

70
2ej.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA



INSTALACION Y ACONDICIONAMIENTO DE UNA TORRE DE DESTILACION CON FINES DIDACTICOS PARA EL LABORATORIO DE INGENIERIA QUIMICA



EXAMEN PROFESIONAL
FACULTAD DE QUIMICA

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO
P R E S E N T A:
FRANCISCO JAVIER OLIVAR PASTELIN

MEXICO, D. F.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1989





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.

Indice

INTRODUCCION	1
a) OBJETIVOS	1
CAPITULO 1	
GENERALIDADES SOBRE EL METODO DE DESTILACION	3
a) Definición de destilación.	4
b) Agente de separación.	6
c) Factor de separación.	8
d) Factor de separación inherente.	9
e) Sistemas vapor-líquido.	10
f) Sistema binarios.	13
g) Tipos de destilación.	17
h) Separación de mezclas complejas.	21
CAPITULO 2	
METDO DE ENTALPIA-COMPOSICION.	23
CAPITULO 3	
SELECCION DEL EMPAQUE.	
a) Anillos Raschig de cerámica.	38
b) Silletas tóricas tipo intalox de cerámica.	39
c) Columnas de relleno frente a columnas de platos.	41
CAPITULO 4	
OPERACION DE TORRES EMPACADAS.	44
a) Retención.	45

b) Carga e inundación.	46
c) Distribución de la torre.	48

CAPITULO 5

FACTORES DE RENDIMIENTO.

a) Caída de presión.	49
b) Distribución de gas y líquido.	50

CAPITULO 6

DESCRIPCION DEL EQUIPO.

52

CAPITULO 7

OPERACION DE LA COLUMNA.

a) Selección de la mezcla.	70
b) Operación de la columna.	71
c) Recomendaciones.	73

CAPITULO 8

CORRIDAS EXPERIMENTALES.	74
ANALISIS DE RESULTADOS	104
CONCLUSIONES.	108

INTRODUCCION

El presente trabajo se inició al recibir el equipo desarmado de una columna de destilación tipo empacada a la cual le faltaban muchas piezas como son: el codo de reflujo, cachucha de reflujo, intercambiador de calor para el condensado, el empaque de porcelana con que se llenará la columna, tanque para el destilado y para la alimentación, así como toda la instrumentación. Se empieza por acondicionar el equipo haciendo valoraciones económicas pues a recomendación del ingeniero que la diseñó: "este equipo puede trabajar cualquier sustancia ya que esta construída con acero inoxidable".

Las condiciones de operación son a criterio de su servidor pues se desconocen las bases de diseño, memorias de cálculo y las condiciones de operación de todo el equipo, es por eso que se escogió rellenar con anillos Raschig de 1 plg. (la justificación se detalla más adelante y lleva cada tramo de la columna un soporte de anillo y también un difusor de flujo).

Creo conveniente aclarar que en este trabajo no se busca optimizar la operación del equipo completamente pero sí dejar criterios para aquellos alumnos que estén interesados en ayudar a esta nuestra casa de estudios.

OBJETIVOS.

Instalar y acondicionar una torre de destilación para ser utilizada con fines didácticos y de recuperación de reacti

vos provenientes de los laboratorios de esta Facultad en condiciones seguras.

CAPITULO 1

Generalidades sobre el método de destilación

La destilación es un proceso de equilibrio con agente de separación por energía y por lo tanto, es ventajoso desde un punto de vista de consumo de energía cuando se requieren varias etapas. La destilación no implica fases sólidas y por consiguiente tiene relativas ventajas sobre la cristalización que es otro proceso con agentes separados por energía. En la destilación no se añade un agente de separación contaminante y puede hacerse fácilmente en etapas en un recipiente único. Dada esta favorable combinación de factores, no es una coincidencia que la destilación sea el proceso de separación usado con más frecuencia en la práctica, al menos en lo referente a operaciones unitarias a gran escala; por ejemplo, en la industria petrolera.

En la selección de procesos adecuados de separación se empieza por considerar la destilación, a menos que no haya una razón clara de porque ésta no es apropiada, la operación será un buen candidato.

Los factores que más comúnmente están en contra de la destilación son:

- i) Deterioro y/o descomposición del producto.
- ii) Factor de separación cercano a la unidad.
- iii) Al usar la destilación se fuerze el uso de condiciones extremas de presión y temperatura.

a) DEFINICION DE DESTILACION.

Es la operación unitaria que tiene por objeto separar los componentes de una mezcla líquida aprovechando sus diferencias de volatilidad y por lo tanto esta basado en las diferencias de los puntos de ebullición, esta separación se obtiene en repetidas etapas de vaporización y condensación.

La separación tiene su fundamento en el hecho de que al entrar en ebullición la mezcla líquida, emite vapores con un alto contenido de los componentes de presión de vapor más grande, es decir, los componentes más volátiles; estableciendo se una diferencia entre las concentraciones de cada componente una diferencia entre las concentraciones de cada componente en ambas fases este principio es, a su vez, condición necesaria para realizar el fraccionamiento sin introducir componentes auxiliares.

Al iniciar el estudio de la destilación es necesaria disponer de los datos que relacionan las composiciones del equilibrio líquido-vapor del sistema a separar con las temperaturas.

La obtención de estos datos se realiza por métodos teóricos o experimentales y que al ser representados en diagramas se sigue la marcha de la destilación.

En la mayoría de los procesos de separación, los factores de separación reflejan diferencias en las propiedades globales (presión de vapor, calor latente de vaporización, tensión superficial, viscosidad, difusividad, etc.), o macroscópicas a medir de las especies a separar. Para la destilación la propiedad global más conveniente es la presión de vapor, modificada por los coeficientes de actividad en la solución.

Existen algunas diferencias en las propiedades globales que pueden ser atribuidas a las moléculas por ellas mismas las cuales se llamarán propiedades moleculares. La determinación de la relación entre las propiedades globales y las moleculares es una de las metas más frecuentes de la investigación física y química.

En la literatura se pueden encontrar correlaciones para predecir las propiedades moleculares conocidas; para predecir las propiedades moleculares conocidas; para mayor información revise las siguientes citas bibliograficas: 4,5 y 7 ubicados al final de este trabajo.

En la destilación existe un factor de separación y es dependiente del momento dipolar - la polarización; el momento dipolar es igual a la magnitud de la carga electrotática multiplicada por la distancia entre los centros de las cargas y polarizar significa: modificar los rayos luminosos por medio de

de refractarse o reflejarse de nuevo en ciertas direcciones. Las moléculas polares interaccionan más fuertemente con otras moléculas no polares del mismo tamaño dando como resultado que una sustancia polar tiene una presión de vapor más baja que -- una especie no polar siendo ambas del mismo peso molecular, -- las sustancias polares se disuelven más rápido en disolventes polares.

La polarización de una sustancia refleja la tendencia para que un dipolo sea inducido en una molécula de esa sustancia debido a la presencia de una molécula dipolar cercana. Dicha polarización de las moléculas dependen del tamaño y también de la movilidad de los electrones en varios enlaces de su interior.

Los electrones en anillos aromáticos y en menor extensión en enlaces olefínicos, son más móviles que los electrones de enlaces sencillos covalentes y por consiguiente imparten -- una gran polarización a la molécula. Una molécula más polarizable puede tener a una presión de vapor más baja y tendrá una mayor solubilidad en un disolvente polar.

b) AGENTE DE SEPARACION.

En la figura 1 se muestra un esquema de un proceso de separación.

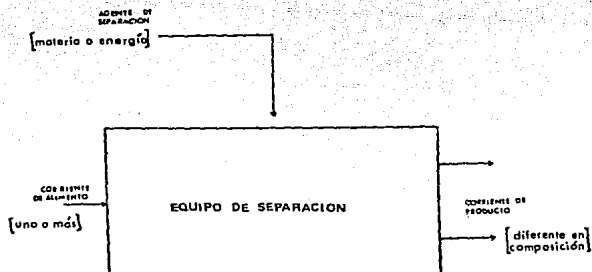


figura 1.

El proceso consiste en una o varias corrientes de materia que constituyen la alimentación y hay como mínimo dos corrientes de materia que serán producto, que difieren en composición. La separación es causada por la adición de un agente de separación que toma la forma de otra corriente de materia o de energía.

En un proceso de evaporación la alimentación es un líquido y el agente de separación es calor (energía), el cual -- provoca la formación de una fase vapor mediante ebullición. Los productos son: el vapor enriquecido en los componentes -- más volátiles y el líquido que queda.

c) FACTOR DE SEPARACION

El grado de separación que se puede obtener con cualquier proceso de separación se indica mediante un factor de separación que se define en función de las componentes del producto:

$$\alpha_{ij}^s = \frac{\chi_{i1} / \chi_{j1}}{\chi_{i2} / \chi_{j2}} \quad (1)$$

El factor de separación, α_{ij}^s , entre los componentes "i" y "j" es la razón de las fracciones molares de los dos componentes en el producto 1 dividido por la razón en el producto 2.

Una separación efectiva se consigue cuando el factor de separación difiere significativamente de la unidad, si $\alpha_{ij}^s = 1$, no existe separación de los componentes "i" y "j". Si $\alpha_{ij}^s > 1$ el componente "i" tiende a concentrarse en el producto 1 más que el componente "j" y este último tiende a concentrarse en el producto 2 en mayor cantidad que el componente "i". Por otro lado, si $\alpha_{ij}^s < 1$, el componente "j" tiende a concentrarse en el producto 1 preferentemente y así mismo el componente "i" tiende a concentrarse en el producto 2. Por convención, los componentes "i" y "j" se seleccionen generalmente de modo que α_{ij}^s definido por la ecuación 1, sea superior a la unidad -- el factor de separación refleja las diferencias en la composi-

ciones de equilibrio y velocidades de transporte debidas a los fenómenos físicos fundamentales que provocan la separación. Pueden reflejar también la construcción y la distribución del flujo del equipo de separación. Por esta razón es conveniente definir un factor de separación inherente, se definirá por α_{ij} sin supraíndice. El factor de separación inherente, es el factor de separación que se obtendría bajo condiciones ideales.

Para los procesos de separación de equilibrio el factor de composición inherente corresponde a aquellas composiciones del producto que se obtendría al alcanzar el equilibrio completo entre las fases.

d) FACTOR DE SEPARACION INHERENTE.

Proceso de equilibrio.

Para los procesos de separación basados en el equilibrio de fases inmiscibles es útil definir la cantidad:

$$K_i = \frac{x_{i1}}{x_{i2}} \quad (2)$$

en el equilibrio K_i se denomina razón de equilibrio para el componente "i" y es la fracción molar del componente "i" en la fase 1 a la fracción molar de "i" en la fase 2 en el equilibrio. El factor de separación inherente viene dado entonces por la ecuación 1 como:

$$\alpha_{ij} = \frac{x_{i1}/x_{j1}}{x_{i2}/x_{j2}} = \frac{k_i}{k_j} \quad (3)$$

α_{ij} sustituye a α_{ij}^s en la ecuación 1 con objeto de obtener la ecuación 3, puesto que se está considerando el caso especial de equilibrio del producto completo.

e) SISTEMAS VAPOR-LIQUIDO.

Para los procesos basados en el equilibrio entre las fases gaseosa y líquida, α_{ij} , k_i y k_j pueden relacionarse a las presiones de vapor y coeficientes de actividades. Si los componentes de la mezcla obedecen las leyes de Raoult y de Dalton

$$P_i = P_{y_i} = P_i^* x_i \quad (4)$$

donde y_i y x_i son las fracciones molares de "i" en las fases gaseosa y líquida respectivamente, P es la presión total, P_i es la presión parcial de "i" en el gas y P_i^* es la presión de vapor de el líquido puro "i". En este caso,

$$k_i = y_i / x_i = P_i^* / P \quad (5)$$

$$\alpha_{ij} = P_i^* / P_j^* \quad (6)$$

El factor de separación inherente α_{ij} en un sistema vapor líquido se denomina comúnmente volatilidad relativa, donde, -- para un sistema ideal, α_{ij} es simplemente la razón de las presiones de vapor de "i" y de "j".

De la ecuación 5 al despejar a P_j se ve que el producto $k_i P$ debe ser independiente de la presión atmosférica; esto es verdad a presiones suficientemente bajas para que puedan -- mantenerse la hipótesis de gas perfecto y que la corrección de presión de vapor de Poynting sea insignificante. Cuando $[k_i P]$, $[k_j P]$ son independientes de la presión, α_{ij} será necesariamente independiente de la presión.

Las presiones de vapor de "i" y "j" dependen de la temperatura; por tanto k_i , k_j son funciones de la temperatura. Como α_{ij} es proporcional a la razón de las presiones de vapor y estas mismas aumentan cuando la temperatura aumenta, α_{ij} será -- menos sensible a la temperatura que lo son k_i y k_j . En intervalos pequeños de temperatura α_{ij} puede tomarse con frecuencia constante.

Es también importante advertir que en la ecuación 6 -- en el caso de que se cumplan las leyes de Raoult y Dalton --

α_i no es función de la presión atmosférica pero si lo es de la temperatura.

La mayoría de las soluciones encontradas en los procesos de separación vapor-líquido son no ideales, es decir no obedecen la ley de Raoult. En estos casos la ecuación 4 se modifica normalmente incluyendo un coeficiente de actividad en la fase líquida que se simboliza como δ_i , que en la realidad y a presiones bajas se puede considerar con valor de 1.

$$P_i = P_{y,i} = \delta_i P_i^o \chi_i \quad (7)$$

A elevadas presiones son necesarios también un coeficiente de actividad de la fase vapor y coeficiente de fugacidad de la fase líquida y de vapor.

El coeficiente de actividad de la fase líquida es una medida de la desviación de un soluto respecto de su comportamiento en una solución ideal diluida y depende de la composición. El estado estándar de referencia se elige normalmente como $\delta_i = 1$ para el componente "i" puro; si $\delta_i > 1$, se dice que existen desviaciones positivas de la idealidad en la solución líquida; si $\delta_i < 1$, existen desviaciones negativas de la idealidad en la solución líquida.

Las desviaciones positivas son más frecuentes y tienen lugar cuando las moléculas de los diferentes compuestos no son semejantes y casi no son polares entre ellos. Las desviaciones negativas tienen lugar cuando existen fuerzas atractivas, por ejemplo enlaces de hidrógeno y enlaces polares similares entre las moléculas de dos compuestos diferentes que no tendrían lugar para compuestos solos.

Para soluciones no ideales las ecuaciones 5 y 6 se convierten en:

$$k_i = \frac{\delta_i P_i^0}{p} \quad (8)$$

$$\alpha_{ij} = \frac{\delta_i P_i^0}{\delta_j P_j^0} \quad (9)$$

Ahora, k_i y α_{ij} dependen de la composición de δ_i y δ_j , sin embargo, α_{ij} es relativamente insensible a la temperatura, presión y composición.

f) SISTEMAS BINARIOS.

En una mezcla binaria con componentes "i" y "j" y apo---

yandose en que $y_j + y_i = 1$; $x_i + x_j = 1$ y al sustituir en la definición de α_{ij}^s , se obtiene:

$$\alpha_{ij}^s = \frac{y_i (1 - x_i)}{x_i (1 - y_i)} \quad (10)$$

que al rearrreglarse se tiene

$$y_i = \frac{\alpha_{ij}^s x_i}{1 / (\alpha_{ij}^s - 1) x_i} \quad (11)$$

la ecuación 11 relaciona y_i con α_{ij}^s y x_i en un sistema vapor líquido que es binario y está en equilibrio, se puede sustituir α_{ij}^s por α_{ij} en la ecuación 11, obteniendo:

$$y_i = \frac{\alpha_{ij} x_i}{1 / (\alpha_{ij} - 1) x_i} \quad (12)$$

de acuerdo a la regla de las fases de Gibbs que establece:

$$P + F = C + 2 \quad (13)$$

donde: P = número de fases presentes.

C = número de componentes.

F = número de variables especificables independientes.

para el equilibrio entre las fases vapor y líquido en un siste

ma binario tenemos que $\Gamma=2$ y $\Gamma=2$, por tanto $F=2$; si se especifica la composición de una fase, se consume una de las variables independientes, ya que en un sistema binario fijando x_1 para un componente, queda fijada la fracción molar del otro componente en $1-x_1$. Si se fija la temperatura, entonces queda fijada la segunda variable independiente y todas las demás variables son dependientes de estas dos.

En el análisis de los problemas de separación con frecuencia es más realista fijar la presión total como una variable especificada en lugar de la temperatura.

La figura 2 muestra representaciones típicas de y_1 frente a x_1 para sistemas binarios vapor-líquido con desviaciones positivas y negativas de la idealidad.

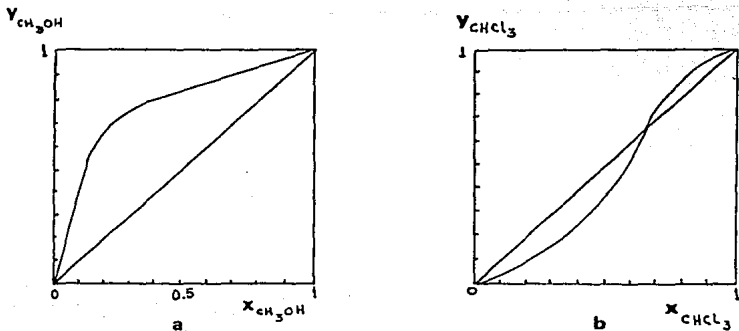


figura 2

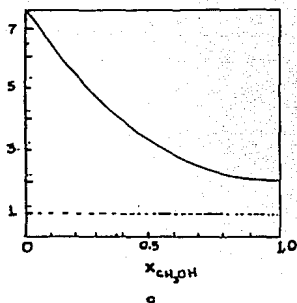
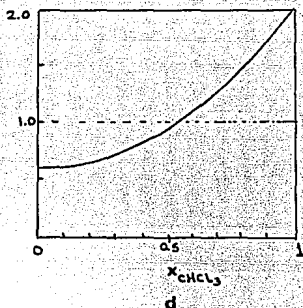
$x_{\text{CH}_3\text{OH}-\text{H}_2\text{O}}$  $x_{\text{CHCl}_3-(\text{CH}_3)_2\text{CO}}$ 

figura 2

Las tendencias características de α_{ij} y y_i frente a x_i para sistemas binarios vapor-líquido con desviaciones positivas y negativas vienen del hecho de que δ_{ij} difiere más de la unidad a x_i bajos, mientras que δ_{ij} difieren más de la unidad a x_j altos. Puesto que δ_i / δ_j en un sistema positivo es más elevado para x_i bajos. Para un sistema negativo δ_i difiere más de la unidad a x_i altos, mientras que δ_j difieren más de la unidad a x_j bajos. Puesto que δ_i / δ_j en un sistema negativo es menos elevado para x_i altos.

Los sistemas donde existen grandes desviaciones de la idealidad y/o puntos de ebullición próximos de los componentes puros implicados producen con frecuencia azeótropos, donde la curva de equilibrio de y_i frente a x_i cruza la línea de 45 grados para obtener $y_i = x_i$. Para la composición azeotrópica se requiere que $y_i = x_i$; por tanto, $\alpha_{ij} = 1.0$ y la separación no es posible.

g) TIPOS DE DESTILACION.

Para la destilación práctica se dispone de diferentes métodos, entre los que se puede elegir el más idóneo de acuerdo con la producción y el grado de separación que se desee alcanzar.

En el método de destilación simple, los vapores emitidos por el líquido se separan y condensan a medida que se van produciendo. Caben dos posibilidades: que los vapores se separen inmediatamente en contacto con el líquido que los produjo (esto proporciona un destilado composición variable) y la otra es que permanezcan algún tiempo en contacto con aquél, de tal forma que al final del proceso la fase gaseosa tenga la composición de equilibrio correspondiente al líquido que queda sin destilar; la primera se llama destilación simple ó abierta también le llaman destilación diferencial y la de segunda es destilación simple cerrada ó destilación de equilibrio. Ambas carecen de interés industrial y solo se siguen cuando se opera por cargas o lotes y no se exige la separación cuantitativa de los componentes de la mezcla.

El problema de la separación total de componentes por los métodos simples se resuelven sometiendo el producto destilado y el residuo a nuevas destilaciones independientes, repitiendo la operación tantas veces como sea necesario para alcan

zar el grado de pureza deseado; este es el método llamado destilación repetida. De esta forma así se comprende que las cantidades de producto concentrado que se recogen al final de la serie de destilaciones sea muy pequeña (será tanto menor cuanto más elevado sea el grado de pureza del producto) y que este sistema sea sumamente complicado y difícil de llevar a la práctica.

El método que se muestra como el más completo, que reúne todas las dificultades y por eso es el de mayor interés técnico y de más importancia industrial es la destilación con reflujo o rectificación. Esta operación consiste en realizar el enriquecimiento de los componentes en forma continua, mediante un sistema de circulación en contracorriente en el que entre el vapor ascendente y el reflujo ó líquido descendente se produce la transferencia de calor y materia; los componentes más volátiles contenidos en el vapor se condensan sobre el líquido con que están en contacto a la misma temperatura desprendiendo el calor latente de vaporización que toma el líquido para la evaporación de los componentes más volátiles;

La rectificación se realiza en las columnas de destilación como se esquematiza en la figura 3a

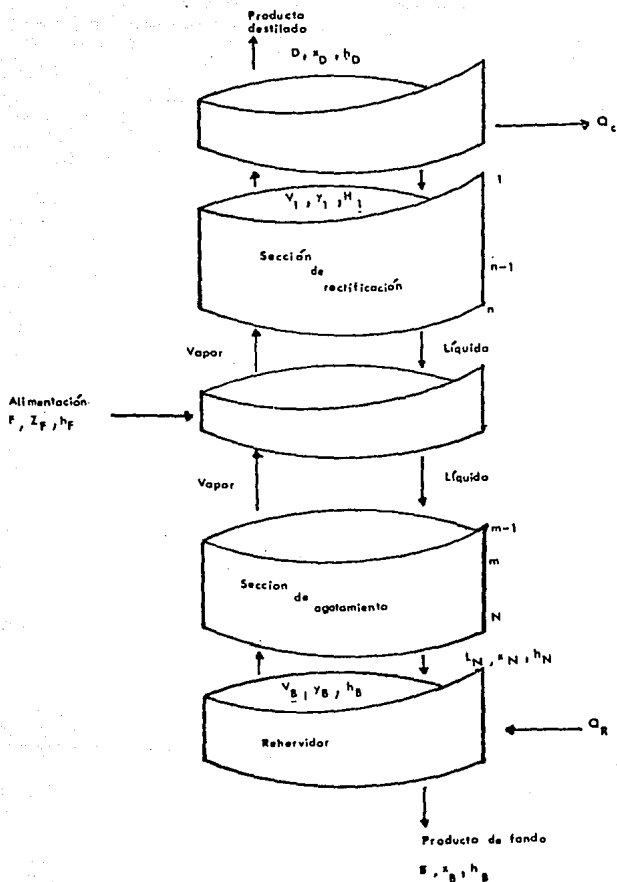


figura 3 &

En el calderín hierve continuamente una mezcla de los componentes a separar para proporcionar el vapor ascendente; el condensador suministra el líquido descendente (reflujo) y en la columna se produce el contacto e interacción entre fases. Los sistemas de contacto más frecuentemente usados son las columnas de platos y las de relleno; las primeras son cámaras cilíndricas verticales divididas en comportamiento con platos horizontales separados a intervalos regulares, cada uno se denomina piso y actúa a modo de destilador simple de equilibrio del que se separa el vapor que sube al piso superior (entrando en contacto con el líquido a través de un sistema de borboteo) y el líquido que se desborda a través de rebosaderos inmersos en el líquido del piso inferior que proporciona el cierre hidráulico; las columnas de relleno son también tubos verticales llenas de un material apropiado que facilita el contacto entre fases.

Cualquiera que sea el sistema utilizado, la mezcla a separar se alimenta a una determinada altura de la columna (normalmente a su temperatura de ebullición) separándose inmediatamente dos fracciones de diferentes volatilidad que inicia en la contracorriente; hacia arriba marchan los vapores que se enriquecen en la zona de rectificación y se recogen en el condensador, de donde se extrae una parte como producto y el resto constituye el reflujo de la columna. Hacia abajo marchan los líquidos, de los que se separa el componente más-

volátil que aún contiene en la zona de agotamiento hasta llegar al calderín, en el que se recoge el residuo. La única diferencia en el funcionamiento de los dos tipos de columnas de contacto esta en que, en la de platos, la variación de concentraciones es discontinua al pasar de plato a plato, mientras que en las de relleno la variación es continua. El diseño funcional de las columnas de destilación se refiere al número de pisos necesarios para alcanzar el grado de fraccionamiento requerido.

h) SEPARACION DE MEZCLAS COMPLEJAS.

La rectificación de mezclas binarias es una cuestión totalmente resuelta, su comportamiento teórico y práctico sirve de pauta para comprender la separación de mezclas de más frecuencia en la práctica. El objetivo, en el fraccionamiento de mezclas complejas es la separación de cada componente en el estado puro o de fracciones de distinta volatilidad utilizando una sola columna con varias tomas de producto a diferentes alturas ó mediante una serie de $n-1$ columnas para obtener n productos.

Dos variantes de rectificación ordinaria son: La destilación al vacío y la destilación a presión; la primera se realiza para evitar la destrucción de un componente inestable a temperaturas elevadas rebajando las temperaturas de ebulli-

llición y la destilación a presión, en cambio, es cuando los productos son muy volátiles e interesa aumentar la temperatura de ebullición. Por otra parte, cuando se trate de separar mezclas de líquidos totalmente inmiscibles se usa la destilación por arrastre con vapor que consiste, en vaporizar a baja temperatura los componentes volátiles, introduciendo una corriente directa de vapor de agua que ejerce la doble función de calentar el líquido hasta la temperatura de destilación y rebajar las temperaturas de ebullición.

Por último, también es posible separar mezclas azeotrópicas ó mezclas con puntos de ebullición próximos, en donde la separación completa por el camino ordinario no es posible. Esta se realiza por las destilaciones extractiva y azeotrópica incorporando a la mezcla un agente separador capaz de romper un azeótropo ó de formar azeótropo con uno de los componentes de difícil separación.

8

CAPITULO 2

Método

de

Entalpía - Composición

METODO DE ENTALPIA-COMPOSICION.

Es también conocido por el nombre de sus autores "método Ponchon y Savarit", es riguroso y puede utilizarse en todos los casos, pero requiere datos detallados de entalpía para poder aplicar. Ver en la bibliografía el libro número 13 para mayor información.

Se presentan casos en los que no se aplican las consideraciones de calor de mezclado despreciable y/o calores latentes de vaporización. En esos casos el método McCabe-Thiele -- proporcionará una buena descripción de la separación que se -- realiza.

Ponchon y Savarit (1921-1922) presentaron un procedimiento gráfico que incorpora los balances de entalpía, de tal forma que no sólo se obtienen las composiciones del vapor y -- del líquido en la columna, sino también proporciona información sobre las funciones del condensador y del rehervidor.

En la figura 3b se muestra una columna de destilación-
cuyo balance de materia total es:

$$F = D + B \quad (14)$$

Para cualquier componente, se puede escribir el balan-
ce de materia alrededor de la columna de la siguiente forma.

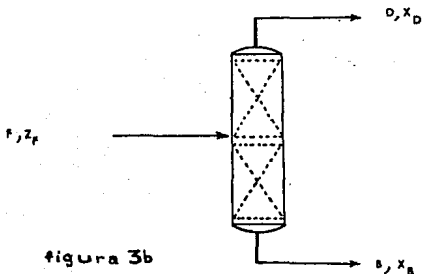


figura 3b

Donde

$$Fz_F = Dx_D + Bx_B \quad (15)$$

Escribiendo un balance de entalpía global para la columna obte-
nemos

$$Fh_F + Q_R = Dh_D + Bh_B + Q_C \quad (16)$$

donde h = entalpía de la corriente líquida, energía/mol.

Q_R = Entrada de calor al rehedvidor, energía/tiempo.

Q_C = calor removido del condensador, energía/tiempo.

El balance de calor se puede rearmgular así:

$$Fh_F = D(h_D + Q_C/D) + B(h_B - Q_R/B) \quad (17)$$

El balance de entalpía se reorganiza de esta manera por conveniencia al graficar en el diagrama de entalpía concentración.

La entalpía (ordenadas) sobre esta diagrama se expresa en unidades típicas de energía/mol. Los rendimientos del condensador total y del reboilador se deben convertir en esas unidades antes de que se puedan graficar en forma apropiada sobre el diagrama de entalpía-composición. En la figura 4 se muestra los puntos que se representan por las corrientes de alimentación, del destilado y de las del fondo y que pueden graficarse en el diagrama entalpía-composición.

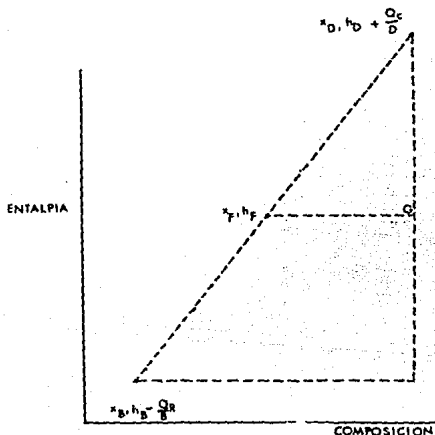


figura 4

Sustituyendo la ecuación 14 en el balance de materiales por componente, se obtiene:

$$(D+B)z_F = Dx_D + Bx_B \quad (18)$$

Sustituyendo la ecuación 14 en el balance de calor total, tenemos:

$$(D+B)h_F = D\left(h_D + \frac{Q_C}{D}\right) + B\left(h_B - \frac{Q_R}{B}\right) \quad (19)$$

Despejando en ambas ecuaciones a D/B e igualando los resultados, se tiene:

$$\frac{D}{B} = \frac{z_F - x_B}{x_D - z_F} = \frac{h_F - (h_B - Q_R/B)}{(h_D + Q_C/D) - h_F} \quad (20)$$

y esta ecuación se puede arreglar de esta otra manera

$$\frac{z_F - x_B}{h_F - (h_B - Q_R/B)} = \frac{x_D - z_F}{(h_D + Q_C/D) - h_F} \quad (21)$$

comparando la ecuación 21 con los puntos graficados en la figura 4, encontramos que el término izquierdo de la ecuación -- 21 representa la pendiente de una línea recta entre los puntos siguientes: $(x_B, h_B - Q_R/B)$ y (z_F, h_F) . El término del lado derecho de la misma ecuación representa la pendiente de una línea recta que conecta los puntos (z_F, h_F) y $(x_D, h_D + Q_C/D)$.

Dado que las pendientes de esas dos líneas son iguales, una línea recta que conecte los puntos $(x_B, h_B - Q_R/B)$ y $(x_D, h_D + Q_L/D)$ tiene que pasar por el punto (z_F, h_F) . Esto quiere decir que los tres puntos son colineales.

En la ecuación 20 se demostró que la cantidad de destilado es proporcional a la distancia horizontal $\overline{z_F x_B}$ que la cantidad de los fondos es proporcional a la distancia horizontal $\overline{x_D z_F}$. La consideración de los triángulos rectos semejantes que se forman por las líneas punteadas en la figura 5 y el balance de materia total de la columna muestra que la cantidad de alimentación es proporcional a la distancia horizontal $\overline{x_D x_B}$.

La regla de la palanca.

En cualquier región bifásica, tal como L-V en la figura 4a

ra 4a

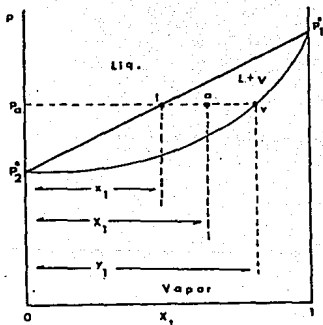


figura 4a

La composición de todo el sistema puede variar entre los límites x_1 e y_1 , dependiendo de las cantidades relativas de vapor y líquidos presentes. Si el punto "a" está muy cerca de la línea líquida, el sistema constará de una gran cantidad de líquido y una cantidad relativamente pequeña de vapor. Si "a" está cerca de la línea vapor, la cantidad de líquido presente es pequeña comparada con la cantidad de vapor.

Las cantidades presentes del líquido y vapor se calculan por medio de la regla de la palanca. Supongamos que la longitud del segmento de línea entre "a" y "l" en la figura anterior sea $\bar{a}l$ y que entre "a" y "v" sea $\bar{a}v$; supongamos también que $n_{l(liq)}$ y $n_{l(vapor)}$ sea el número de moles del componente l en el líquido y en el vapor, respectivamente; sea $n_l = n_{l(liq)} + n_{l(vapor)}$; si n_{liq} y n_{vap} son el número total de moles del líquido y vapor presente, y si $n = n_{liq} + n_{vap}$ entonces, a partir de la figura anterior tenemos.

$$(\bar{a}l) = x_1 - x_l = \frac{n_l}{n} - \frac{n_{l(liq)}}{n_{liq}} \quad (22)$$

$$(\bar{a}v) = y_1 - x_l = \frac{n_{l(vapor)}}{n_{(vapor)}} - \frac{n_l}{n} \quad (23)$$

multiplicando $(\bar{a}l)$ por n_{liq} y $(\bar{a}v)$ por n_{vap} y restando:

$$n_{liq}(\bar{a}l) - n_{vap}(\bar{a}v) = \frac{n_l}{n} (n_{liq} + n_{vap}) - (n_{l(liq)} + n_{l(vapor)}) \quad (24)$$

$$n_{\text{liq}}(\bar{a}_l) - n_{\text{vap}}(\bar{a}_v) = n_1 - n_1 = 0 \quad (25)$$

$$n_{\text{liq}}(\bar{a}_l) = n_{\text{vap}}(\bar{a}_v) \quad (26)$$

$$\frac{n_{\text{liq}}}{n_{\text{vap}}} = \frac{(\bar{a}_v)}{(\bar{a}_l)} \quad (27)$$

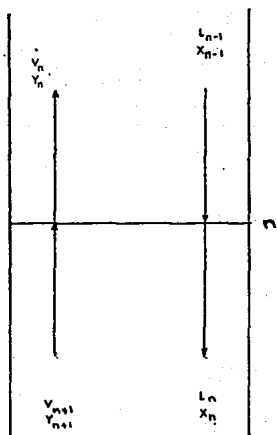


Figura 5 .

La alimentación del vapor al plato V_{n+1} , es un vapor saturado con composición y_{n+1} . La alimentación del líquido desde el plato anterior es L_{n-1} con composición de x_{n-1} .

El flujo total hacia el plato se representa por el punto P, el cual cae sobre una línea recta que conecta a x_{n-1} con y_{n+1} .

Basándome en la regla de la palanca inversa, el punto P se localiza de tal modo que la distancia $y_{n+1}P$ es proporcional a la cantidad de L_{n-1} y la distancia $x_{n-1}P$ es proporcional a la cantidad de V_{n+1} .

$$\frac{L_{n-1}}{V_{n+1}} = \frac{y_{n+1}P}{x_{n-1}P} \quad (28)$$

Ya que el vapor y el líquido que salen del plato se encuentran en equilibrio uno con el otro, se situarán en una línea de equilibrio. Además, la suma del vapor y del líquido que abandonan el plato tiene que ser igual al flujo total del plato; por eso, la línea de enlace tiene que pasar por el punto P, que representa el punto de adición del vapor V_n y del líquido L que salen del plato. La composición de esas corrientes se encuentra por la intersección de la línea de unión con las curvas de entalpía-composición.

Los balances de materia alrededor del plato n se pueden expresar así:

$$V_{n+1} - L_n = V_n - L_{n-1} \quad (29)$$

y también

$$V_{n+1} y_{n+1} - L_n x_n = V_n y_n - L_{n-1} x_{n-1} \quad (30)$$

el balance de entalpía alrededor del plato puede expresarse como

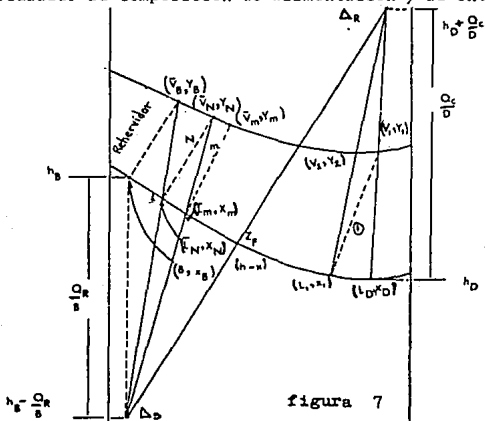
$$V_{n+1} H_{n+1} - L_n h_n = V_n H_n - L_{n-1} h_{n-1} \quad (31)$$

donde H es la entalpía del vapor y h es la entalpía del líquido, esas ecuaciones muestran que la diferencia en los flujos de corriente, ambos sobre una base de materia y de entalpía, es la misma arriba y abajo del plato. Esto significa que la corriente que se debe adicionar a V_{n+1} para generar L_n y la corriente que se debe adicionar a V_n para generar L_{n-1} son las mismas. Lo anterior se muestra en la figura 6 con el punto Δ que representa el punto de diferencia arriba y abajo del plato. El concepto de un punto de diferencia común se puede ampliar a la sección de una columna que contenga cualquier número de platos teóricos mientras no se tenga que adicionar ni retirar una alimentación externa de la columna.

Para construir el diagrama de entalpía-concentración - (llamado Ponchon y Savarit) con el fin de determinar el número de platos teóricos que se requieren para efectuar una separación dada, tenemos que aplicar el siguiente procedimiento:

1.- Desarrollese la curva de equilibrio y el diagrama de entalpía-concentración para la mezcla que se vaya a separar. En muchos casos, la curva de equilibrio se gráfica en la misma hoja de papel en la que se gráfica el diagrama de entalpía-concentración, como cuestión de conveniencia.

2.- Determinese el fraccionamiento de la columna y calcúlese las composiciones de los productos del destilado y del fondo. Localícense esas dos composiciones en el diagrama de entalpía-concentración, como se muestra en la figura 7. También localizar la composición de alimentación y la entalpía.



3.- Establézcase la relación de reflujo para la separación y localízese el punto de diferencia de la sección de rectificación, Δ_R . El punto Δ_R tendrá una coordenada de entalpía de $h_D + Q_R/D$. Considerando una columna con condensador total, el punto de diferencia, Δ_R , se localizará a una distancia Q_C/D arriba del punto del producto -- destilado saturado x_D . La construcción de la figura 7 muestra que el punto y_1 representa el punto de adición de x_D y Δ_R . La línea $\overline{x_D \Delta_R}$ es una ecuación de balance de materia/balance de calor alrededor de la columna.

4.- Exprésese un balance de calor y de materia alrededor de la columna y localízese el punto de diferencia de la -- sección de agotamiento Δ_S . Dicho punto tendrá una coordenada de composición que se representa por x_B , el producto del -- fondo. Ya se mostró que una línea recta que pasa desde Δ_R y por la alimentación, localiza Δ_S . Se traza una línea recta -- desde Δ_R y por x_F y se extiende hasta su intersección con la coordenada de composición x_B . La intersección de x_B con la línea $x_F \Delta_R$ localiza el punto de diferencia de la sección de -- agotamiento Δ_S como se muestra en la figura 7.

5.- Escalónense los platos hacia abajo en forma gráfica para la sección de rectificación de la columna. La composición y entalpía de y_1 se determinaron por los balances alrededor del condensador. La composición x_1 , la cual representa el

líquido que sale del plato superior se determina por la curva de equilibrio dado que se encuentra en equilibrio con y_1 , el vapor que sale del plato. Lo anterior se indica mediante la línea punteada en la figura 7. Después, se determina la composición y_2 por un balance de calor y de materia entre x_1 y Δ_R ; dicha composición caerá en la línea de vapor saturado. Esta se localiza trazando una línea desde x_1 hasta Δ_R . Este procedimiento se continua hasta alcanzar el plato de alimentación.

6.- Escalónense hacia abajo los platos teóricos para la sección de agotamiento. En la sección de agotamiento la primera etapa es la de equilibrio para determinar la composición del vapor que deja al rehervidor. Entonces se realiza un balance de materia y de calor para determinar x_1 para el líquido que sale del primer plato en la sección de agotamiento. Esta se determina mediante la línea de balance de materia y de calor que conecta y_B y Δ_S . La composición del vapor en equilibrio con x_1 hasta intersectar a la curva de vapor saturado. Esta se representa por y_1 . El procedimiento se repite hasta alcanzar al plato de alimentación.

La relación de reflujo se puede encontrar en un diagrama de entalpía-composición haciendo un balance de energía alrededor del condensador. El balance de energía es el siguiente:

$$V_1 H_1 = L_D h_D / Dh_D + Q_c \quad (32)$$

o bien:

$$\frac{V_1}{D} H_1 = \frac{L_D}{D} h_D / h_D / \frac{Q_C}{D} \quad (33)$$

Sustituyendo $V_1 = L_D + D$ en la ecuación (33) y reorganizando, se obtiene:

$$\frac{L_D}{D} = \frac{(h_D + Q_C / D) - H_1}{H_1 - h_D} = \frac{\overline{\Delta_R H_1}}{H_1 h_D} \quad (34)$$

donde $\overline{\Delta_R H_1}$ y $\overline{H_1 h_D}$ son las longitudes de las líneas entre los puntos Δ_R, F_1, h_D , respectivamente. La relación de reflujo interno arriba de la primera etapa es:

$$\frac{L_D}{V_1} = \frac{(h_D + Q_C / D) - H_1}{(h_D + Q_C / D) - h_D} = \frac{\overline{\Delta_R H_1}}{\overline{\Delta_R h_D}} \quad (35)$$

La relación de reflujo interno entre cualquiera de dos etapas en la sección de rectificación puede expresarse como:

$$\frac{L_n}{V_{n+1}} = \frac{(h_D + Q_C / D) - H_{n+1}}{(h_D + Q_C / D) - h_n} = \frac{\overline{\Delta_R H_{n+1}}}{\overline{\Delta_R h_n}} \quad (36)$$

La relación de reflujo interno en la sección de agotamiento de la columna es:

$$\frac{\overline{L_{m-1}}}{\overline{V_m}} = \frac{H_m - (h_B - Q_R / B)}{h_{m-1} - (h_B - Q_R / B)} \quad (37)$$

Para el plato del fondo N la relación de reflujo inter-
no llega a ser:

$$\frac{\bar{L}_N}{\bar{V}_B} = \frac{H_B - (h_B - Q_R/B)}{h_N - (h_B - Q_R/B)} = \frac{\overline{H_B \Delta_S}}{h_N \Delta_S} \quad (38)$$

Los balances alrededor de toda la columna proporcionan las relaciones entre los productos del destilado y del fondo - en términos de las composiciones y de las entalpías sobre el - diagrama de entalpía-composición. El balance de energía total alrededor de la columna es:

$$Fh_F + Q_R = Dh_D + Bh_B + Q_C \quad (39)$$

Introduciendo el balance de materia total $F=D+E$ se ob-
tiene:

$$\frac{D}{B} = \frac{h_F - (h_B - Q_R/B)}{(h_D + Q_C/D) - h_F} = \frac{z_F \Delta_S}{z_F \Delta_R} \quad (40)$$

CAPITULO 3

Selección del empaque

Se hizo una evaluación de los anillos Raschig contra silletas teóricas tipo intalox amabas de porcelana y que puede resumir en las propiedades y usos más sobresalientes de cada tipo de empaques, solo se evalúan dos tipos de empaques pues para los fines de el Laboratorio de Ingeniería Química son suficientes y su costo es el menor de todos los empaques disponibles a nivel comercial.

a) ANILLOS RASCHIG DE CERAMICA.

Fabricados en porcelana resistente al ataque químico, debido a su forma presentan gran resistencia mecánica, excelente para manejar ácidos; no se recomienda su uso con alcalis fuertes.

Son altamente recomendados en torres donde se desea una gran superficie de contacto, a la vez mucho espacio libre. Debido a la baja caída de presión que originan, son el elemento más económico para la transferencia de masa. Ya que tanto su costo de adquisición como de mantenimiento son reducidos.

Es el empaque tradicionalmente utilizado en las torres que requieran de gran capacidad, bajas caídas de presión y gran eficiencia. El diámetro es igual a la altura del anillo y eso es lo que define su tamaño nominal.

b) SILLETAS TORICAS TIPO INTALOX DE CERAMICA.

Son fabricadas en porcelana de gran resistencia mecánica, libre de partículas metálicas, inerte y resistente al ataque químico. Las silletas Intalox son recomendadas en la manufactura de ácidos sulfúricos, para la eliminación de bióxido de carbono en las plantas de obtención de amoníaco e hidrógeno para la absorción de hipocloritos en la industria del papel -- así como de la pulpa, también se utilizan en la eliminación de humos nocivos en diversas industrias.

Si son utilizadas en proceso de destilación permiten una baja pérdida de presión manteniendo una distribución uniforme de líquido, lo que permite una alta transferencia de masa.

Los fabricantes recomiendan el tamaño del empaque en función del diámetro de la torre como sigue:

Diámetro de la torre(cm)	Tamaño del empaque(plg)
0 a 35	0 a 1
35 a 120	1 a 2
120 ó mayor	2 a 3

Estos materiales cumplen con las siguientes normas:
C 515-70-ASTM (norma fundamental) edición 1976.
lo remite a las siguientes normas:

Características

Tamaño Nominal	No. Aprox. de Pzas. por Pie Cu.	Peso Aprox. Por Pie Cu.	Área de Contacto Por Pie Cúbico	% Esp. Libre	Factor Empaque
25mm (1")	1,350	19.0 Kg.	5.4 m ²	74	160
38mm (1 1/2")	380	19.5 Kg.	3.4 m ²	73	95
51mm (2")	165	18.6 Kg.	2.6 m ²	74	65
76mm (3")	48	18.0 Kg.	1.8 m ²	78	35

Empaque Normal: En cajas de 1 pie cúbico (1 CU FT Carton)
En costales de 2 pies cúbicos (2 CU FT Plastic BAG).

Características

Tamaño Nominal	No. Aprox. de Pzas. Por Pie Cu.	Peso Aprox. Por Pie Cu.	Área de Contacto por Pie Cúbico	% Esp. Libre	Factor Empaque
19mm (3/4")	6,500	20 Kg.	9.48 m ²	77	145
25mm (1")	2,360	20 Kg.	7.25 m ²	77	98
38mm (1 1/2")	710	19 Kg.	5.48 m ²	80	52
51mm (2")	260	19 Kg.	3.34 m ²	79	40
76mm (3")	53	17 Kg.	2.60 m ²	80	22

Empaque Normal: En cajas de 1 Pie cúbico (1 CU FT Carton)
En costales de 2 Pies cúbicos (2 CU FT Plastic BAG)

1 m² = 35.3 Pies cúbicos.

ASTM-D-116 Porosidad, porcelana eléctrica.

ASTM-C-67-73 Muestreo

ASTM-C-279-54 Resistencia al ácido sulfúrico.

ASTM-C-373-56 Absorción

Densidad aparente

Porosidad aparente.

Se anexan características enseguida.

c) COLUMNAS DE RELLENO FRENTE A COLUMNAS DE PLATOS.

Las torres de platos y las de relleno pueden ser utilizadas para muchas operaciones de contacto en contra-corriente de manera indistinta. Para poder tener criterio de elección entre ellas considero importante recordar algunas diferencias cualitativas, que fueron resumidas por Peters y Timmerhaus -- (1968):

A) Las eficiencias para torres de relleno deben basarse en ensayos experimentales con cada tipo de relleno. La eficiencia tiene como variables más significativas: el tipo y tamaño de relleno, los caudales de los flúidos, las propiedades de los flúidos, el diámetro de la columna, la presión de operación y en general el grado de dispersión del líquido sobre la superficie disponible del relleno.

B) Debido a las dificultades de dispersión del líquido en las torres de relleno, el diseño de las torres de platos --

proporciona más confianza y requiere un factor de seguridad me
nor cuando la razón de la velocidad másica del líquido a la --
velocidad másica del gas es baja.

C) Si la operación implica el uso de líquidos con con-
tenido de sólidos dispersos, se prefiere el uso de una torre -
de platos pues los platos son fácilmente accesibles para su --
limpieza en comparación con el relleno de las columnas empaca-
das.

D) Si se requiere un enfriamiento entre etapas para --
eliminar calores de reacción o de solución se prefieren las to
rres de platos, pues los serpentines de refrigeración pueden -
instalarse sobre los platos o la línea de suministro del líquido
de plato a plato pasarse a través de un refrigerante exter-
no.

E) El peso total de una torre de platos seca es normall
mente menor que el de una torre de relleno diseñada para el --
mismo comportamiento. Sin embargo, si se tiene en cuenta a la
retención de líquido durante la operación, los dos tipos de to
rres tienen aproximadamente el mismo peso.

F) Cuando en la operación se presentan grandes cambios
de temperatura como en la destilación, son preferidas con fre-
cuencia las torres de platos, pues la expansión o contracción-

térmica de los componentes del equipo podría romper el relleno.

G) Torres de relleno dispuesto al azar rara vez se diseña con diámetros mayores que 1.22m (4pies), y los diámetros de las torres de platos comerciales rara vez son menores que 0.61 m.

H) Las torres de relleno son más baratas y más fáciles de construir que las torres de platos cuando han de manejarse fluidos altamente corrosivos.

I) Cuando los líquidos tienen una gran tendencia a la formación de espumas se prefiere normalmente a las columnas de relleno.

J) La cantidad de retención de líquido es considerablemente menor en las columnas de relleno.

K) La pérdida de presión a través de las torres de relleno puede ser menor que la pérdida de presión a través de las torres de platos diseñadas para la misma operación. Esta ventaja, junto con el hecho de que el relleno sirve para disminuir la posibilidad de colapso de la pared de la torre, hace las torres de relleno particularmente deseables para las operaciones a vacío.

8

CAPITULO 4

Operación de torres empacadas

El diseño de torres empacadas implica consideraciones de dos problemas principales:

a) Los que se derivan de las operaciones mecánicas implicadas como caída de presión, capacidades de flujo, etc.

b) Las propiedades que afectan la efectividad de las operaciones que sirven para proporcionar el contacto de los líquidos y los gases involucrados en el proceso para el cual sea diseñado la torre y permiten tener los datos de capacidad.

Por lo que respecta a las consideraciones señaladas en (a) los factores de interés primordial son:

(1) Caída de presión (2) Líquido retenido (3) capacidad de flujo. Estos factores serán influenciados por los métodos de distribución del líquido en la parte superior del empaque, así como por el diseño de las piezas para soportarlo en el interior de la torre.

Los factores de capacidad, por otro lado, son influenciados por la redistribución interna y la "canalización que pueda ocurrir dentro de la masa total del empaque. Sobre este último aspecto existe muy poca información, por lo que este aspecto siempre se ve influenciado por ello.

Uso de Empaques.

La parte principal de una torre empacada es desde luego el empaque.

En un principio se recurría a utilizar desperdicios ba ratos como piedra de cuarzo, coque, etc., pero poco a poco se fue imponiendo el uso de empaques en materiales suficientemente inertes y resistentes mecánicamente, en los cuales se fueron buscando las mejores características para mejorar los procesos.

a) RETENCION

La "retención" de líquido entre el empaque es un factor importante en el diseño de las torres. Generalmente se ex presan como volumen de líquido retenido sobre el volumen total de la torre (m/m^3). El límite superior para esta retención está dado por el valor del empaque.

Cuando se llega (o muy cerca de este punto) al punto de inundación la condición de retención máxima es casi alcanzada y por lo tanto el líquido llena la mayor parte del "espacio libre".

Durante la operación de una torre es deseable tener el valor de la "retención" lo más bajo posible por las siguientes razones:

a) Una alta retención significa un gran aumento del peso que debe cargar la torre.

b) El tiempo para que pase el líquido a través de la cama de empaque se alarga con empaques de alta retención.

c) Se aumentará considerablemente la caída de presión a través del empaque cuando este tiene mucha retención.

b) CARGA E INUNDACION.

El punto de "carga" de un empaque ha sido definido como el punto en la curva de caída de presión vs masa velocidad (en coordenadas logarítmicas) en el que la pendiente excede el valor de 2.0. En la práctica no se trata de un punto sino de una "zona de carga" que puede apreciarse por un ligero aumento de retención de líquido en el empaque, las caídas de presión son aun comparativamente bajas y el empaque bastante bien "mojado", dando coeficientes de capacidad suficientemente altos.

Para la mayor parte de las torres irrigadas las caídas de presión están entre 4.0 y 8.0 cm. de agua por cada metro de altura de empaque.

Las torres diseñadas para operar en la "zona de carga"

permitirán una sobrecapacidad importante llegada la necesidad de utilizarla.

El "punto de inundación" es el punto superior donde -- saltan los valores de caída de presión de la curva de caída de presión vs masa-velocidad, y desde el punto de vista visual -- ocurre algo semejante al anterior y se trata de una zona aunque menos amplia.

Los valores de caídas de presión en general pasan a -- ser de 16 a 25 cm. de columna de agua, por metro de altura de empaque. Se ve pues que permanece más constante para una gran cantidad de sistemas líquido-gas.

La operación de torres en este punto no es conveniente por lo siguiente:

- a) Es difícil controlar la estabilidad de operación.
- b) Las caídas de presión son demasiado altas para ser prácticas.
- c) Puede haber "arrastres" considerables del líquido -- por el gas.

No obstante lo anterior, hay algunos empaques cuya capacidad aumenta rápidamente cuando se aproxima a la condición de "inundación" en principio de causa de un mejor "mojado" de su superficie.

c) DISTRIBUCION DE LA TORRE.

No hay datos publicados que permitan una valoración -
precisa de la importancia de la distribución del líquido en el
empaque pero pueden ayudar las siguientes observaciones:

a) La distribución es mejor con empaque "al'azar" que
con empaques distribuidos ordenadamente.

b) La uniformidad de la distribución aumenta con el au
mento de las relaciones de velocidad de flujo de líquido. Es-
to es especialmente en torres de alta relación de Diámetro de-
la torre/Diámetro equivalente del empaque.

c) En torres con relación Diámetro de la torre/Diáme--
tro equivalente del empaque menor de 7 habrá tendencia del lí-
quido a fluir hacia las paredes.

d) Conforme aumenta el tamaño del empaque la fracción-
de su área mejorada decrece, probablemente por tendencia a la-
canalización del flujo.

CAPITULO 5***Factores de rendimiento***

a) CAIDA DE PRESION.

En condiciones en las cuales la presión del gas sea "libre" como cuando el gas tiene presión natural, o presión -- por causa de origen químico y otra causa cual quiera, la caída de presión máxima permisible consistente con condiciones estables de flujo para un empaque dado, es lo que más conviene utilizar.

Debido a que las pérdidas de presión son función de la velocidad de los gases, que a su vez está determinada por el diámetro de la torre, es de esta manera o forma que pueden ca- lentarse siguiendo dos "reglas de oro".

1.- Donde la caída de presión no sea factor importante la inundación es lo que limita el diámetro de la torre.

2.- Donde la caída de presión sea un factor de mayor - consideración, los diámetros de la torre se proporcionan para una caída de presión óptima, con la cual los fenómenos de -- transferencia quedan fijados.

Todos los empaques muestran un "efecto de entrada" que se manifiesta en una caída de presión alta en los primeros cen- tímeters del empaque. La diferencia entre esta caída y en la-normal a través de la masa total del empaque, es en general pe- queña, pero llegar a ser importante cuando hay altos rangos de

flujo de líquido especialmente cuando se acerca la operación - al punto de inundación.

b) DISTRIBUCION DE GAS Y LIQUIDO.

La cantidad del área de las camas de empaque que se -- utiliza está determinada por las características de dispersión del flujo (en particular del líquido) en la masa del empaque.

No es fácil lograr una perfecta distribución al "azar" de una superficie plana en una cama formada por formas regulares de empaque y siempre existirán desviaciones en la uniformidad de la dispersión radial y en el tiempo de residencia axial los que aparecerán en forma de coeficientes de transferencia - bajos.

Los anillos rashig que están sometidos a efectos de -- orientación selectiva en las paredes de la columna y en los soportes, tienden a dar "canalizaciones" preferentes en las paredes tanto para el líquido como para el gas. Las bajas eficiencias de transferencia resultantes combinadas con la relativa--mente alta caída de presión y la capacidad de flujo limitada - de este tipo de empaque hacen que frecuentemente se recurra al uso de silletas.

El problema de canalización puede ser parcialmente ali

viado por redistribución periódica del líquido a lo largo de -
la altura de la torre, procedimiento que se vuelve esencial en
el caso de empaques acomodados ordenadamente.

CAPITULO 6

Descripción del equipo

Columna.

El equipo constituido por una columna de acero inoxidable de cuatro pulgadas de diámetro nominal tipo AISI 304 y con una longitud de cuatro metros dividida en cuatro secciones iguales de 1 m. de largo con rejilla superior de distribución del flujo y otra rejilla inferior de soporte del empaque (por tanto, se puede separar cada tramo empacado sin riesgo de que se vacie la columna).

Rehervidor.

Es un cilindro vertical de cuatro pulgadas de diámetro nominal y 0.6m. de longitud hecho en acero inoxidable AISI 304 con capacidad de cinco litros y serpentina de acero inoxidable de 3/8 de pulgada de diámetro nominal por 80 cm. de largo, dando una superficie de transferencia de 2.39 cm^2 ; cuenta con válvula de presión de vapor de 0 a 4 Kg/cm^2 con manómetro de 0 a 150 psig. instalado en la línea de vapor y una válvula de globo para el control de flujo de vapor.

Condensador.

Es un cambiador de calor de acero inoxidable AISI 304 con un diámetro nominal de 10 pulgadas y una longitud de 2.85m con 15 tubos de una pulgada de diámetro nominal y dos metros de longitud proporcionando una superficie de transferencia de calor de 2.39 m^2 , es un intercambiador uno-uno (un paso por --

los tubos y un paso por la coraza).

Como una descripción del equipo en general puedo decir que la columna empacada cuenta con bridas en cada metro de longitud. En los extremos de la columna se encuentran también -- dos reducciones de acero inoxidable AISI 304 del mismo espesor y su objeto principal es de disminuir el diámetro de la columna para que en la parte inferior se pueda conectar "el cuello-de ganso" y éste a su vez al tanque de fondo.

Sección de Reflujo.

La cachucha de reflujo de acero inoxidable AISI 304 es un dispositivo (ver dimensiones en el dibujo) que permite dividir el flujo del condensado en reflujo y destilado controlandose con la válvula del destilado.

Todos los tramos y reducciones de la columna se encuentran unidos con bridas y con el fin de impedir fugas entre -- brida y brida se utiliza juntas de un material llamado GARLOCK 900.

La alimentación está instalada en la parte central de la columna proporcionando una sección de rectificación y otra de agotamiento.

El interior de la columna cuenta con 200 anillos ras--

chig en cada tramo.

Instrumentación.

La columna de destilación tiene el siguiente equipo:

a) Sección fondos: Termómetro bimetalico con escala de 0 a 150'c., manómetro de 0 a 150 lb/in², con conexión inferior de 1/4 de pulgada NPT.

b) Sección Destilada: termómetro bimetalico con escala de 0 a 150'C., manómetros de 0 a 1 kg/cm² con conexión inferior de 1/4 de pulgada NPT.

c) Sección Condensador: termómetro bimetalico con escala de 0 a 150'C.

d) Sección Empacado: cuenta con dos manómetros con -- escala de 0 a 1 kg/cm² con conexión horizontal de 1/4 de pulgada NPT.

Al observar el diagrama de tuberia e instrumentación - "A" la manera en que está instalada la columna de destilación-tipo empacada podemos notar que cuenta con las siguientes partes: tanque de alimentación con su valvulá de fondos y la líneas de tuberia que lo conecta con la columna de destilación en la parte central de la misma, la columna empacada cuenta con

sus manómetros uno en el domo y otro en el fondo, termómetro en la sección de reflujo, otro en el fondo de la columna.

En el domo de la columna se encuentra la sección de reflujo y el condensador, éste tiene un termómetro para leer la temperatura del agua de enfriamiento al haber pasado por el intercambiador de calor y su válvula de venteo para que la columna pueda trabajar a presión atmosférica. En la sección de reflujo se encuentra la salida del destilado y será conducido a un tanque o recipiente del destilado.

En la parte inferior de la columna se encuentra el rehervidor y está conectado a un "cuello de ganso" con el fin de mantener un volúmen de líquido en el rehervidor y éste a su vez a un tanque donde llegarán los fondos de la columna. El rehervidor se alimenta de una línea de vapor que es el medio de calentamiento al serpentín que se encuentra en su interior.

En el diagrama de tubería e instrumentación "B" se pueden observar los cambios que tendría la columna de destilación y su flexibilidad de operación pues se podría tener control de la alimentación, destilado y fondos ya que cada línea tendría su respectivo indicador de flujo, cada tanque sería de tipo cerrado y con válvulas de venteo, de purga y con la tubería que lo conectaría al resto del equipo, esto brindará mayor seguridad en el manejo de sustancias volátiles, se agregaría un cam-

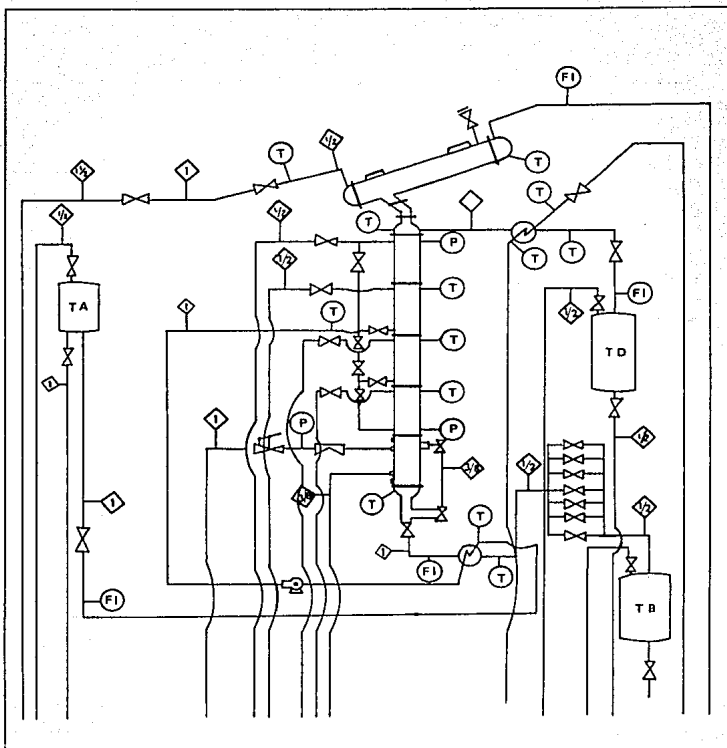


Diagrama de Instrumentación y Tubería

"B"

biador de calor en la línea de destilado para obtenerlo a temperatura ambiente y no a casi la temperatura de ebullición, -- por ende en cada cambiador de calor se pondrían termómetros a la entrada y salida de cada corriente para observar la transferencia de calor, se colocaría otro cambiador de calor en la -- línea que va del fondo del rehervidor al tanque de fondos y -- también el "cuello de ganso" tendría la flexibilidad de variar el nivel del líquido en el rehervidor. La alimentación a la -- columna podría hacerse en cualquiera de sus cuatro tramos y -- por lo tanto podría trabajar como columna de rectificación, co-- lumna de agotamiento o columna con las dos secciones antes di-- chas, se podría colocar una línea de aire en la válvula de ven-- teo de la columna que tiene el condensador y trabajaría a pre-- sión positiva o negativa con respecto a la presión atmosférica.

El equipo que fué instalado dentro del laboratorio de Ingeniería Química está constituido por:

1) Una columna de acero inoxidable de cuatro pulgadas de diámetro nominal tipo AISI 304 y cuatro metros de largo.

2) El rehervidor de acero inoxidable AISI 304 con capacidad de cinco litros.

3) El condensador de acero inoxidable AISI 304 de diez pulgadas de diámetro nominal.

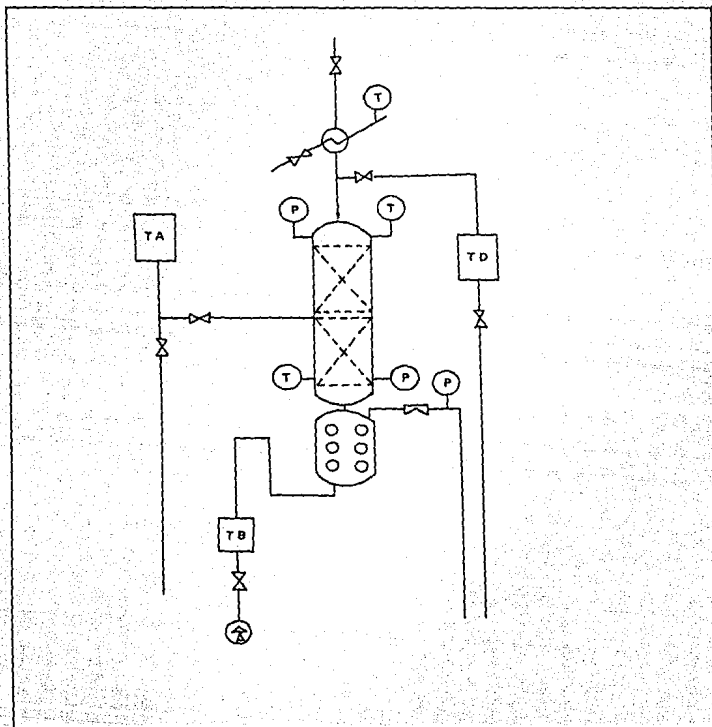


Diagrama de Flujo

a) DESCRIPCION DETALLADA DEL EQUIPO.

La columna cuenta con bridas en cada metro de longitud. En los extremos de la columna se encuentran dos reducciones -- también de acero inoxidable tipo AISI 304 del mismo espesor y su objeto principal es de disminuir el diámetro de la columna para que en la parte inferior se pueda conectar al cuello de -- gancho y este a su vez al tanque de fondos, la reducción de la parte superior contiene la cachucha de reflujo hecha también -- del mismo material y tiene una válvula con la que se controla la relación de reflujo de manera efectiva; cada tramo consta -- de un anillo de soporte del empaque y una malla de distribu-- ción. Todos los tramos y reducciones de la columna se encuentran unidos con bridas con el fin de impedir -- ugas se utiliza entre brida juntas de material llamado Garlock 900.

El rehervidor contiene un serpentín que utiliza como -- medio de calentamiento vapor, el cual es alimentado por una -- válvula reguladora de presión y un manómetro que se puede controlar el flujo de vapor mediante una válvula colocada entre -- el manómetro y la válvula reguladora de presión.

El condensador en su interior consta de quince tubos -- de una pulgada de diámetro nominal y dos metros de longitud, -- es un intercambiador de un solo paso y el vapor del destilado circulara por la parte envolvente del condensador.

La alimentación se hará en el segundo tramo de la columna proporcionando una sección de rectificación y otra de agotamiento.

El interior de la columna cuenta con un manómetro en el domo y otro en el fondo así como termómetros en el domo y en el fondo, un medidor de nivel en el rehervidor hecho de tubo de vidrio de un octavo de pulgada como diámetro nominal y llaves con empaques de teflón y el condensador tiene un termómetro a la salida del mismo.

Como puede apreciarse en el diagrama de flujo y en el diagrama de instrumentación y tubería A, la torre de destilación no está totalmente equipada, por tal motivo se realizó una cotización para acondicionarla totalmente. Aproximadamente se necesitan actualmente 18 millones con los cuales no cuenta nuestra Facultad. Pero el diagrama de instrumentación y tubería B nos muestra como quedaría instalado dicho equipo.

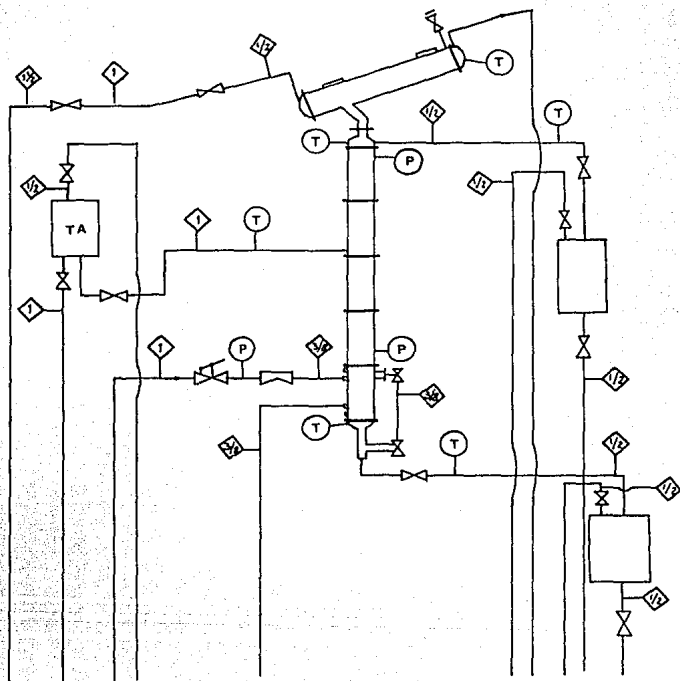
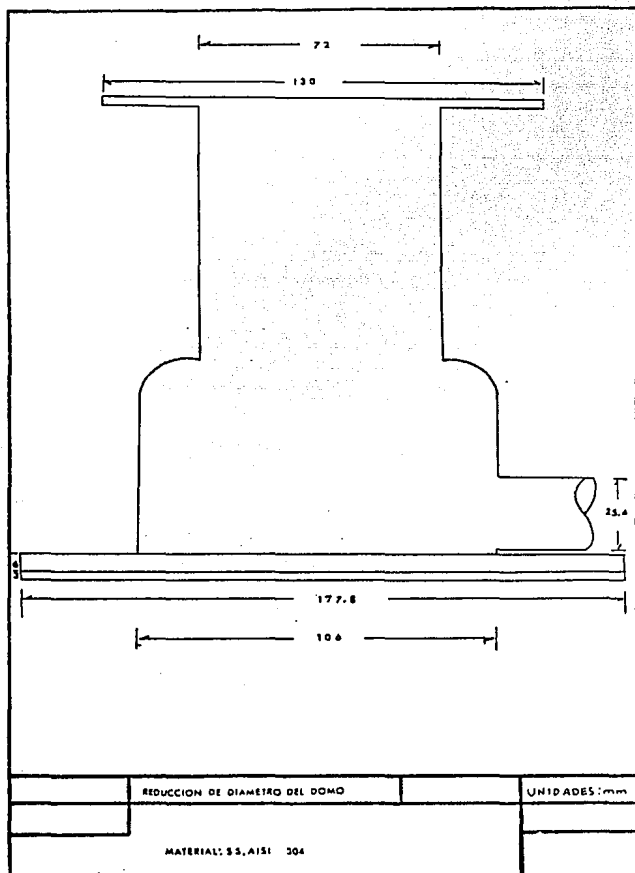
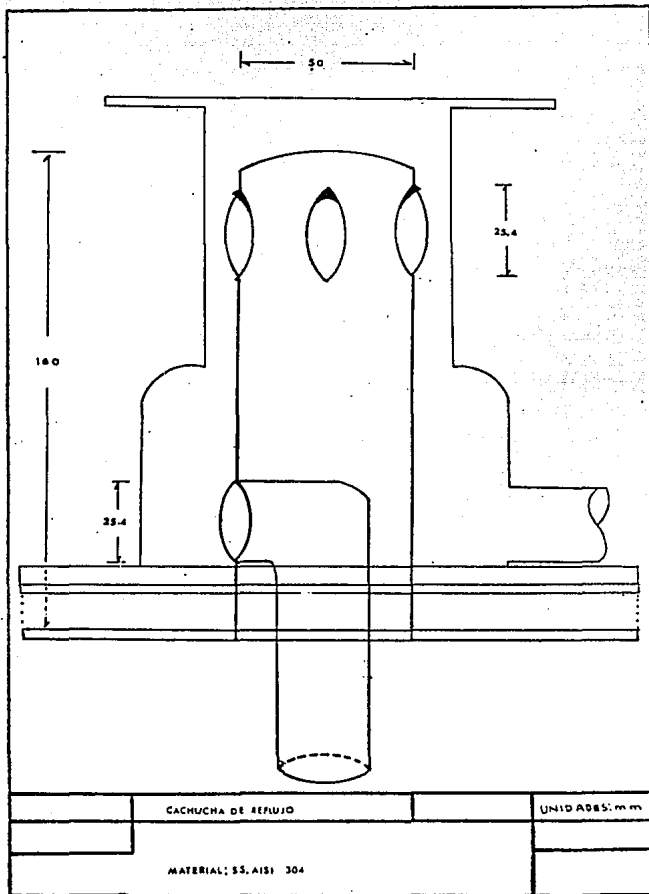
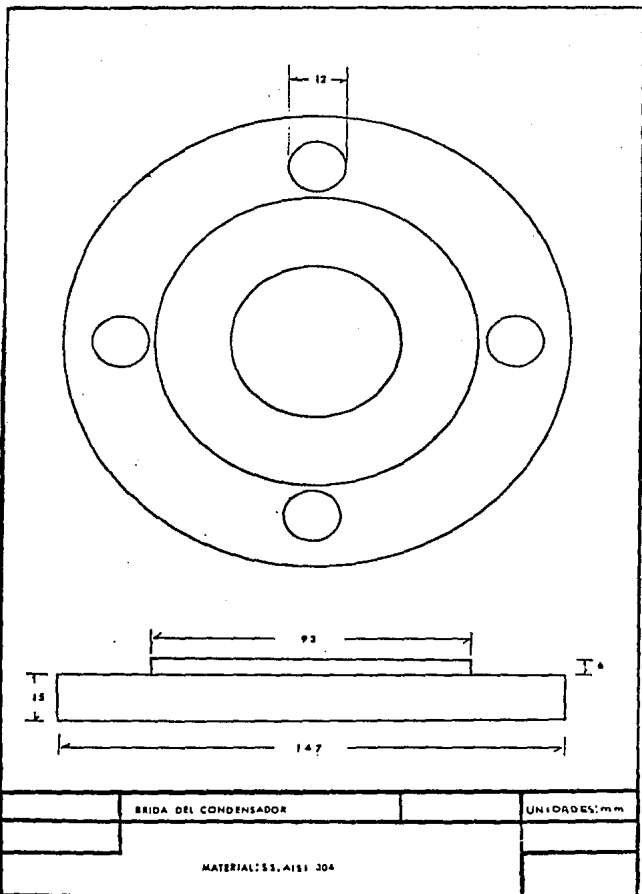
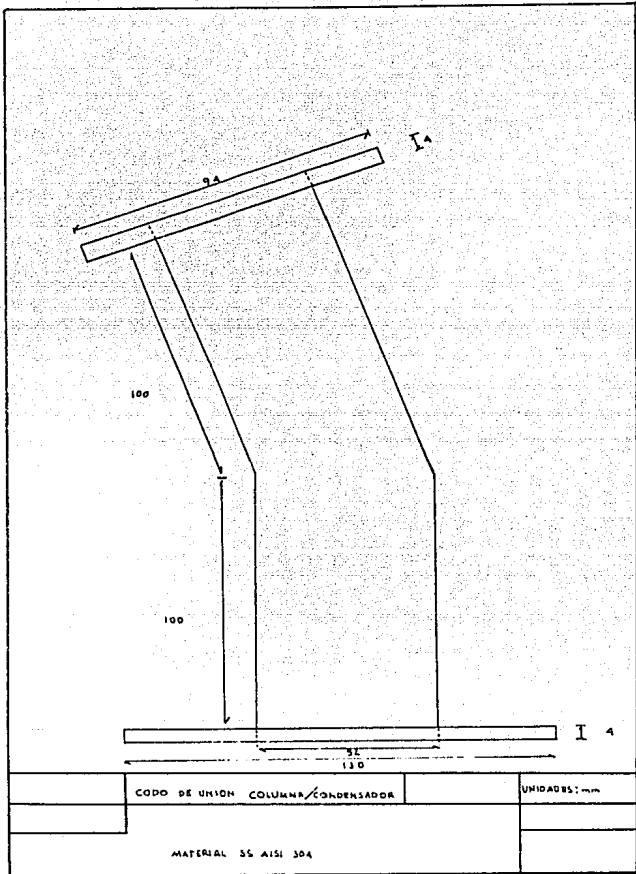


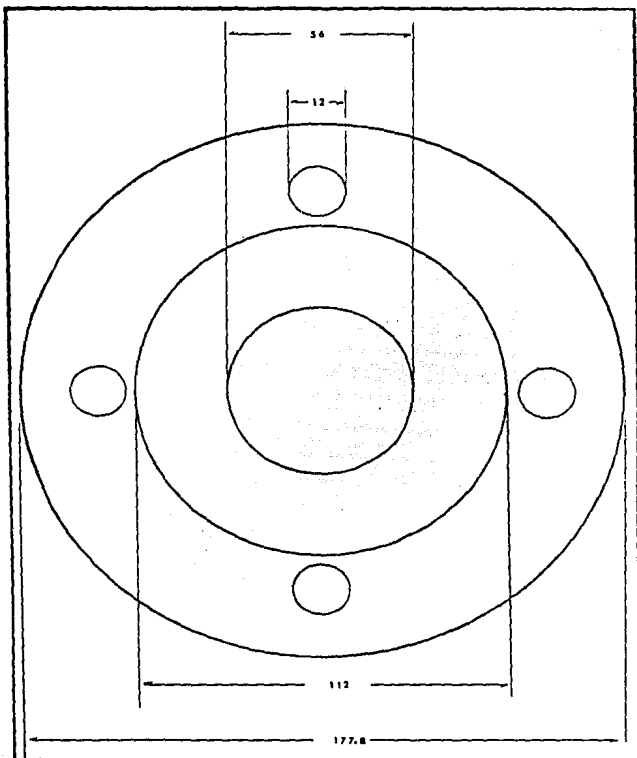
Diagrama de Tubería e Instrumentación 'A'



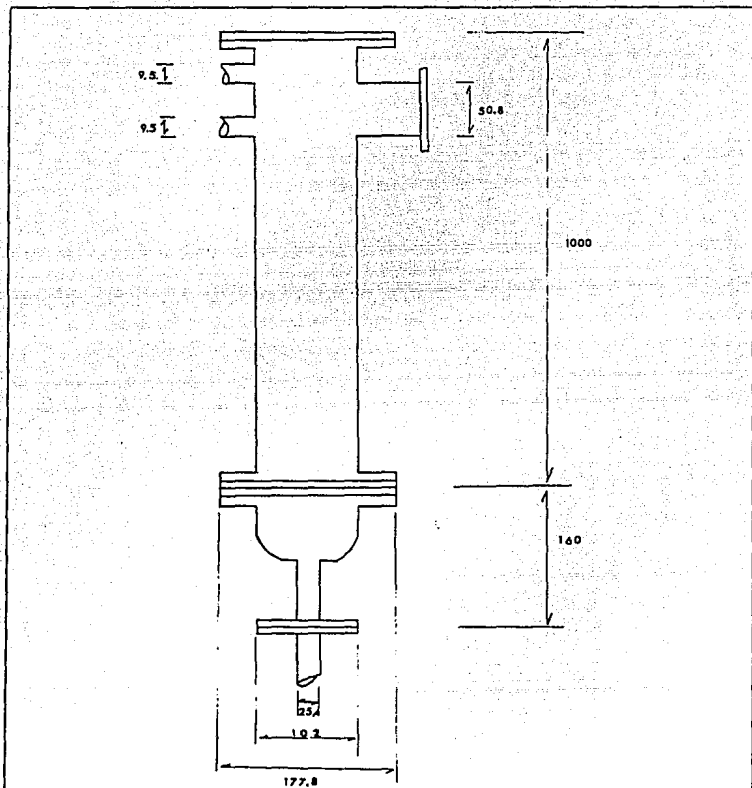








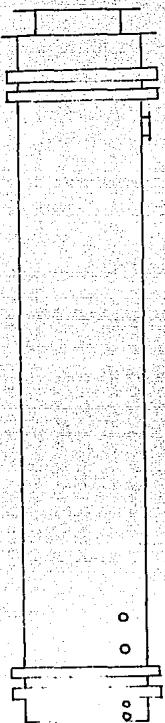
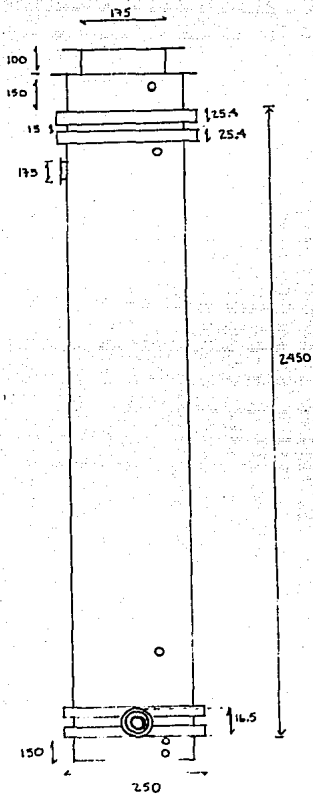
	BRIDA DE LA COLUMNA	UNIDADES: mm
	MATERIAL: S.S. AISI 304	



REHÉVIDOR Y REDUCCION DEL DIAMETRO DE FONDO

UNIDADES: mm

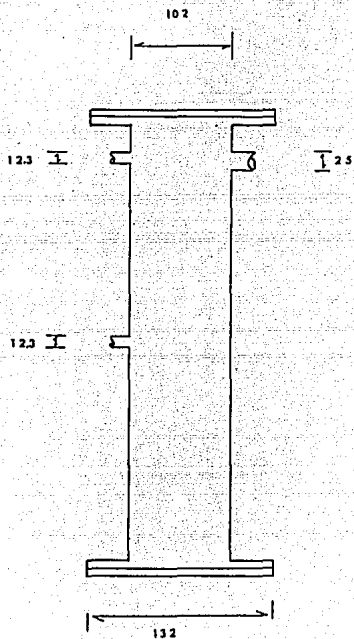
MATERIAL: SS, AISI 304



CONDENSADOR

UNIDABES1.m

MATERIAL: SS AISI 304



TRAMO DE LA COLUMNA EMPACADA

UNIDADES: mm

MATERIAL: SS AISI 304

CAPITULO 7***Operación de la columna***

a) SELECCION DE LA MEZCLA.

La mezcla con la que deberá trabajar el equipo debe tener idealmente un rango con puntos de ebullición lo suficientemente grande para facilitar la destilación debe tener baja presión de vapor y -or ende, bajo punto de ebullición, deseablemente deberá ser inerte, no tóxico ni inflamable.

Es difícil encontrar un grupo de sustancias capaces de tener todas las propiedades antes mencionadas, creo que apoyados en las normas de seguridad e higiene del Laboratorio de pueden trabajar las siguientes mezclas:

- 1) Agua-acetona.
- 2) Agua-alcohol etílico.
- 3) Agua-alcohol isopropílico.
- 4) Agua-benceno.
- 5) Agua-ácido acético.

Se hizo una investigación en la Facultad de Química acerca de cuales solventes de los antes mencionados se usan en mayor escala y que pudiéramos tener disponibilidad de ellos para poder purificar en la columna de destilación que nos ocupan en el presente trabajo y se llegó a la conclusión de operar el equipo con la mezcla de agua-alcohol isopropílico y las propiedades de la mezcla mencionada son las siguientes:

Alcohol Isopropílico.

Líquido incoloro; olor agradable; punto de ebullición 82.4°C; peso específico 0.7863 (20/20°C); índice de refracción 1.3756 (20°C). Calor específico 0.65 cal/g.; punto de fusión -86°C; temperatura crítica 235°C presión crítica 53 atm., presión de vapor 35 mm Hg a 20°C. punto de inflamación (V.A.T) -- 22°C; calor de combustión 7962 cal/g. calor de vaporización -- 159.8 cal/g; viscosidad 2.1 c p.; temperatura de autoignición 399°C, soluble en agua, etanol, éter.

Método de purificación: rectificación.

Calidades: 91%, 95%, 99%, nanógrado.

Peligros; inflamable, riesgo de incendio peligroso.

moderado ó tóxico por ingestión e inhalación

Tolerancia 400 ppm en el aire. Límite de explosión en el aire de 2 a 12%.

b) OPERACION DE LA COLUMNA

La columna se puede operar a reflujo total si se cierra completamente la válvula localizada en la línea de destilado, de tal forma que se inicia una acumulación en la cachucha de reflujo iniciandose el derrame del líquido al interior de la columna.

Con estas condiciones de operación se pueden trabajar-

con diferentes cargas térmicas (gastos de vapor) en el rehervidor y dependerán de las sustancias a separar y la calidad de la pureza del destilado que se prefiera obtener.

c) RECOMENDACIONES.

1) Antes de iniciar la operación, asegurarse que pase agua al condensador.

2) Esperar aproximadamente quince minutos para considerar que la columna ha entrado a reflujo total a régimen permanente.

3) Tomar las composiciones del destilado y del residuo

4) Medir el gasto del residuo.

5) Tomar la temperatura en el domo y el fondo de la columna.

6) Determinar la caída de presión en la sección empacada.

CAPITULO 8***Corridas experimentales***

Corridas Experimentales.

Se tenía la inquietud de conocer qué comportamiento presentaban las sustancias que se postulaban como posibles a utilizar a diferentes presiones como función de la temperatura para poder determinar y comparar la temperatura de ebullición de las sustancias reportadas en la literatura con la temperatura obtenida experimentalmente.

Para obtener la curva de presión contra temperatura se hizo la experimentación en tres diferentes ciudades del país para poder variar así la presión, éstas ciudades fueron:

Ciudad	Altura sobre el Nivel del Mar	Presión atmosférica.
Cuernavaca, Mor	1542 m.	643 mm Hg.
Tehuacán, Pue.	2200 m.	593.2 "
México, D.F.	2308 m.	585 "

La altura sobre el nivel del mar es la que reporta la literatura y es a la presión de una atmósfera (760 mm Hg), teniendo éstos cuatro puntos se comparó a lo obtenido por la ecuación de Antoine.

$$\log P_i = A - \frac{B}{C+t} \quad (41)$$

NOTA: Las unidades de la Presión en las siguientes tablas son mm Hg.

TEMPERATURA DE EBULLICION EXPERIMENTAL

Sustancia	$p_1=760$	$p_2=643$	$p_3=593.2$	$p_4=585$
acetona	56.5	51.3	49.0	48.7
Agua	100.0	95.4	93.2	92.6
Acido Acético	118.1	112.0	109.4	109.0
Benceno	80.1	74.8	72.3	67.4
n-Isopropanol	82.5	78.4	76.4	76.0

DATOS DE LAS CONSTANTES DE ANTOINE

Sustancia	A	B	C
Acetona	16.6513	2940.46	-35.93
Agua	18.3036	3816.44	-46.13
Acido Acético	16.8080	3403.57	-56.34
Benceno	15.9008	2788.51	-52.36
n-Isopropanol	18.6929	3640.20	-53.54

TEMPERATURA DE EBULLICION CALCULADO CON EC. DE ANTOINE

Sustancia	$p_1=760$	$p_2=643$	$p_3=593.2$	$p_4=585$
Acetona	56.3	51.48	49.21	48.83
Agua	100.0	95.38	93.20	92.83
Acido Acético	117.7	112.29	109.75	109.32
Benceno	80.1	74.79	72.29	67.40
n-Isopropanol	82.24	78.11	76.16	75.83

La manera de obtención de los datos de la temperatura de ebullición en las diferentes ciudades fué así: Se midieron 100 ml. de cada sustancia en un matraz y se puso a hervir a boca abierta calentandose con una manta eléctrica, se midió la temperatura en el momento en que apareció la primera burbuja de vapor, y es así que se determinó sucesivamente el punto de ebullición de las demás sustancias en cada una de las ciudades antes mencionadas, el hervir las sustancias a boca abierta asegura que la presión de vapor en el momento de la ebullición sea igual a la presión atmosférica del lugar geográfico donde se realizó el experimento.

La construcción del diagrama de equilibrio líquido vapor se sustenta en las siguientes bases teóricas: La presión de vapor encima de una mezcla líquida homogénea en función de su composición puede presentarse mediante tres tipos diferen-

tes de curvas.

a) Soluciones Ideales.

Las soluciones que obedecen la ley de Raoult se denominan soluciones ideales. De ésta Ley se deduce que la presión de vapor arriba de la solución es una función lineal de la composición:

$$P_A = P_A^{\circ} \times x_A \quad (42)$$

$$P_B = P_B^{\circ} \times x_B \quad (43)$$

La presión total es igual a la suma de las presiones parciales de acuerdo a la ley de Dalton

$$P = P_A + P_B \quad (44)$$

Las soluciones obedecen la Ley de Raoult si las fuerzas de interacción entre las partículas de las dos sustancias (A-B) son iguales a las fuerzas que actúan entre las partículas de cada sustancia (A-A y B-B), además el mezclado de los componentes no es acompañado ni por entrada ni por salida de energía térmica, también no existe cambio en el volúmen de mezclado.

b) Desviaciones Positivas de la Ley de Raoult.

Estas desviaciones pueden explicarse por el hecho de que las fuerzas de interacción entre las moléculas de las dos sustancias (A-B) son menores que entre las moléculas de la misma sustancia (A-A y B-B). Las desviaciones positivas se explican también por la disociación de las moléculas asociadas de uno o ambos componentes puros al mezclarlos. Esto provoca un aumento de la volatilidad de los componentes. La formación de soluciones de tal tipo, como regla, se acompaña del aumento de volumen y de absorción térmica lo que hace disminuir la entalpía de evaporación, es decir, facilita la evaporización.

c) Desviación Negativa de la Ley de Raoult.

Estas desviaciones son determinadas por mayores fuerzas de atracción entre las moléculas de distintos tipos (la interacción A-B es mayor que A-A ó B-B). Estas se observan en soluciones en donde se presenta solvatación, la formación de este tipo de soluciones como regla, es acompañado de una disminución del volumen y de una liberación térmica, en consecuencia, la entalpía de evaporación del componente disuelto resulta mayor que la del puro. Esto dificulta la evaporación y hace bajar la presión de vapor.

ANÁLISIS TERMODINÁMICO

Para el equilibrio de una solución binaria tenemos la condición:

$$\mu_i^L = \mu_i^V \quad (45)$$

Para cualquier solución real:

$$\mu_i^V = \mu_i^* + RT \ln f_i \quad (46)$$

en donde μ_i^* es el potencial químico de i como gas ideal a la presión de una atmósfera y a la temperatura T .

Por definición podemos escribir:

$$\mu_i = \mu_i^o + RT \ln a_i = \mu_i^o + RT \ln \frac{f_i}{f_i^o} \quad (47)$$

de la definición de actividad y coeficientes de actividad

$$a_i = \frac{f_i^L}{f_i^{oL}} = \gamma_i x_i \quad (48)$$

en donde f_i^L es la fugacidad de i como líquido puro, en el equilibrio los términos de fugacidad son:

$$f_i^L = f_i^V \quad (49)$$

o también

$$\gamma_i f_i^{oL} x_i = \phi_i y_i P \quad (50)$$

Si suponemos una presión baja sobre el sistema (alrededor de -

la presión atmosférica), la ecuación anterior se puede escribir en la forma siguiente que es la ecuación de equilibrio:

$$x_1 P_1^{\circ} \gamma_1 = y_1 P \quad (51)$$

En el punto azeotrópico $x_1 = y_1$, por lo tanto los coeficientes de actividad se calculan de la siguiente manera:

$$\gamma_1 = \frac{P}{P_1^{\circ}} \quad \gamma_2 = \frac{P}{P_2^{\circ}} \quad (52)$$

donde P_1° y P_2° fueron calculados con la ecuación de Antoine en las condiciones de la Ciudad de México, y la P es la presión atmosférica aquí en el Distrito Federal.

Utilizando éstos valores para el punto azeotrópico podemos calcular a las constantes de la ecuación de Van Laar -- pues tenemos dos ecuaciones con dos incógnitas.

$$\log \gamma_1 = \frac{A x_2^2}{\left[\frac{A}{B} x_1 + x_2 \right]^2} \quad (53)$$

$$\log \gamma_2 = \frac{B x_1^2}{\left[\frac{B}{A} x_2 + x_1 \right]^2} \quad (54)$$

resolviendo el sistema de ecuaciones obtengo:

$$A = \log \gamma_1 \left[\frac{\log \gamma_2}{\log \gamma_1} \cdot \frac{x_2}{x_1} + 1 \right] \quad (55)$$

$$B = \log \gamma_2 \left[\frac{\log \gamma_1}{\log \gamma_2} \cdot \frac{x_1}{x_2} + 1 \right] \quad (56)$$

y sustituyendo mis valores encontrados de A y B en la ecuación de Van Laar obtengo la gráfica de coeficiente de actividad vs. fracción molar de isopropanol y agua.

Para realizar la gráfica de fracción mol y_1 vs. x_1 necesitamos conocer P_1° y P_2° para ello utilice el siguiente algoritmo:

- 1.- Suponer una temperatura de ebullición.
- 2.- Por medio de las ecuaciones de Antoine calcular -- las P_1° y P_2° .

Nota: El subíndice 1 es para el isopropanol y el subíndice 2 es para el agua.

$$3.- \text{Calcular } P_1 = x_1 P_1^\circ \gamma_1 \quad ; \quad P_2 = x_2 P_2^\circ \gamma_2$$

$$4.- \text{Comprobar si } P_T = P_1 + P_2$$

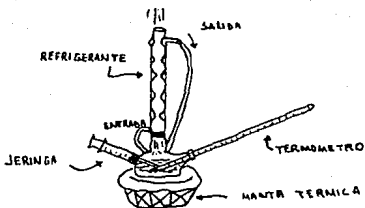
P_T debe de estar en el intervalo 584.99 mm Hg y 585.01 mm Hg.

- 5.- En caso contrario suponer otra temperatura.

METODO EXPERIMENTAL

Se montó un aparato como se muestra en la siguiente --

figura:



- 1) Se colocó un volumen definido de alcohol en el matraz de bola (99.8 de pureza).
- 2) Se calentó hasta alcanzar una temperatura constante de ebullición.
- 3) Se tomó una muestra de vapor y otra del líquido midiendo su índice de refracción en el refractómetro.
- 4) Posteriormente se procedió a añadirle agua a composición en el mol determinada, 10%, 20% ... etc., hasta llegar al punto azeotrópico.
- 5) Al alcanzar el equilibrio para cada composición, se tomó una muestra del vapor del líquido y del propio líquido y se determinó su temperatura de ebullición.
- 6) Se determinó su índice de refracción (en el punto azeotrópico los i.r. para el líquido y el vapor son iguales).
- 7) Se construye una gráfica índice de refracción vs. composición.
- 8) Posteriormente con estos datos se hicieron los cálculos posteriores.

Resultados Obtenidos De La Experimentación Anterior;

Presión Atmosférica: 585 mm Hg.

La mezcla n-isopropanol-agua forma azeótropo con la siguiente composición: fracción mol de isopropanol es 0.62 y la fracción mol del agua es 0.38.

Temperatura de Ebullición del azeótropo es 76 °C y del agua 92.6 °C

Temperatura de Ebullición del azeótropo es 71.9 °C.

Se recibió el equipo de destilación que tenía las siguientes piezas: condensador junto con una columna empacada formada por cuatro tramos y un rehervidor así como un solo tanque, todo este equipo está hecho de acero inoxidable AISI 304. Y por principio de cuentas se procedió a instalar la columna, pero surgía la interrogante: ¿dónde instalar este equipo sin que afecte a los demás equipos y se pueda operar con comodidad seguridad y eficiencia?. Se optó por colocarla y soportarla en las columnas que cargan las escaleras que comunican con el techo del laboratorio, pues cumple con los requisitos antes cuestionados, había que considerar con cuidado la altura del equipo pues poniendolo al nivel del piso no cabría instalarse aparte de la columna y utilizar una bomba eléctrica para enviar el reflujo.

En la instalación de este equipo se tuvieron que maquinar los tres soportes para la columna que son tubos de fierro-

de dos pulgadas de diámetro nominal y espesor de 1/4 de pulgada con cinturón de fijación hecho de solera de 1/2 pulgada de ancho y 1/4 pulgada de espesor, se procedió a levantar la columna luego de haber soldado los soportes de la misma a la columna de las escaleras que de fierro también; esto fué con la ayuda del personal que labora en este laboratorio y de las herramientas necesarias para realizar la maniobra sin peligro, de esta misma manera se colocó el condensador, al cual previamente también se le hicieron sus cinturones de fijación y se soldaron los soportes a la columna de la escalera.

Se buscó placa de 1/4 pulgada y tubo con los diámetros de 1 y 2 1/2 pulgadas de diámetro nominal todos en acero inoxidable AISI 304, placa de fierro de 1/4 pulgada, empaque de porcelana para llenar la columna, placa nylamid de 1/4 pulgada, válvulas de globo, válvulas de Cojinetes, 1 juego de válvulas para indicador de nivel que se conectarán a tubo de vidrio de 5/8 pulgada con rosca inferior de 1/2 pulgada: todo este material se deseaba fuera obtenido por donación de diversos industriales egresados de la Facultad de Química de la U.N.A.M.

Al conseguirse solo un tramo de placa y tubo de 1 y 2 pulgadas de diámetro nominal se decidió maquinar las base de la sección de reflujo y las dos juntas que lleva el codo de unión del condensador con la sección de reflujo, esta placa resultó ser un problema pues al iniciar su maquinación se empe

zó por cortar con el soplete y oxiacetileno la placa, no se hizo mella al material, se probó con diferentes boquillas del soplete para cortar y solo se obtuvo el mismo resultado, nada; entonces se tramitó su maquinación en el Instituto de Investigación y Resistencia de Materiales de la U.N.A.M. cuando fué autorizado resultó que su equipo estaba fuera de operación por mantenimiento programado y correctivo. Se volvió a iniciar el trámite de maquinación de las piezas en el Instituto de Física de la U.N.A.M. con resultados positivos, las tres piezas fueron cortadas, devastadas, careadas y perforadas, tengo que aclarar que se cortaron las piezas anteriores con cortadora de plasma y pantógrafo.

Al tener yo la placa de fierro se procedió a dibujar las "juntas locas" con las que se sujetaría el condensador a la sección de reflujo y ésta al como de la columna, así como también la reducción del diámetro inferior de la columna al "cuello de ganso", después de procedió a su corte y manufactura teniendo especial cuidado en la perforación y tamaño del diámetro donde atraviesan los tornillos que sujetarán cada unión.

Se decidió que la sección de reflujo estaría colocada en el interior de la reducción del diámetro de la columna ubicada en el domo de la torre pues tiene dos salidas donde se puede conectar un termómetro bimetalico y una tubería para la

línea de destilado entonces se cortó la tubería del diámetro de 2 pulgadas y se le hicieron los orificios que muestra el dibujo "cachucha de reflujo" página 63, así como el gorro para tener control del líquido que se refluya al interior de la columna, por último se cortó el tubo de 1 pulgada de diámetro nominal y se le hizo un codo para soldarlo así a la cachucha de reflujo y garantizar que éste derrama directamente en el centro del área transversal de la columna empacada, esta sección de reflujo tuvo que soldarse con precisión a la reducción del diámetro de la columna pues el control del reflujo se basa en el derrame por orificio ubicado unos dos centímetros arriba de la salida del destilado.

La fabricación del codo de reflujo se realizó tomando en cuenta la altura de la columna y la longitud del condensador pues debían de caber en el sitio elegido y que dar un ángulo suficiente para que derrame el condensador por gravedad y que fuera accesible la instalación del condensador. Ya instalado el condensador se procedió a conectarle la línea de agua con su instrumentación que el diagrama A señala y también a poner tapones a todos los orificios para salida de muestra que tiene la columna y el condensador.

Teniendo ya fijada la columna empacada en sus soportes se buscó previamente que empaque ponerle en su interior, se desarrolla este tema en el capítulo de selección del empa-

que; pero hay que explicar que si bien se recomienda el uso de silletas tóricas preferentemente que los anillos Raschig - su costo es muy diferente uno del otro y como no tengo memoria de diseño se optó por los anillos de cerámica tipo Raschig de 1 pulgada de diámetro nominal pues son los que me fueron más accesibles por su precio y el fabricante me pudo vender como mínimo 4 ft³ de empaque que me fué muy costoso su precio y que en realidad se gastó 0.69 ft³ en total, donando el resto del empaque al laboratorio de Ingeniería Química.

Al cargar cada tramo de empaque se vió que el tercer tramo contando de abajo hacia arriba no tenía su rejilla de distribución y se buscó un material que fuera inerte a las sustancias orgánicas o cualquier solvente y que no sea de acero inoxidable pues ya no se podía conseguir por donación y su precio es elevado si se decidiera a comprarlo pues solo se venden hojas completas, fué así que se decidió fabricarla con el material llamado nylamid que es un polímero con propiedades similares al teflón, por lo tanto es inerte y soporta muy bien las temperaturas elevadas. Se procedió a maquinar la rejilla en el taller del laboratorio de Ingeniería Química, es ahí donde se realizarón todas las operaciones de maquinación - antes dichas excepto las piezas maquinadas en el Instituto de Física.

Se procedió a realizar pruebas de presión hidrostática

ca a una presión de 4.0 Kg/cm^2 (abs).

Al condensador se le hizo la prueba por el interior de la coraza envolvente y después por el interior de los tubos, encontrándose unicamente fugas ligeras en las bridas del condensador, no en el espejo ni en los tubos del condensador por cualquiera de sus lados, se procedió a reparar esta fuga y se volvió a probar para resultar ya sin fugas en todo el equipo.

En la prueba hidrostática de la sección de reflujo se encontró que tenía fugas en la soldadura del codo de unión, esta fuga era debido a microporos, se volvió a desmontar y se le dió una capa más de soldadura, reinstalando y probandose nuevamente.

Se encontró otra fuga en la brida de unión del segundo y tercer tramo de la columna empacada, se apretaron uniformemente los tornillos y quedó resuelto este problema; después se buscó conseguir llaves de acero inoxidable para el indicador de nivel, se consiguieron unicamente unas llaves de bronce y se les adaptó a sus asientos teflón para que no tengan fugas con lo caliente de las soluciones en el rehervidor y el bronce nos facilita que casi no se ataca químicamente frente a solventes orgánicos. Después se instaló la línea de alimentación en la parte central de la columna junto con un tanque-

de alimentación y su válvula de control:

Se perforó la línea de vapor para poder hacer una salida y se instaló la línea de tubería que alimentará al serpentín de calentamiento ubicado en el interior del rehervidor a esta línea se le conectó la instrumentación que muestra el diagrama A.

Debido a la falta de recursos económicos se instaló un control en el fondo del rehervidor que me permita mantener un volumen definido en éste último y que no sea tan caro, se acondicionó un "cuello de ganso" hecho de tubo de plástico y con eso me es suficiente para controlar el nivel del fondo.

Debido a la escases de equipo para trabajar más comodo y de una forma más didáctica, coticé el equipo necesario para que la columna trabaje segura y se tenga control de todas las líneas, este material se ilustra en el diagrama B y anexo la lista de material necesario así como los lugares donde se cotizó al mejor precio; se espera que las autoridades de esta facultad tomen cartas en el asunto pues he presentado la lista de material y su cotización a la dirección de la facultad y a la dirección del laboratorio de Ingeniería Química.

LISTA DE MATERIAL REQUERIDO PARA LA INSTALACION DE -
LA COLUMNA EMPACADA DE SS304.

Termómetros bimetalicos.

Especificaciones:

0' - 150'C

$\varnothing = 3''$

Marca SUREX

Longitud: 2' 1/2", 4".

Ingeniería y Control de Instrumentos Industriales.

I. Yolanda Fuentes.

Tel: 3-96-52-33

08 77

02 24

Precio: \$ 49,869.00 + IVA c/u.

1 Manómetro

Especificaciones:

Escala: 0 a 1 Kg/cm²

Carátula: 4"

Entrada inferior 1/4"

Marca WIKA

Modelo 111100

Ingeniería y Control de Instrumentos Industriales.

I. Yolanda Fuentes.

precio: \$ 92,800.00(- 10%)

1 Vacuomanómetro

Especificaciones:

Doble escala: 0 a 1 Kg/cm²
0 a 76cm Hg

Entrada inferior 1/4"

Ø = 4"

Marca WIKA

Modelo 111100

Ingeniería y Control de Instrumentos Industriales.

I. Yolanda Fuentes.

Precio: \$ 92,800.00 + IVA

2Kg Soldadura UTP 6820 LC Tipo 308 L. 1/8 " Ø

precio: \$51,950.00 + IVA/kg

UTP Industria Mexicana

Sra. Abad

Tel: 5 27 79 62.

2 Cambiadores de calor

Especificaciones:

Ø = 4" nominal

L = 3ft

A = 0.28 m²

Coraza y cuatro tubos en U. (2 pasos)

Material; tubo de cobre. Coraza: acero al carbón

Modelo: ICISAT - 10061

Productos Sateña

I. Faustino Barra.

Tel: 6 57 00 63

01 74

Precio: \$ 252,000.00 + IVA

1 Rejilla tipo Irving

Especificaciones:

Modelo IS - 05

2.5 X 2m

Espesor 3/16"

Separación 1"

Estándar

Srita. Ma. Carmen Rincón

Tel: 5 16 04 11 al 13

precio: \$1 010 960.00

-3% p. ef.

-31% (50% anticipo, 50% entrega)

Tiempo de entrega 2 semanas

100 Tornillos de 1 1/2 " x 1/4" con cabeza hexagonal con
tuerca y rodana de presión.

Casa del Tornillo.

Mariano Escobedo No. 61 tel. 3998153/5272146

precio: \$19,361.00

- 1 Hoja de empaque Garlock 900 de 3/32" (1.5 x 1.5m)
Casa Brunsen
Tel: 7 09 40 40
37 19
Precio: \$264,108.00 + IVA
- 3 Válvulas de venteo de 1/2" NPT
Aranzabal Instrumentación S.A. de C.V.
Tel: 5 67 86 76
87 87 11
Srita. Marcela P.
Precio: \$31,350.00 + IVA
- 1 Válvula macho de 1/2" NPTE
Precio: \$22,420.00 + IVA
- 1 Válvula tipo bola de 1/2" con teflón
precio: \$68,467.00 + IVA
- 3 Indicadores de nivel para tubo de vidrio de 5/8" con
rosca de 1/2"
Precio: \$94,000.00 + IVA
- 30 Válvulas para fondo de 1/2" para tubing de acero ino-
xidable tipos AISI 304
Precio: \$121,613.00 c/u + IVA
Tipo globo de 1/2" para presión de trabajo má-
xima de 200 lb/in² y T = 150°C

3

Rotametros.

Escala 0 a 3 LPM y escala en por ciento

T_{max} : 96°C P_{max} : 3 kg

Modelo: 5210B01206

con anillos 0 son de Biton

ϕ = 3/8" Long. = 5"

precio: \$1,043,160.00 + IVA c/u

Carter Wallace

Ing. Barragan Alejandro

Te.: 5 33 24 26

27

1

Rotametro

Escala 0 a 14.004 LPM max.

con guías para flotador

long. tubo: 5"

ϕ = 1/2"

conexiones vertical NPT en bronce con retenedores de
cainavs y anillos de obuna N para agua a T_{max} 50°C y

P_{max} : 3kg

Modelo: 510B01108

Precio: \$1,055,020.00 + IVA c/u

Carter Wallace

Ing. Barragan Alejandro

Inversión total: \$11,603,746.10

OPERACION DE LA COLUMNA DE DESTILACION.

Se operó el equipo de la siguiente manera:

Después de haber seleccionado la mezcla a utilizar - se prepararon 10 litros de solución con 8 litros de agua y 2 litros de n-isopropanol, se agregó al tanque de alimentación, fijandose un volumen definido que permanecerá constante durante la operación, el tanque de alimentación tiene capacidad de 4 litros y se decidió ocupar 3 litros de su volumen para tener la columna en operación y poder cuidar que no tuviera cambios bruscos o que se llegará a derramar la solución. Y en el fondo de la columna se fijó un volumen en el rehervidor, éste tiene capacidad de 5 litros pero se decidió fijar un volumen de 4 litros pues esta cantidad cubre el serpentín de calentamiento y se puede mirar el nivel en el tubo de vidrio, de tal manera que la alimentación es constante y es igual a la suma de las corrientes de destilado y fondos, incluyendo el reflujo.

Al calentarse toda la columna se decidió trabajar a diferentes relaciones de reflujo manteniendo siempre constante el nivel de alimentación y el nivel del fondo de la columna, al realizar las corridas experimentales se observó que el condensador no se calentó más allá de 1/3 de su longitud de la envolvente, esto me dice que el condensador es capaz de -- condensar" (aunque sea redundante) sustancias más volátiles

que las empleadas en las corridas experimentales, estos datos están vaciados en la hoja de resultados siguientes:

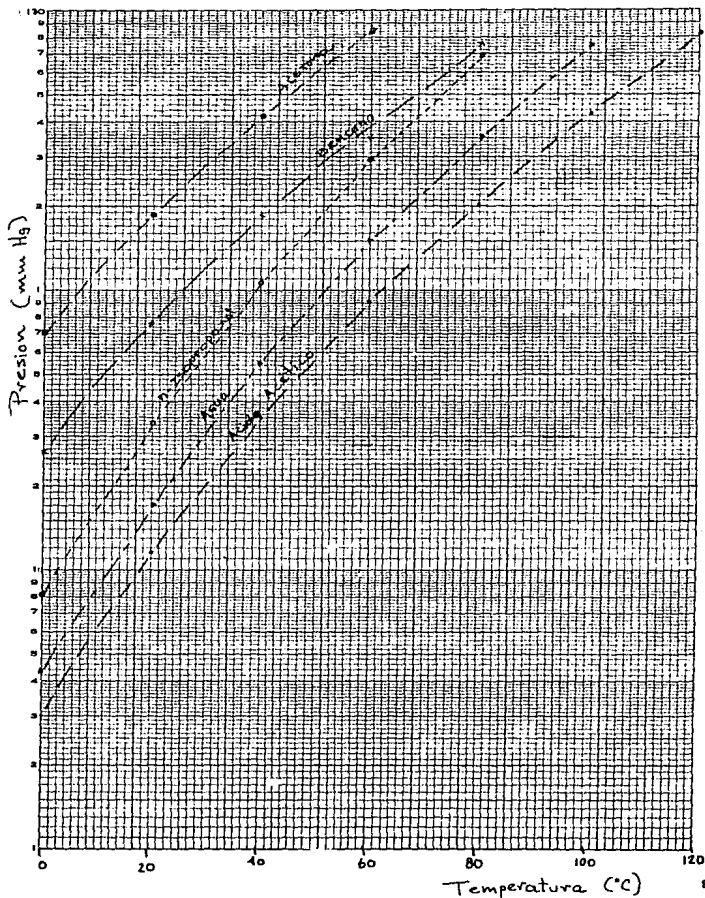
Datos obtenidos experimentalmente:

l/s	CORRIENTE	GASTO l/s	TEMP. °C
REFLUJO	Fondo	0.0004	90
0.018	Destilado	0.00167	71.5
REFLUJO	Fondo	0.000125	90
0.0194	Destilado	0.000617	71.5
REFLUJO	Fondo	0.0333	85.6
0.005633	Destilado	0.0444	71.5
REFLUJO	Fondo	0.00495	90
0.01	Destilado	0.00495	71.5

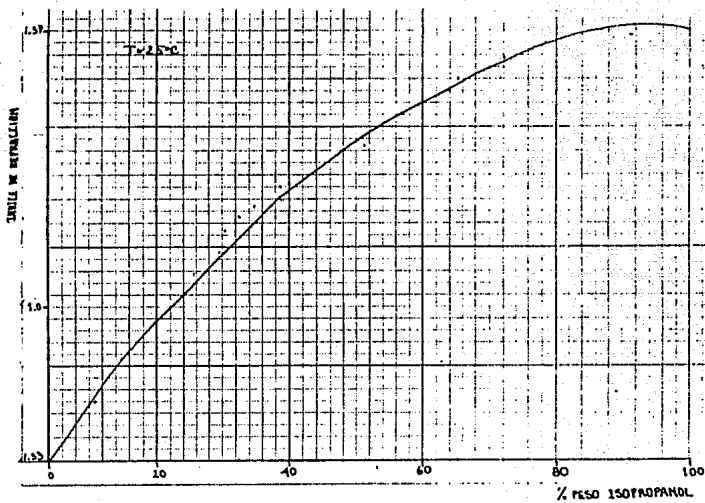
Índice de refracción de la alimentación: 1.3437 a T= 25°C.

l/s	CORRIENTE	INDICE REFRAC	COMPOSICION % mol
REFLUJO	Fondo	1.3342	2.78
0.018	Destilado	1.369	62.19
REFLUJO	Fondo	1.3342	2.78
0.0194	Destilado	1.3690	61.98
REFLUJO	Fondo	1.3398	3.3
0.00563	Destilado	1.369	62.0
REFLUJO	Fondo	1.334	5.2
0.01	Destilado	1.2688	61.5

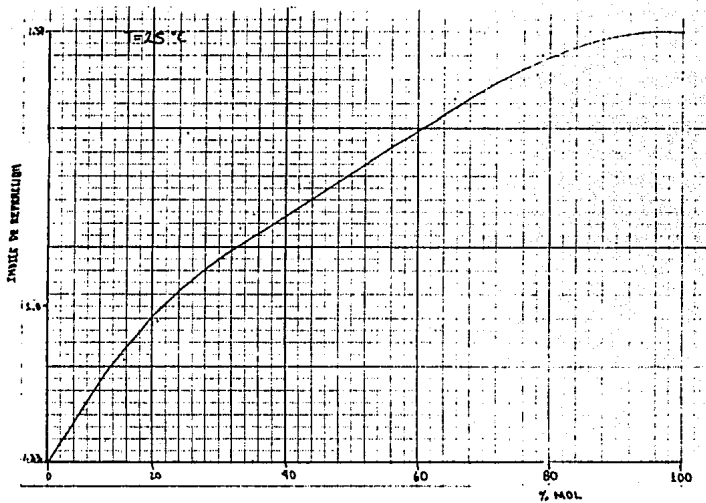
SEMILOGARÍFICO 3 CICLOS A 1/2
DIN. 15 PC. 10AT



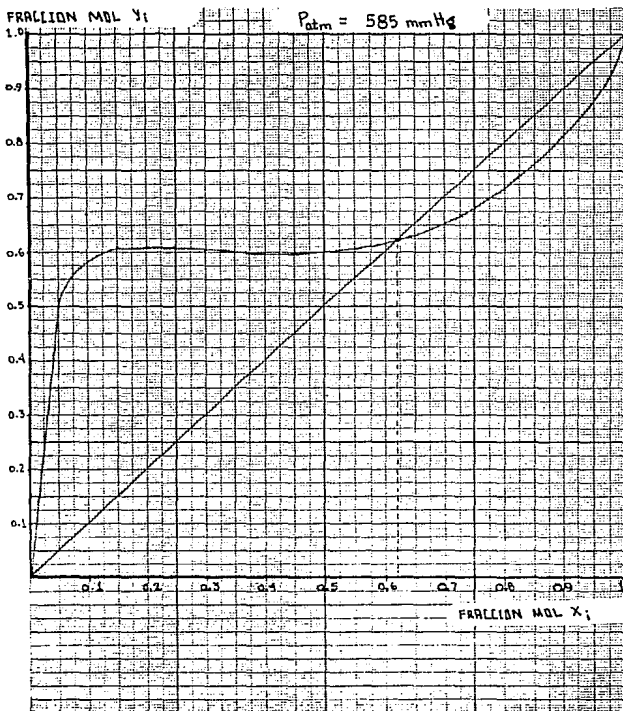
GRAFICA 2. INDICE REFRACCION vs % PESO ISOPROPANOL



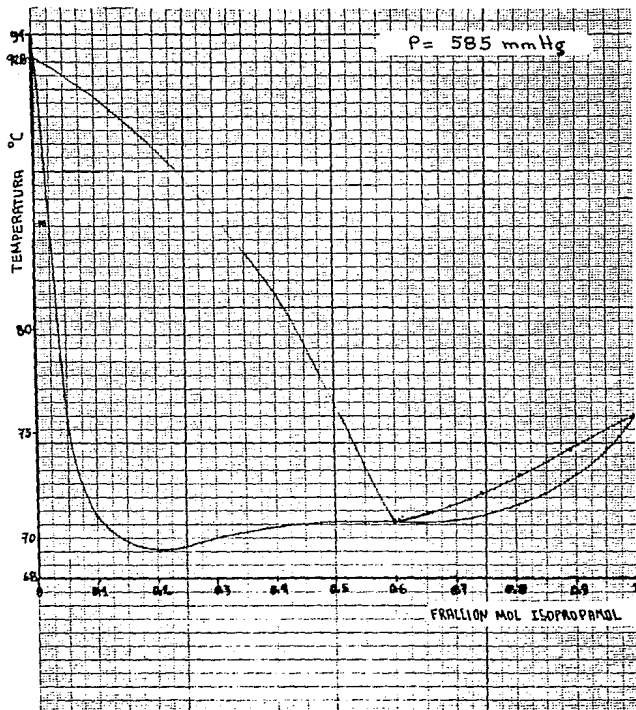
GRAFICA 3. INDICE REFRACCION vs %MOL ISOPROPANOL



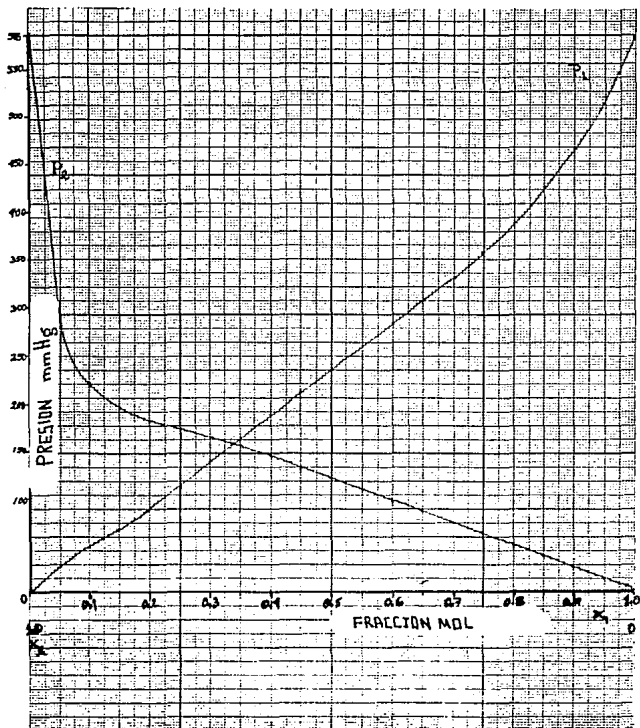
GRAFICA 4 . FRACCION MOL Y_i vs FRACCION MOL X_i ;



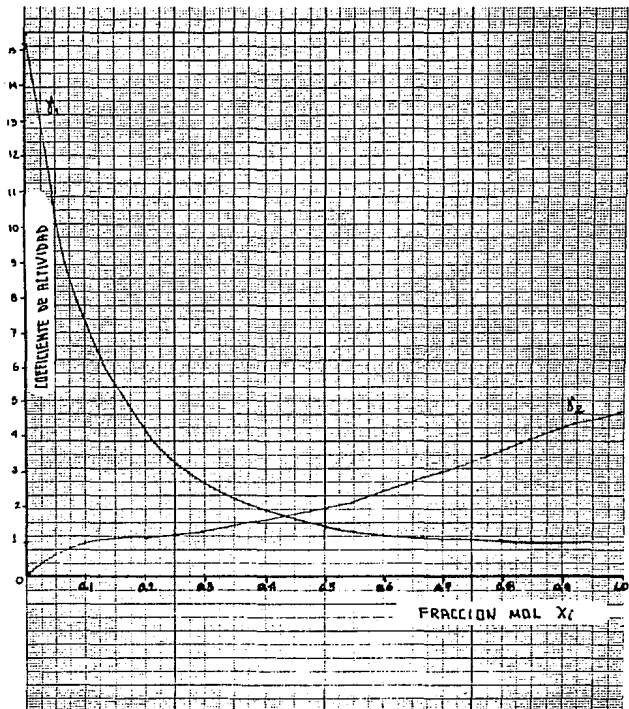
GRAFICA 5. TEMPERATURA VS FRACCION MOL ISOPROPANOL



GRAFICA 7. PRESION DE VAPOR VS FRACCION MOL.



GRAFICA 8. COEFICIENTE DE ACTIVIDAD VS FRACCION MOL X_1



8

ANALISIS DE RESULTADOS

Se puede observar de los datos obtenidos del manejo de la columna empacada que sí hubo una purificación de los componentes finales con respecto a la alimentación pues el índice de refracción me orienta a afirmar que sí se purificó el destilado el cual tiene una composición azeotrópica casi igual a la obtenida de forma experimental en el Laboratorio de Termodinámica Química.

La composición azeotrópica es 62% mol de n-isopropanol y 38% mol de agua a una presión atmosférica de 585 mm Hg. y de la tabla puede notarse que el destilado se obtuvo en un rango que va de 61.5% mol a 62.19% mol de composición final.

De la experimentación comparo los resultados así:
62% mol equivale a 100% eficiente.

61.5% mol es 99.19% eficiente en el límite inferior - por lo tanto, la eficiencia de la columna está comprendida en un 99.19% al 100%

Esta eficiencia es de manera global y solo está fundamentada con el criterio de los puntos de ebullición; no en las memorias de diseño que debieron hacerse antes de construir el equipo, por eso puede decirse que sí se realiza la operación unitaria llamada destilación en la columna empacada -- que se instaló, que es didáctica su operación y es así que se cumple finalmente con el objetivo de este trabajo.

DATOS OBTENIDOS EXPERIMENTALMENTE:

l/s	CORRIENTE	GASTO l/s	TEMP. $^{\circ}C$
REFLUJO	Fondo	0.0004	90
0.018	Destilado	0.00167	71.5
REFLUJO	Fondo	0.000125	90
0.0194	Destilado	0.000617	71.5
REFLUJO	Fondo	0.0333	85.6
0.005633	Destilado	0.0444	71.5
REFLUJO	Fondo	0.00495	90
0.01	Destilado	0.00495	71.5

Índice de refracción de la alimentación: 1.3437 a $T = 25^{\circ}C$.

l/s	CORRIENTE	INDICE REFRAC	COMPOSICION % mol
REFLUJO	Fondo	1.3342	2.78
0.018	Destilado	1.369	62.19
REFLUJO	Fondo	1.3342	2.78
0.0194	Destilado	1.3690	61.98
REFLUJO	Fondo	1.3398	3.3
0.00563	Destilado	1.369	62.0
REFLUJO	Fondo	1.334	5.2
0.01	Destilado	1.2688	61.5

CONCLUSIONES

Al realizar las corridas experimentales se pudieron obtener varias conclusiones que son:

Se puede trabajar con el equipo en operación continua ó por lotes.

Al hablar del equipo en conjunto y de los resultados obtenidos se puede decir que este equipo es 99.19% eficiente en la destilación de azeótropos a temperaturas comprendidas en un intervalo de 70°C a 75°C pues las purezas obtenidas son del 61.5% mol ó más dependiendo de las sustancias; en mezclas binarias sin azeótropos la eficiencia es mayor ó igual pues un azeótropo se comporta como una sustancia pura.

El tamaño del condensador es muy grande, teniendo en cuenta el tamaño de la columna y al trabajar con n-isopropanol se determinó que no se calentó más allá de la tercera parte de su capacidad de volumen con respecto a la entrada del vapor en la coraza del condensador y me permite afirmar que se pueden destilar sustancias muy volátiles con plena seguridad y buena eficiencia pues ésta columna de destilación no utiliza en su funcionamiento ningún equipo de corriente eléctrica.

Debido a la esboltez de la columna, ésta se calienta y llega a reflujo total constante en las condiciones de operación que mencioné en el capítulo de corridas experimentales

en un tiempo aproximado de 10 minutos, esto depende de las -- sustancias a destilar, la carga térmica que se aplique al re- hervidor y también que no haya corrientes de aire pues enfria rían la columna de destilación.

Se pueden destilar también sustancias que estén com-- prendido su índice de acidez en el intervalo de 2 a 9 estos - límites los impone el acero inoxidable y el empaque de cerámi ca respectivamente.

Para favorecerle a la Facultad de Química en sus divi ciones de Posgrado y de Estudios Profesionales la ventaja eco nómica de recuperar solventes que ya de por sí son caros y se envían a rectificar para que éstos cumplan los requerimientos de por ejemplo la División de Estudios de Posgrado; se reali zó una cotización del equipo necesario con el cual quedaría - perfectamente acondicionada la torre de destilación y se de-- terminó que se necesitan unos \$18,000,000.00 de pesos aproxi madamente, los cuales se pueden obtener del ahorro que ten--- dría la Facultad de Química al destilar nuevamente las sustan cias utilizadas en los laboratorios, ya están informadas las autoridades de el laboratorio de Ingeniería Química así como la Dirección de nuestra Facultad. Instrumentando también a - la vez un plan de recuperación de solventes en el que se soli cite a los alumnos el depositar en lugares y recipientes pre- viamente señalados e identificados las mezclas de sustancias-

que ya desecharon, disminuyendo de esta forma el número de -
componentes de las mezclas a separar y también contribuye a -
disminuir la contaminación de los efluentes de la U.N.A.M. y
de nuestra ciudad.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Gran Enciclopedia Rialp Ger, Edit. Rialp, S.A. Madrid --
1979, vol. VIII.
- 2.- Procesos de separación. C. Judson King. Edit. Reverté S.A.
Barcelona, España. 1980
- 3.- Manuel del Ingeniero Químico. Perry et al. Mac Graw Hill.
1984.
- 4.- Kenneth M. Frth, Chemical Engineering, February 21, 1972.
- 5.- Reid, R.G. y T.K. Sherwood: The properties of gases and
liquids, 2a. ed. Mac Graw Hill Books Company, New York --
1966.
- 6.- Bird, R.B.E. Stewart and E.N. Lightfoot: Transport Pheno-
mena. John Wiley and Sons, New York. 1960
- 7.- Moore, W.J. Physical Chemistry, 3a. ed. Prentice Hall, --
Englewood Cliffs, N.J. 1963.
- 8.- Vian and J. Ocón, Elementos de Ingeniería Química. Ma-
drid 1967.
- 9.- E. Costa, Apuntes de Ingeniería Química. Facultad de --
Ciencias. Madrid 1967.

- 10.- M. Kirschbaum. Destilación y rectificación. Madrid -- 1974.
- 11.- Ludwig Ernest E. Applied process design for chemical -- and petrochemical plants.
- 12.- Vapor-Liquid equilibrium data at normal pressure. E. Há-
la, I. Wichterle, J. Polák and. T. Boublik. Edit Perga-
mon Press. 1a edic. 1968.
- 13.- Robert E. Treybal. Transferencia de masa 2e. México 1966
- 14.- Gilbert W. Castellan. Fisicoquímica. Fondo educativo -
interamericano. México 1982