Composición del componente i

M_i = Peso molecular del componente i

μ_i = Viscosidad del componente i , $\frac{\text{g}}{\text{cm seg}}$

ρ_g = Densidad del gas, $\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

$$\rho_g = \frac{P \bar{M}}{RT}$$

Donde:

P = Presión de operación

\bar{M} = Peso molecular promedio de la mezcla

R = Constante de gases ideales

T = Temperatura

D_{AB} = Difusividad del gas (25)

$$D_{AB} = \frac{0.00043 (T)^{1.5} \left[\frac{1}{PM_A} + \frac{1}{PM_B} \right]}{P \left[\left(\sum_{i=1}^n v_i \right)^{1/3} + \left(\sum_{i=2}^n v_i \right)^{1/3} \right]^2}$$

T = Temperatura, °K

PM_A = Peso molecular del componente A

PM_B = Peso molecular del componente B

D_{AB} = Difusividad del gas $\frac{cm^2}{seg}$

P = Presión de operación, atm

V = Volumen de difusión atómica

5) Ecuación de Shulman (26).

$$H_G = 0.837 \left\{ \frac{1}{a'} \right\} \left\{ \frac{a'}{a} \right\} Re''^{0.36} Sc^{2/3} \quad (III.5)$$

$$Re'' = \frac{d_e G}{\mu_G (1-E)}$$

d = Diámetro de una esfera que tuviese la misma área superficial que un elemento relleno

E = Fracción de espacios libres = 0.80 para helipak

H_G = m

Los resultados se resumen en la Tabla III.5. Estos se pueden explicar de la siguiente manera:

La ecuación III.1 y III.2 son las primeras correlaciones desarrolladas en las que la altura de la unidad de transferencia depende solamente de los flujos másicos de líquido y vapor, sin considerar fenómenos de transferencia de masa ni el comportamiento del empaque.

La ecuación III.3 incluye el número de Schmidt, con lo que se considera la transferencia de masa, sin embargo, su uso está restringido para los valores de flujos másicos que se indican antes, en este trabajo los flujos másicos de líquido de los diferentes casos de operación no están dentro de este intervalo, lo que ocasiona grandes desviaciones con respecto a los valores encontrados en forma experimental, por lo que la ecuación no puede ser aplicada para predecir valores de la altura de la unidad de transferencia.

Las tres ecuaciones anteriores fueron desarrolladas para un tipo de empaque específico -como son los anillos rasching- sin considerar la forma y el área superficial del empaque, lo que ocasiona que esta ecuación no pueda usarse de una manera general en empaques muy diferentes en estos parámetros, como en el caso del Helipak, pues se obtienen predicciones poco confiables de valores de altura de la unidad de transferencia.

La ecuación III.4 incluye además, el número de Reynolds y los parámetros característicos del empaque, por lo que puede usarse en sistemas que emplean un tipo de empaque diferente al que se utiliza para el desarrollo de la correlación; sin embargo, esta ecuación predice valores demasiado bajos de altura de la unidad de transferencia si se comparan con los experimentales.

En la ecuación III.5 se involucra además de los parámetros característicos del empaque, un número de Reynolds modificado que considera la frac-

ción de espacios huecos de empaque que en combinación con el efecto en el área superficial considerada en esta ecuación hacen posible predecir los valores de altura de unidad de transferencia que se aproximan más a los encontrados experimentalmente.

En la Tabla III.5 se observa que las menores desviaciones que se tienen al emplear la correlación de Shulman se encuentran cuando se opera en la zona de carga y las desviaciones más significativas se encuentran para los valores extremos de la curva que se presenta en la gráfica III.2

TABLA III.1

DATOS DE LA EXPERIMENTACION

MEDICION	NUMERO DE EXPERIMENTO								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
ml/h DE DESTILADO	380	333.	27	358	352	493	272	488	26
ml/h DE PRODUCTO DE FONDO	194	193	380	332	300	150	206	187	380
INDICE DE REFRACCION DE DESTILADO	1.3645	1.3645	1.3640	1.3645	1.3645	1.3650	1.3640	1.3650	1.3634
INDICE DE REFRACCION DE FONDO	1.3630	1.3630	1.3630	1.3590	1.3590	1.3621	1.3621	1.3620	1.3620
° GAY LUSSAC DE DESTILADO	92	93	---	94	95	88	94	90	---
° GAY LUSSAC DE FONDO	63	62	61	61	60	56	57	55	58

T A B L A 111.2

FLUJOS MOLARES DE PRODUCTOS

CONCEPTO	NUMERO DE EXPERIMENTO								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
DESTILADO MOL/h	7.98	6.81	.53	7.41	7.29	10.92	4.31	10.86	.49
FONDO MOL/h	6.29	6.25	12.28	10.92	9.85	5.26	7.25	6.56	13.34
RELACION DE REFLUJO	.798	.918	23.18	1.473	1.351	.482	1.68	.605	27.37
COMPOSICION DOND XD EN % MOL	76.9	76.9	82.8	76.9	76.9	68.9	81.8	68.9	88.1
COMPOSICION FONDO XF EN % MOL	34.5	34.5	34.5	33.3	33.3	28.4	28.4	28.4	28.4

T A B L A I I I . 3

N U M E R O D E P L A T O S T E O R I C O S

METODO	N U M E R O D E E X P E R I M E N T O								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
MCCABE-THIELE	6	5	6	4	4	3	8	3	10
PONCHON-SAVARIT	5	5	5	4	4	3	8	3	8

T A B L A I I I . 4

A L T U R A E Q U I V A L E N T E A U N P L A T O T E O R I C O

CONCEPTO	NUMERO DE EXPERIMENTO								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
NUMERO DE PLATOS TEORICOS METODO McCABE-THIELE	6	5	6	4	4	3	8	3	10
NUMERO DE UNIDADES DE TRANSFERENCIA NOG	6.1	5.6	6.7	4.3	4.2	2.5	7.4	2.2	10.6
ALTURA DE LA UNIDAD DE TRANSFERENCIA NOG	8.2	9	7.5	11.7	12	19.6	6.8	22.4	4.7
A.E.P.T.	8.3	10	8.3	12.5	12.5	16.7	6.3	16.7	5
MASA VELOCIDAD DEL VAPOR KG/1m ²	961	880	716	1170	1103	1080	721	1138	726

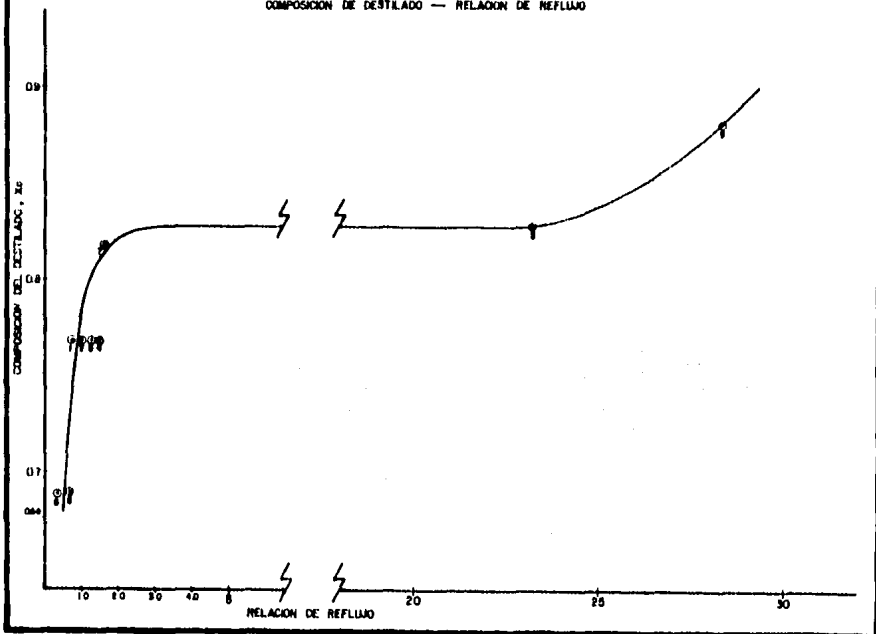
T A B L A 111.5

COMPARACION DE LA ALTURA DE LA UNIDAD DE TRANSFERENCIA, HOG,
EVALUADA CON LAS DIFERENTES CORRELACIONES

EVALUACION HOG	NUMERO DE EXPERIMENTO								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
EXPERIMENTAL	8.2	9	7.5	19.6	11.7	6.8	22.4	4.7	12
ECUACION SHERWOOD Y HOLLOWAY (111.1)	38.9	37.9	28.4	34.6	35.1	43.6	34.6	41.2	28.4
ECUACION VIVIAN Y WITNEY (111.2)	63.6	62	49.2	58.95	59.4	70	57.2	67.3	49.2
ECUACION SHERWOOD Y HOLLOWAY (111.3)	107.8	105.1	78.9	95.9	97.4	121.1	96.2	114.4	78.8
ECUACION VAN KREVELIN Y HOFFMEIER (111.4)	2.3	2.2	1.7	2.2	2.2	2.60	2	2.5	1.7
ECUACION DE SHULMAN (111.5)	7.1	6.8	5	7	6.95	8.1	5.9	7.95	5.1

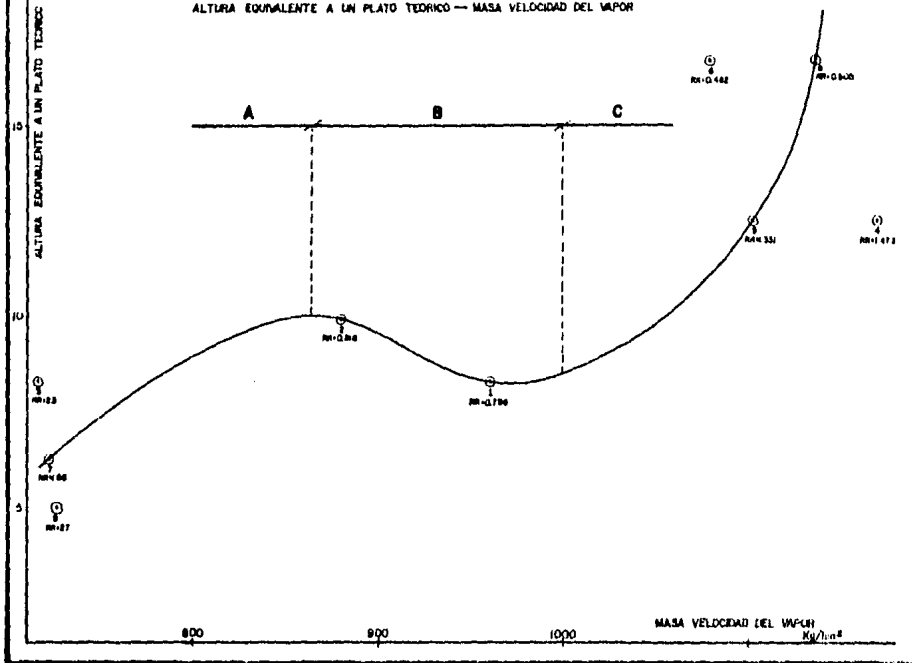
GRAFICA III.1

COMPOSICION DE DESTILADO — RELACION DE REFLUJO



GRAFICA III.2

ALTURA EQUIVALENTE A UN PLATO TEORICO -- MASA VELOCIDAD DEL VAPOR



CAPITULO IV

DISEÑO DE PRACTICA

UNIVERSIDAD

LA SALLE



**ESCUELA
DE QUIMICA**

LABORATORIO: TRANSFERENCIA DE MASA

INGENIERIA QUIMICA .

I. TEMA DESTILACION EN COLUMNAS EMPACADASII. OBJETIVO

Al finalizar la práctica, el alumno calculará el Número de Unidades de Transferencia a partir de los datos experimentales utilizando el Método de McCabe-Thiele.

III. FUNDAMENTOS TEORICOSGeneralidades

Las columnas empacadas se utilizan para establecer un contacto continuo entre un líquido y su vapor. Este contacto se logra mediante un material denominado empaque.

En una columna de platos la concentración varía en forma discontinua de un plato a otro, mientras que en una columna empacada esta variación es continua a lo largo de toda la columna. Debido a que la composición del vapor y del líquido cambian en forma diferencial, la dificultad de separación en una torre empacada se expresa en términos de Unidades de Transferencia en lugar de platos teóricos.

Balace de Materia y Línea de Operación

Los balances de materia y energía aplicados a las columnas de platos son igualmente aplicables a las empacadas, teniendo en cuenta que en éstas de bemos referirnos a un elemento diferencial de volumen limitado por dos secciones normales de la columna infinitamente próximas.

A partir del balance de materia para la sección de enriquecimiento, se puede determinar la ecuación para la línea de operación de esta sección, que es la siguiente:

$$Y_n = \frac{L_n}{G_n} X + \frac{LD X_D}{G_n} \quad (1)$$

Donde:

- Y_n = Fracción mol del vapor sección de enriquecimiento
- L_n = Flujo molar de líquido de la sección de enriquecimiento
- G_n = Flujo molar de vapor de la sección de enriquecimiento
- LD = Flujo molar de producto destilado
- X = Composición de líquido
- X_D = Composición del destilado

En forma análoga se obtiene la ecuación de la línea de operación para la sección de agotamiento:

$$Y_m = \frac{L_m}{G_m} X - \frac{LF X_F}{G_m} \quad (2)$$



Donde:

Y_m = Fracción mol del vapor de la sección de agotamiento

L_m = Flujo molar de líquido de la sección de agotamiento

G = Flujo molar de vapor de la sección de agotamiento

L_F = Flujo molar de producto de fondo

X = Composición de líquido

X_F = Composición del producto de fondo

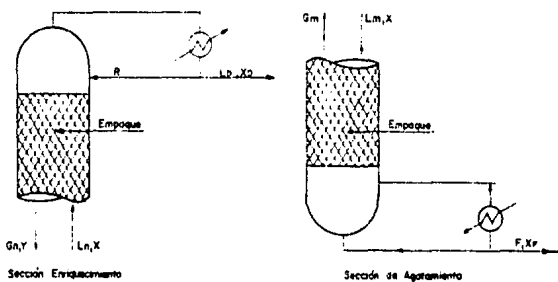


Figura 1.

La línea de la alimentación está dada por las condiciones térmicas de la alimentación que se miden por:



$$q = \frac{\text{Calor necesario para llevar una mol de alimentación desde su temperatura inicial hasta vaporizarla completamente}}{\text{Calor latente molar de vaporización de la alimentación}}$$

De acuerdo con lo anterior, la ecuación de la línea de alimentación resulta:

$$Y = \frac{q}{q-1} X + \frac{z}{q-1} \quad (3)$$

Donde:

z = Composición de la alimentación

La representación de estas líneas de operación en un diagrama de equilibrio es de la siguiente forma.

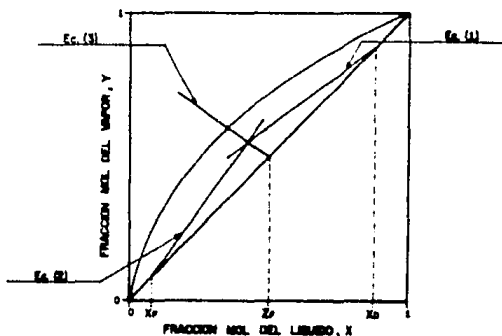


FIGURA 2

Ecuación de Diseño

La altura necesaria de empaque para lograr una separación dada, se obtiene a partir de un balance de materia en una sección diferencial de la torre.

Esta altura está dada por:

$$Z = (\text{Altura de la Unidad de Transferencia}) / (\text{Número de Unidades de Transferencia})$$

$$Z = \text{Altura total de empaque.}$$

Para la transferencia de masa se pueden distinguir dos casos: cuando ésta es controlada por la fase líquida o cuando es controlada por la fase vapor.

Cuando la mayor resistencia a la transferencia de masa se encuentra en la fase gaseosa éstos términos se expresan de la siguiente manera:

Altura de la Unidad de Transferencia

$$H_{OG} = \frac{G}{K_G \cdot a} \quad (4)$$

Donde:

H_{OG} = Altura de la Unidad de transferencia

G = Flujo molar de vapor

K_G = Coeficiente global de transferencia de masa para la fase vapor

a = Área de superficie de empaque por unidad de volumen



Número de Unidades de Transferencia

$$N_{OG} = \int_{Y_1}^{Y_2} \frac{dy}{Y^* - Y} \quad (5)$$

Donde:

- N_{OG} = Número de unidades de transferencia
- Y^* = Fracción mol del vapor en el equilibrio
- Y_1 = Fracción mol vapor inicial
- Y_2 = Fracción mol de vapor final

Si la mayor resistencia a la transferencia de masa se encuentra en la fase líquida, entonces:

Altura de la Unidad de Transferencia

$$H_{OL} = \frac{L}{K_L \cdot a} \quad (6)$$

Donde:

- H_{OG} = Altura de la unidad de transferencia
- L = Flujo molar de líquido
- K_L = Coeficiente global de transferencia de masa para la fase líquida.



Número de Unidades de Transferencia

$$N_{OL} = \int_{X_1}^{X_2} \frac{dX}{X - X^*} \quad (7)$$

Donde:

- N_{OL} = Número de unidades de transferencia
- X^* = Fracción mol del vapor en el equilibrio
- X_1 = Fracción mol líquido inicial
- X_2 = Fracción mol de líquido final

K_G y K_L se relacionan con los coeficientes individuales de transferencia k_G , k_L y la pendiente de la curva de equilibrio por las expresiones:

$$\frac{1}{K_G} = \frac{1}{k_G} + \frac{m}{k_L} \quad (8)$$

$$\frac{1}{K_L} = \frac{1}{k_L} + \frac{1}{m k_G} \quad (9)$$

Altura Equivalente a un Plato Teórico

Se denomina altura equivalente a un plato teórico, AEP_T, a la altura de empaque necesario para lograr una separación igual a la de un plato teórico.



Esta magnitud se determina experimentalmente y es función del tipo de empaque, de los flujos de líquido y vapor y de su composición. Es necesario disponer de un gran número de datos experimentales para obtener una correlación que permita su evaluación y poder utilizarla en el cálculo de columnas empacadas.

IV. DESCRIPCION DEL EQUIPO

Columna De Destilacion Empacada

El equipo utilizado para el desarrollo de la práctica se encuentra instalado en el Laboratorio de Física en la Escuela de Química de la Universidad La Salle. Está ubicado en un lugar en el cual se cuenta con los servicios requeridos, como son agua, energía eléctrica y drenaje.

El equipo que se utiliza en el experimento se muestra en la Figura 5 y está constituido por los equipos que se indican en la Tabla 1.

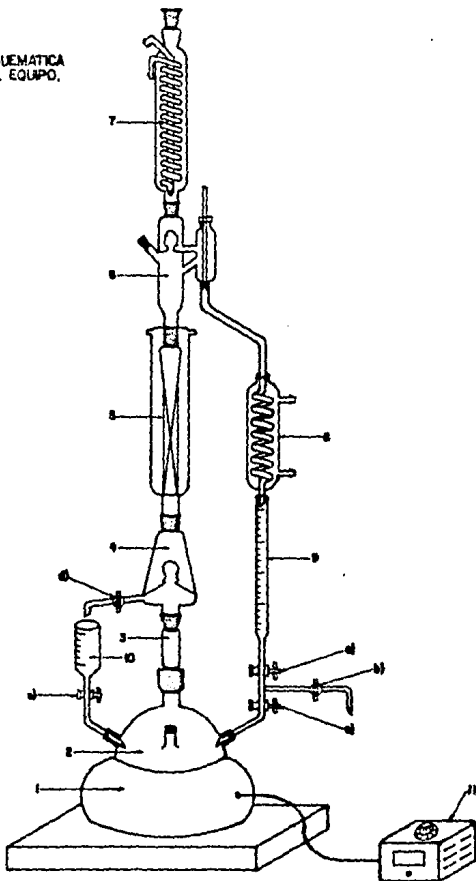
A continuación se describe la forma en que está conectado el equipo.

El rehervidor de la columna está constituido por los siguientes equipos: el matraz bola (2) de 4 bocas que tiene una capacidad de 5 lt. se coloca sobre la cesta de calentamiento (1), que suministra el calor requerido para efectuar la destilación, dicho calentamiento se regula con un reostato (11).

En la boca principal del matraz bola se coloca el conector (3) que reduce



REPRESENTACION ESQUEMATICA
DE LA CONEXION DEL EQUIPO.
FIGURA 3



T A B L A 1APARATO DE DESTILACION EN COLUMNAS EMPACADASL I S T A D E E Q U I P O

<u>DESCRIPCION</u>	<u>No.</u>
CESTA DE CALENTAMIENTO	1
MATRAZ DE BOLA DE 1 BOCAS	2
CONECTOR	3
RECOLECTOR DE FONDOS	4
COLUMNA EMPACADA	5
CABEZA DE DESTILADO	6
CONDENSADOR	7
ENFRIADOR	3
BURETA DE 100 ml VALVULAS a, b, c	9
BURETA DE 100 ml VALVULAS d, e	10
REOSTATO	11



el diámetro de 50 mm a 25 mm y une el colector de fondos (4) con el matraz bola. El colector de fondos se asemeja a un matraz Erlenmeyer y en su interior tiene una cachucha de vidrio que permite coleccionar el líquido, y al mismo tiempo el paso de vapor a través de sus orificios (ver Figura 4). Este se conecta con la columna empacada (5) cuyas dimensiones son 60 cm de largo y 2.4 cm de diámetro. La columna tiene una chaqueta de vacío que sirve como medio aislante para evitar las pérdidas de calor en esta zona.

La columna está rellena de un empaque en forma de espirales hechas de acero inoxidable denominado Kelipak y que tiene como medidas 4.4 mm de altura, 4.4 mm de largo y 2.3 mm de ancho (ver Figura 5). El empaque está soportado en la columna por una malla de alambre colocada en el fondo de ésta. La altura empacada de la columna es de 50 cm.

Por arriba de la columna se encuentra una cabeza de destilado (6), ésta tiene una cachucha de vidrio con la misma función que la del colector de fondos. En la cabeza de destilado se controla la relación de reflujo, mediante una aguja de vidrio, la cual regula el paso de líquido y permite fijar el flujo de éste, que se obtiene como producto y el que regresa por el interior de la columna; esto es, la aguja al elevarse permite el paso del destilado por fuera de la columna, o bien, si ésta se baja completamente, cierra el paso por fuera y lo permite por el interior como se muestra en la Figura 6.

En la parte superior de la cabeza de destilado está conectado un condensador de producto (7) que mide 30 cm de largo y 5 cm de ancho, tiene un serpiente por dentro que se encuentra colocado verticalmente.

Conectado en forma lateral a la cabeza de destilado hay un enfriador de producto (8) que se une a una bureta de 100 ml (9), la cual permite medir el volumen de destilado líquido que se obtiene y consta de tres válvulas.



FIGURA 4

COLECTOR DE LIQUIDO DE FONDO

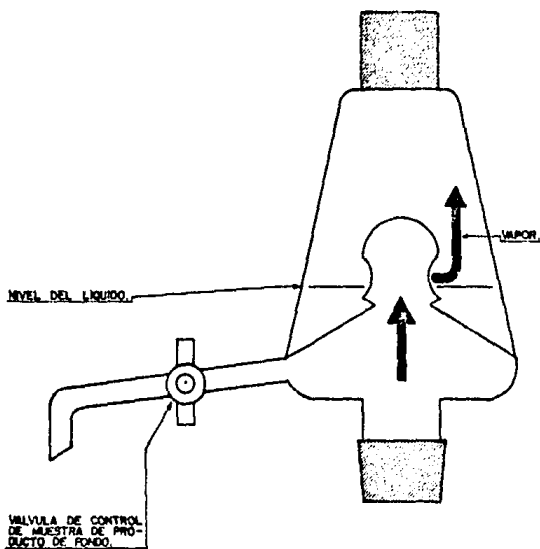
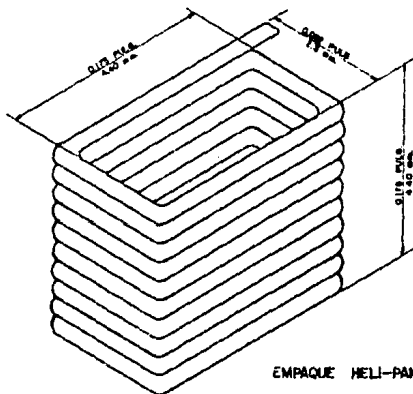




FIGURA 5



EMPAQUE HELI-PAK.

CARACTERÍSTICAS DEL EMPAQUE :

NOMBRE: HELI-PAK.

DIMENSIONES: mm. (PULG.): 44,44,23,(0.175,0.175,0.0982).

ÁREA DE SUPERFICIE DEL EMPAQUE, d^2 m²/m³, (F²/L³); 190,(21).

VOLUMEN LÍQUIDO EMPACADO

FACTOR DE EMPAQUE: 960.

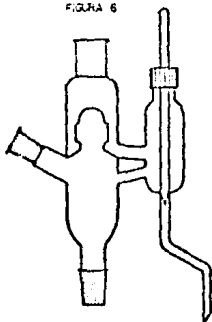
MATERIAL: A-308 A.I.

DENSIDAD: Kg/LI. (LB/LI); 134,(2.5).

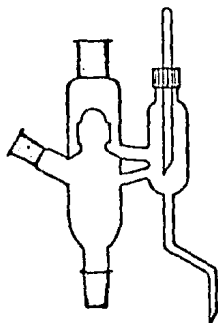
ÁREA DEL EMPAQUE: cm²,(in²); 143,(0.2217).



FIGURA 6



CABEZA DE REFLUJO
CERRADA



CABEZA DE REFLUJO
ABIERTA



identificadas como a, b y c, con las cuales se controla la toma de muestras y el regreso del producto destilado al rebovidor.

En el colector de fondos que se localiza en el fondo de la columna, existe una salida lateral de producto controlada por una válvula (d), el producto que sale por ésta se recibe en una bureta de 100 ml (10), lo cual permite medir el flujo volumétrico de éste. Esta bureta se encuentra conectada a una boquilla del matraz bola. A la salida de ésta existe una válvula (e) que permite regular el nivel de líquido en la misma.

La temperatura del vapor en la parte superior de la columna se mide con un termómetro que se coloca en una boquilla lateral de la cabeza de destilado.

La temperatura del fondo de la columna se determina mediante un termómetro que se instala en una de las boquillas del matraz bola.

De acuerdo con lo descrito anteriormente, la alimentación a la columna de destilación es por el fondo de ésta, por lo cual sólo cuenta con la sección de enriquecimiento o rectificación.

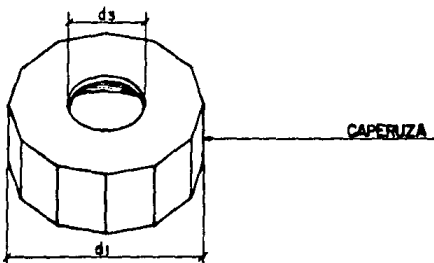
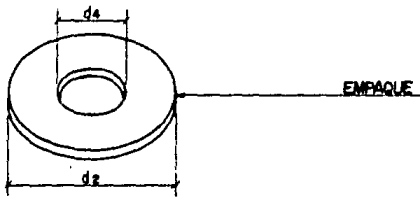
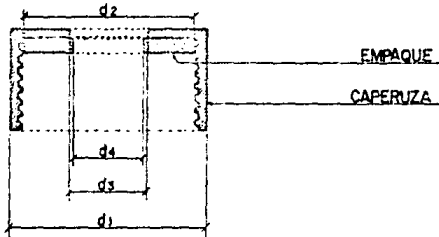
Los termómetros y las buretas (9 y 10), se colocan en las boquillas indicadas mediante una caperuza de unión roscada que tiene un empaque de hule (ver Figura 7), el cual se pone en el interior de la caperuza con el objeto de lograr que no existan fugas en el sistema.

V. DESCRIPCION DE OPERACION

Antes de iniciar la operación es necesario lo siguiente.



FIGURA 7





- Que el equipo esté limpio.
- Que las juntas estén perfectamente unidas para evitar fugas ya que el sistema se encuentre en operación.
- Suministrar agua al condensador y al enfriador de producto abriendo las válvulas que controlan la entrada de ésta a los equipos antes mencionados.
- Colocar termómetros en la cabeza de reflujo y en el matraz bola.
- Conectar al reóstato a la cesta de calentamiento y éste a su vez a la corriente de energía eléctrica.

Una vez instalado el equipo, el matraz bola de 4 bocas se llena con la mezcla que se desea separar a 2/3 partes de su capacidad, y el calor se suministra a ésta con la cesta de calentamiento, regulándose mediante un reóstato que controla la intensidad de corriente.

La mezcla debe calentarse hasta alcanzar la ebullición, momento en el cual los vapores ascienden a través de todo el equipo y llegan al condensador donde al ser enfriados con agua se condensan totalmente y regresan como líquido al colector de destilado y a la cabeza de reflujo, equipo en el que se fija la relación de reflujo que se desea, ya sea reflujo total o reflujo parcial.

Si se desea reflujo total, la aguja que controla la operación en la cabeza de reflujo se baja totalmente, de tal forma que el paso de líquido hacia la bureta quede cerrado y descienda por la parte interna de la columna. Si la aguja se baja solo parcialmente, se obtiene producto destilado por la bureta y líquido que se regresa como reflujo a la torre.



A continuación se indican los pasos a seguir en la experimentación:

- 1) Al poner en funcionamiento el equipo se trabaja a reflujo total para lograr las condiciones de equilibrio del sistema, y por otro lado, es necesario que el colector de fondos alcance un nivel de líquido total, que derrame por el interior de la columna para establecer el equilibrio líquido-vapor, ver Figura 4.
- 2) Para que el nivel del líquido requerido en el colector de fondos se logre en menos tiempo, la columna se deja inundar aproximadamente al 60%, en este momento se interrumpe el calentamiento de la mezcla, lo que provoca que el líquido retenido en la columna descienda bruscamente logrando de esta manera el nivel deseado.
- 3) Una vez que se han alcanzado las condiciones de equilibrio, lo cual puede determinarse al medir la temperatura en la cabeza de reflujo y en el rehervidor, ya que estas permanecen constantes, se procede a fijar la relación de reflujo de operación.
- 4) Ya que se ha logrado establecer un régimen estacionario en el sistema a las condiciones de operación fijadas, se procede a medir el flujo volumétrico del destilado y del líquido de fondos. Con el objeto de evitar desestabilizar la operación es conveniente seguir el procedimiento que se indica a continuación:
 - a) Se mide el flujo volumétrico de la corriente de destilado producido, para ello es necesario cerrar las tres válvulas a, b y c de la bureta, lo que permite la acumulación del líquido y poder de-



terminar el tiempo en el que se obtienen 2 ó 3 ml de producto. -- Realizado lo anterior se abren las válvulas a y b y se toma muestra del producto, se cierra la válvula b y se abre la válvula c, para permitir el retorno de líquido hacia el matraz bola. La --- muestra se analiza para determinar la composición mediante su índice de refracción.

- b) Se abren las válvulas d y e para desalojar el líquido retenido en el colector de fondos, ya que éste no es representativo del producto de fondos, debido a que se acumuló como resultado de la inundación en la columna. Se permite que parte del líquido que se está desalojando del colector permanezca en la bureta para tener un nivel del líquido que facilite medir el flujo volumétrico que se determina por la cantidad de líquido que cae en la bureta por hora.

Por último se toma muestra del producto de fondos, para ello es necesario abrir la válvula d. También esta muestra se analiza mediante la determinación de su índice de refracción.

Si se desea fijar una nueva relación de reflujo deberá repetirse la operación desde el paso 2.

Una vez terminada la operación, el calentamiento debe ser interrumpido, sin embargo, la circulación de agua en el condensador y en el enfriador debe continuar hasta que la temperatura del matraz bola haya descendido lo suficiente para evitar pérdidas excesivas de vapor en el sistema.



VI RESULTADOS.

REFLUJO	1	2	3
FLUJO VOLUMETRICO DOMO ml./h.			
FLUJO VOLUMETRICO FONDO ml./h.			
TEMPERATURA DOMO °C			
TEMPERATURA FONDO °C			
INDICE DE REFRACCION DE DOMO n_D^{20}			
INDICE DE REFRACCION DE FONDO n_F^{20}			

VII. CUESTIONARIO

- 1) En la destilación, al llevarse a cabo la transferencia de masa ocurre el fenómeno de difusión, ¿de qué tipo es esta difusión?
- 2) El coeficiente global de transferencia de masa del lado de la fase gaseosa está relacionado de la siguiente forma:

$$1/K_y = 1/k_y + m/K_x$$

si m es la pendiente de la línea de equilibrio y si esta m fuera muy pequeña, ¿a qué conclusiones llega al analizar la ecuación anterior?

- 3)Cuál es la diferencia que existe entre los siguientes coeficientes de transferencia de masa global?

$$K_y \text{ y } K'_y$$

- 4) Los coeficientes de transferencia de masa se representan de acuerdo a la fuerza directora que se está utilizando, a continuación se tienen varios coeficientes, indique qué fuerza directora se utiliza para cada uno de ellos:

$$K_x ; K_y ; K_G ; K_L$$



- 5) ¿Cómo varía la concentración a lo largo de una columna empacada y - de una columna de platos?
- 6) Describa en que consiste el fraccionamiento.
- 7) Si se representa en un diagrama y vs x el balance de materia de -- una torre, ¿qué se obtendría?
- 8) En destilación, ¿a qué se le conoce como un agotador?
- 9) ¿A que se le conoce como reflujo externo?
- 10) Si se varía el reflujo externo, ¿varía el coeficiente de transferencia de masa?
- 11) Básicamente en una columna de destilación se distinguen 2 líneas de operación, indique cuáles son éstas.
- 12) ¿Qué relación da la pendiente de la línea de operación en la zona de enriquecimiento?
- 13) Si se aumenta el reflujo externo, ¿cómo se espera que esto afecte a la separación?
- 14) En un diagrama McCabe-Thiele, dibuje la línea de operación de la sección de enriquecimiento.



- 15) ¿En qué casos se recomienda utilizar columnas empacadas en lugar de columnas de platos?
- 16) Si se aumenta la carga térmica del rehervidor, ¿se favorece la separación?; explique su respuesta.
- 17) ¿Es posible aplicar los balances de materia y energía de una columna de platos a una de empaque?
- 18) ¿Cuáles son las consideraciones que se hacen en el método McCabe---Thiele?
- 19) Describa los métodos que existen para la determinación del número de platos teóricos en una columna de empaque.
- 20) ¿Cómo se define la Volatilidad Relativa?
- 21) ¿Qué es reflujo total?
- 22) ¿Cómo se calcula el número mínimo de platos teóricos?
- 23) ¿A qué se llama relación de reflujo óptimo; cómo se obtiene?
- 24) ¿Cómo afecta un aumento en la relación de reflujo a los costos de operación?



- 25) Describa brevemente los principios de la destilación por rectificación.
- 26) Mencione 5 tipos de rehervidores.
- 27) En un diagrama X-Y, dibuje la línea q para las diferentes condiciones térmicas de la alimentación.
- 28) Si $q = 1$ y $q = 0$, ¿en qué condiciones térmicas se encuentra la alimentación?
- 29) ¿Cómo se calcula la altura de empaque necesaria para llevar a cabo una determinada separación?
- 30) ¿Cómo se define unidad de transferencia?
- 31) ¿Cómo se define altura de la unidad de transferencia?
- 32) ¿Cómo se define el punto de inundación; cómo se determina experimentalmente?
- 33) ¿Cómo se define el punto de carga; cómo se determina experimentalmente?
- 34) ¿Qué características deben considerarse en la selección de empaque?



- 35) Para un servicio determinado, qué criterios existen en la selección del tamaño de empaque?
- 36) ¿En qué casos se recomienda el empleo de redistribuidores de líquido; cuántos tipos de ellos existen?
- 37) ¿Cuántas formas de empacar una columna conoce; cómo se selecciona una de ellas?
- 38) Al compararse 2 empaques diferentes, se encuentra que uno de ellos tiene mayor área de empaque por volumen de lecho empacado, ¿cuál de estos 2 empaques favorece más la separación?
- 39) ¿Qué es el factor de empaque?
- 40) ¿En qué punto una columna empacada es más eficiente?
- 41) ¿Cuál es el porcentaje de inundación máximo recomendado para lograr una operación adecuada de una columna empacada?
- 42) ¿Cuántos tipos de retención de líquido hay; cuáles son?
- 43) El equipo usado en la práctica, ¿es un agotador, un enriquecedor o una combinación de ambos?



- 44) En el equipo usado en la práctica, ¿qué medio de calentamiento se utiliza para llevar a cabo la destilación?
- 45) ¿Es necesario conocer la temperatura del destilado para los fines de esta práctica?
- 46) ¿De qué manera se tomarán los gastos de destilado y residuos en la práctica?
- 47) Al operar el equipo a diferentes reflujos es necesario tomar ciertos datos que serán útiles para llevar a cabo los cálculos, ¿cuáles son estos datos?
- 48) Describa la técnica con que operará el equipo que se utiliza en la práctica.
- 49) En la práctica, ¿cómo determina la composición de los productos de destilado y fondos?
- 50) El condensador que se utiliza en la práctica, ¿es total o parcial; porqué?

VIII. ANÁLISIS DE RESULTADOS

Para el análisis de resultados se sugiere seguir el esquema que a continuación se presenta.

- 1) Presente la información experimental en forma tabular.
- 2) Calcule el Número de Platos Teóricos.
- 3) Calcule el Número de Unidades de Transferencia.
- 4) Calcule la Altura Equivalente a un Plato Teórico.
- 5) Calcule la Altura de la Unidad de Transferencia a partir de los datos experimentales.
- 6) Compare la altura de la Unidad de Transferencia experimental con la que calcula a partir de la correlación de Shulman (*).
- 7) Elabore conclusiones y recomendaciones.

BIBLIOGRAFIA

- 1) Foust , S.A. y Wenzel, A.L.
Principios de Operaciones Unitarias
Primera Edición en Español
C.E.C.S.A.
México, 1978

- 2) Ludwig E. Ernest
Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants, Vol. II
1a. Edición
Gulf Publishing Company
Houston, 1964

- 3) Ocon G.J., Tojo B.G.
Problemas de Ingeniería Química, Tomo I
3a. Edición
Ed. Aguilar
Madrid, 1978

- 4) Perry H.R., Chilton, H.C.
Chemical Engineers' Handbook
5a. Edición
McGraw-Hill



- 5) Treybal E. Robert
Operaciones de Transferencia de Masa
2a. Edición en Español
McGraw-Hill
México, 1980
- 6) Van Winkle M.
Distillation
McGraw-Hill
New York, 1967
- 7) Sawitowsky, H.
Métodos de Cálculo en los Procesos de Transferencia de Materia
1a. Edición en Español
Alhambra, S.A.
Madrid, 1967

DISTRIBUCION DE ACTIVIDADES

A continuación se sugiere la distribución del tiempo en el desarrollo de la práctica.

Preparación del Equipo: 40 minutos

Este tiempo se estima si se considera que el equipo está ya instalado y lleno con la mezcla que se va a separar. Por lo que la preparación del equipo consistirá en calentar la mezcla hasta que se alcance el régimen permanente a reflujo total.

Es conveniente iniciar la práctica con la preparación del equipo, de tal forma que mientras se alcanza el régimen permanente en la torre se pueda aplicar un examen de conocimientos a los alumnos.

- Aplicación de Examen: 20 minutos

- Desarrollo de la práctica:: 60 minutos



I X. A N E X O S



UNIVERSIDAD LA SALLE

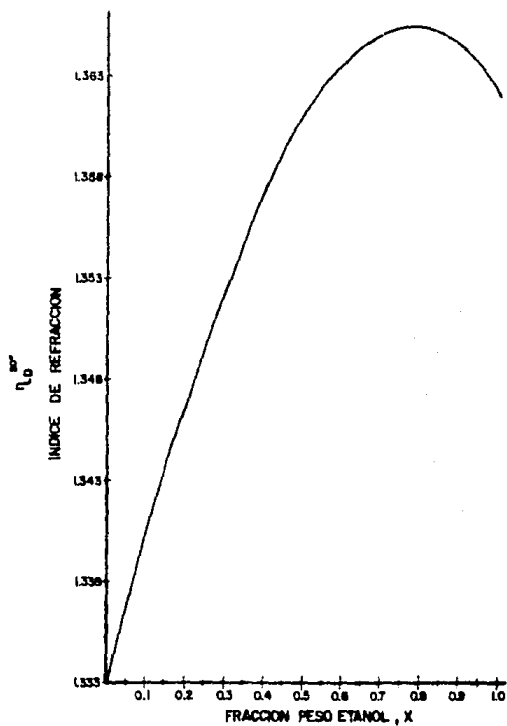
GRUPO

FECHA

HOJA

DE

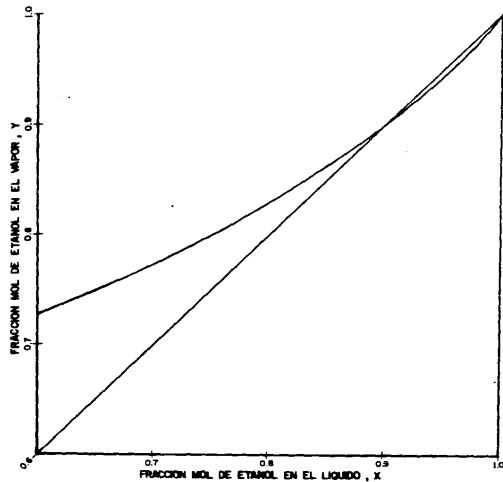
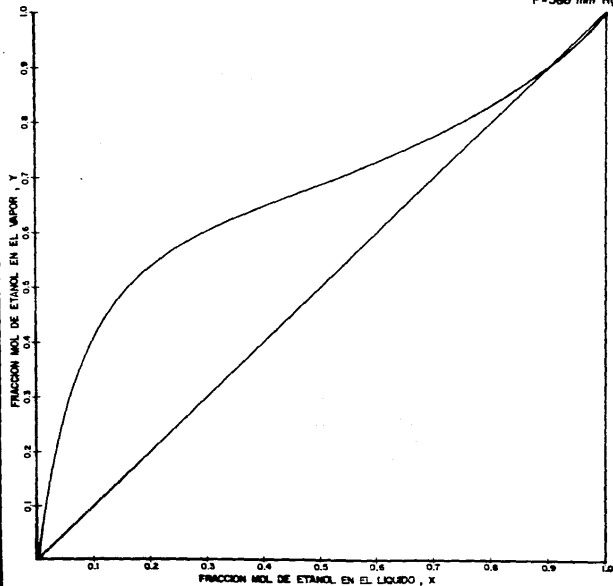
CURVA DE CALIBRACION
% PESO — INDICE DE REFRACCION





UNIVERSIDAD LA SALLE

DIAGRAMA X—Y.
CURVA DE EQUILIBRIO SISTEMA ETANOL—AGUA
P=586 mm Hg



C O N C L U S I O N E S

El sistema que se recomienda para la realización de la práctica es la mezcla etanol-agua.

De la comparación del método de Ponchon-Savarit y el método de McCabe-Thiele para el cálculo del número de platos teóricos requeridos para la separación, se concluye que el método de McCabe-Thiele es confiable para este cálculo a pesar de tratarse de una mezcla no ideal y se recomienda en el desarrollo de la práctica dada su simplicidad.

Es posible utilizar como aproximación la correlación de Shulman en la predicción de la Altura de la Unidad de Transferencia para el sistema estudiado.

B I B L I O G R A F I A

- 1) Ayres H.G.: Análisis Químico Cuantitativo, 2a. Ed., Harla: México, 1970.
- 2) Barna A.B., R.F. Ginn: Tray Estimates for Low Reflux, Hydrocarbon Process., Mayo, 1985.
- 3) Bausch & Lomb: ABBE-3L Refractometer, Operator's Manual, Bausch & Lomb Incorporated, Rochester, New York, 1980.
- 4) Chin J.C.: Distillation Equilibrium Data, Reinhold Publishing Co., New York, 1950.
- 5) Díaz M.M.: Análisis y Resolución de Problemas Frecuentes en Destilación Auxiliado por Microcomputadoras Lenguaje BASIC, Tesis Profesional, Escuela de Química, U.L.S.A., 1985.
- 6) Deed W.D., Schutz W.P., Drew B.T.: Comparison of Rectification and Desorption in Packed Columns, Ind. Eng. Chem., Junio, 1947.
- 7) Fair J.R., Bolles L.W.: Modern Design of Distillation Columns, Chem. Eng., Abril, 1968.

- 8) Foust S.A., Wenzel A.L., Clump W.C., Maus L. y Andersen B.L.: --- Principios de Operaciones Unitarias, 1a. Ed., C.E.C.S.A., 1978.
- 9) García O.J. y Barreiro T.G.: Problemas de Ingeniería Química, Tomo I, 3a. Ed., Madrid, 1978.
- 10) González H.A. y Valiente B.A., Laboratorio de Transferencia de Masa, U.N.A.M., Facultad de Química, 1984.
- 11) Henley J.E., Seader D.J.: Equilibrium - Stage Separation Operation in Chemical Engineering, John Wiley & Sons, New York, 1981.
- 12) Holland D.C.: Fundamental of Multicomponent Distillation, 1a. Ed., McGraw-Hill, U.S.A., 1981.
- 13) Koshy D.T., Rukovena F.: Reflux and Surface Tension Effects on Distillation, Hydrocarbon Process., Mayo, 1986.
- 14) Kuehner C.E.: 2, 3 - Dimethylpentane and 2 - Methylhexane as a Test Mixture for Evaluating Highly Efficient. Fractionating Columns, - J. Res, Nat, Bureau Stand. A. Physics Chem., Enero - Febrero, 1963.
- 15) Ludwig E.E.: Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants, Vol. 2, 1a. Ed., Gulf Publishing Company, Houston, 1964.

- 16) McCabe L.W., Smith C.J.: Unit Operations of Chemical Engineering, 3a. Ed., McGraw-Hill, U.S.A., 1976.
- 17) McCabe L.W., Thiele W.E.: Graphical Design of Fractionating Columns, Ind. Eng. Chem., Junio, 1925.
- 18) McNair H.M., Bonelli J.E.: Basic Gas Chromatography, 5a. Ed., Varian, U.S.A., 1969.
- 19) Murch P.D.: Height of Equivalent Theoretical Plate in Packed Fractionation Columns, Ind. Eng. Chem., Diciembre, 1953.
- 20) Ortego C.S., Mans T.C. y Costa L.J.: Estimación de la Eficacia de las Columnas de Rectificación de Relleno, Ingeniería Química, Junio, 1982.
- 21) Pecsok L.R. y Shields D.L.: Métodos Modernos de Análisis Químico, --- Limusa, México, 1977.
- 22) Perry H.R., Chilton H.C.: Chemical Engineers' Handbook, 5a. Ed., --- McGraw-Hill, 1973.
- 23) Podbielniak, Inc.: Laboratory Fractional Distillation Apparatus, Cat. 2-163, U.S.A.
- 24) Poncelis B.F.: Estudio de una Columna de Rectificación Intermitente para la Separación de una Mezcla Alcohol-Agua, Tesis Profesional, Facultad de Química, U.N.A.M., 1970.

- 25) Reid C.R., Praustnitz M.J. , Sherwood K.T.: The Properties of Gases and Liquids, 3a. Ed., McGraw-Hill, 1972.
- 26) Sawitoswski, H.: Métodos de Cálculo en los Procesos de Transferencia de Materia, 1a. Ed., Alhambra, España, 1967.
- 27) Shriner L.R., Fauson C.R. y Curtin Y.D.: Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos, 5a. Ed., Limusa-Wiley, México, 1972.
- 28) Smith M.J., Van Ness C.H.: Introduction to Chemical Engineering - Thermodynamics, 3a. Ed. McGraw-Hill, U.S.A., 1975.
- 29) Skoog A.D. y West M.D.: Análisis Instrumental, 1a. Ed., Nueva Editorial Interamericana, 1975.
- 30) Suárez M.A.: Estudio de la Eficiencia de la Columna de Destilación del Laboratorio de Ingeniería Química con el Sistema Benceno-Heptano, Tesis Profesional, Facultad de Química, U.N.A.M., 1976.
- 31) Thompson V.E. y Ceckler H.W., Introducción a la Ingeniería Química, 1a. Ed., McGraw-Hill Latinoamericana, Bogota, 1979.
- 32) Timmermans J.: The Physico-Chemical Constants of Binary Systems in Concentrated Solutions, Vol. 1, Interscience Publisher, Inc., New York, 1959.

- 33) Treybal E.R.: Operaciones de Transferencia de Masa, 2a. Ed., McGraw-Hill, México, 1980.
- 34) Valiente A. y Stivalet C.R.: Problemas de Balances de Energía, 1a. Ed., Alhambra Mexicana, 1982.
- 35) Van Winkle M.: Distillation, McGraw-Hill, U.S.A.
- 36) Van Winkle M., Todd G.W.: Optimum Fractionation Design by Simple -- Graphical Methods, Chem. Eng., Septiembre, 1971.
- 37) Waggoner C.R.: Distillation on Packed Beds, Hydrocarbon Process., Diciembre, 1981.
- 38) Weast C.R.: Handbook of Chemistry and Physics, 53a. Ed., The Chemical Rubber Co., 1973.
- 39) Willard H.H., Merritt L.L., Dean A.J. y Settle A.F.: Instrumental -- Methods of Analysis, 6a. Ed., D. Van Nostrand, 1981.
- 40) Zimmerman T.O. y Larvine I.: Chemical Engineering Laboratory Equipment, 1a. Ed., Industrial Research Service, U.S.A., 1946.