UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

ARRANQUE Y SIMULACIÓN DE LA COLUMNA *BRIGHTON-COPPER* DEL LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA PARA LA DESTILACIÓN DE MEZCLAS BINARIAS

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE INGENIERO QUÍMICO

P R E S E N T A FRANCISCO JAVIER GARCÍA GONZÁLEZ



Ciudad Universitaria, Cd.Mx., 2018



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 esta 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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE:Profesor: José Fernando Barragán ArocheVOCAL:Profesor: Martín Rivera ToledoSECRETARIO:Profesor: Carlos Álvarez Maciel1er. SUPLENTE:Profesor: Alberto Rosas Aburto2° SUPLENTE:Profesora: Ileana Rodríguez Castañeda

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA: LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA, FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM.

ASESOR DEL TEMA:

DR. JOSÉ FERNANDO BARRAGÁN AROCHE

SUPERVISOR TÉCNICO:

ING. ILEANA RODRÍGUEZ CASTAÑEDA

SUSTENTANTE:

FRANCISCO JAVIER GARCÍA GONZÁLEZ

Agradecimientos

A Dios, por ser mi roca y fortaleza.

A mis Padres, Carlos Francisco García Hernández y Elia González Chavero. Por brindarme su apoyo en todo momento, gracias a sus consejos, valores y motivación, soy alguien mejor.

A mis abuelos Carlos García, Angelina Hernández, Juan González, Esther Chavero. Gracias por su apoyo, los quiero mucho.

A cada miembro de mi familia, por creer en mí y darme su apoyo en todo momento.

A Darisbeth Vázquez Maca, por todo tu amor, cariño y comprensión. Eres mi más grande motivación en este camino llamado vida, encontrarte fue una bendición.

Al Dr. José Fernando Barragán Aroche, por creer en un servidor para la realización de este proyecto. Gracias por compartir conmigo sus conocimientos y hacer que me apasione más por esta carrera llamada Ingeniería Química.

A la Ingeniera Ileana Rodríguez Castañeda, por su gran apoyo y dirección en la realización de este proyecto.

Al Ingeniero Edgar Aragón Clara, por su amistad y contribución durante el desarrollo del proyecto.

A los honorables miembros del jurado por sus oportunos comentarios para mejorar mi tesis.

A la Facultad de Química por abrirme sus aulas y descubrir en ellas lo maravilloso de la Química a través de sus docentes y trabajadores.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, mi Alma Mater.

En memoria del Dr. Néstor Noé López Castillo.

ÍNDICE

Nomenclatura	1
Introducción	2
Objetivos	4
Capítulo 1: El tequila, su elaboración e historia	5
1.1. Definición	5
1.2. Historia	5
1.3. Clasificación taxonómica	8
1.4. Composición química	9
1.5. Tipos de tequila	10
1.6. Elaboración	12
1.6.1. Jima	12
1.6.2. Hidrólisis	12
1.6.3. Extracción	13
1.6.4. Formulación	13
1.6.5. Fermentación	13
1.6.6. Destilación del mosto	14
1.6.7. Maduración	14
1.7. Tecnología utilizada en la producción del tequila	15
1.8. Consejo Regulador del Tequila	18
Capítulo 2: La Destilación como operación unitaria	19
2.1. Destilación	19
2.1.1. Destilación simple o diferencial	
2.1.2. Destilación fraccionada o por etapas	21
2.2. Fundamentos teóricos de la destilación	23
2.2.1. Presión de vapor	23
2.2.2. Ley de Dalton	23
2.2.3. Ley de Raoult	23
2.2.4. Coeficiente de fugacidad	24
2.3. Equilibrio líquido-vapor	27
2.3.1. Regla de las fases y equilibrio	27
2.3.2. Punto de burbuja y punto de rocío	
2.3.3. Diagramas EVL para sistemas binarios	

2.4. Mezcla azeotrópica	31
Capítulo 3: Desarrollo experimental	32
3.1. Descripción de la torre Brighton-Copper	32
3.2. Arranque y Operación de la columna	35
3.3. Mantenimiento mecánico	37
3.4. Simulación de la columna Brighton-Copper en Aspen Plus.	40
3.4.1. Desarrollo de la simulación	40
Capítulo 4: Resultados y Validación	51
4.1. Balance de materia	52
4.2. Perfiles de temperatura y concentración	53
4.3. Validación del modelo termodinámico	58
4.4. Validación de la simulación	60
4.5. Simulación con la mezcla etanol-agua	64
Capítulo 5: Conclusiones y Recomendaciones	68
Anexos	70
Bibliografía	93

Índice de figuras

Figura 1.1 Geografía de la Denominación de Origen	5
Figura 1.2 Jima del agave.	12
Figura 1.3 Hidrolisis de la piña de agave	13
Figura 1.4 Alambique de cobre.	14
Figura 1.5 Proceso de elaboración del tequila.	15
Figura 1.6 Alquitara de cobre.	16
Figura 1.7 Alambique.	16
Figura 2.1 Destilación por lotes	20
Figura 2.2 Equilibrio líquido-vapor en una etapa	21
Figura 2.3 Columna de destilación continua	22
Figura 2.4 Diagrama de equilibrio binario T vs x,y	30
Figura 2.5 Diagrama de equilibrio binario y vs x	30
Figura 2.6 Diagrama binario T vs x,y de una mezcla azeotrópica	31
Figura 3.1 Módulo de destilación Brighton-Copper.	34
Figura 3.2 Bomba de fondos BA-002.	38
Figura 3.3 Tubería de la línea de agua de enfriamiento	38
Figura 3.4 Bomba centrífuga de 1 HP BA-001	39
Figura 3.5 Tanque de alimentación TA-001	39
Figura 3.6 Especificaciones de componentes.	40
Figura 3.7 Diagrama de flujo de selección de método	41
Figura 3.8 Continuación del diagrama de flujo.	41
Figura 3.9 Selección del modelo termodinámico en Aspen Plus	42
Figura 3.10 Condiciones de la corriente de alimentación	43
Figura 3.11 Diseño preliminar de la columna de destilación	43
Figura 3.12 Especificaciones de la columna C-S.	44
Figura 3.13 Esquema completo de simulación	45
Figura 3.14 Especificaciones de la Bomba BA-001	46
Figura 3.15 Especificaciones de la válvula de alimentación	47
Figura 3.16 Especificaciones generales de la columna	47
Figura 3.17 Etapa de alimentación a la columna	48
Figura 3.18 Presión de operación.	48
Figura 3.19 Especificaciones del condensador.	49
Figura 3.20 Características del termosifón	49
Figura 4.1 Perfil de Temperatura obtenido en Aspen Plus para la columna C-R	56
Figura 4.2 Perfil de concentración columna	57
Figura 4.3 Análisis binario en Aspen Plus.	58
Figura 4.4 Perfil de temperatura de la mezcla etanol-agua	64
Figura 4.5 Perfil de concentración de la mezcla etanol-agua	65
Figura 4.6 Especificaciones de diseño para la mezcla etanol-agua	66
Figura 4.7 Variable de la especificación de diseño.	66

Índice de tablas

8
11
17
33
44
53
53
54
54
67

Nomenclatura

- F Flujo de entrada a la columna [kg/h]
- D Flujo de destilado [kg/h]
- B Flujo de fondo [kg/h]
- z_{MEG} Fracción masa de MEG en la alimentación
- x_{MEG}^{D} Fracción masa de MEG en la fase líquida del destilado
- x^B_{MEG} Fracción masa de MEG en la fase líquida del fondo
 - P Presión [atm]
- P°*i* Presión parcial de vapor de la especie *i*
- T Temperatura [°C] ó [K]
- V Volumen [L]
- xi Fracción mol/masa de líquido del componente i en la fase liquida
- y*i* Fracción mol/masa del componente *i* en la fase vapor
- G_i^g Energía libre de Gibbs de la especie i en la fase gas
- G¹_i Energía libre de Gibbs de la especie *i* en la fase líquida
- Γ_i Constante de integración
- R Constante universal de los gases
- f_i Fugacidad de la especie *i*
- Φ_i Coeficiente de fugacidad de la especie *i*
- f_i^L Fugacidad de la especie *i* en la fase líquida
- f_i^V Fugacidad de la especie *i* en la fase vapor
- \hat{f}_{i}^{V} Fugacidad de la especie *i* en solución de la fase vapor
- \hat{f}_{i}^{L} Fugacidad de la especie *i* en solución de la fase líquida
- $\widehat{\phi}_{i}^{V}$ Coeficiente de fugacidad en la mezcla

Introducción

En el Laboratorio de Ingeniería Química se cuenta con el equipo de destilación Brighton-Copper, con las dimensiones de una planta piloto. En ella se realizan prácticas de destilación continua desde la fundación del laboratorio. Recientemente se realizaron trabajos de mantenimiento mecánico para aumentar la vida útil de la torre, y seguir analizando y diseñando experimentos que ayuden en la comprensión de la destilación.

Actualmente el departamento de Ingeniería Química tiene un proyecto conjunto con el Consejo Regulador del Tequila (CRT) para plantear la modificación de las instalaciones de una planta tequilera, es decir, mejorar el proceso de producción del tequila. El departamento de Ingeniería Química utilizará la columna de destilación Brighton-Copper para realizar corridas experimentales y obtener perfiles de concentración de una mezcla monoetilenglicol-agua, etanol-agua y de una muestra del mosto de agave, así como datos energéticos para analizar la factibilidad de modernizar una planta tequilera y ofrecer una propuesta de mejora al CRT.

Dicho lo anterior, el presente trabajo muestra el análisis de la operación de la torre Brighton-Copper utilizando una disolución monoetilenglicol-agua, obteniendo datos experimentales de flujo, presión, temperatura y concentración. Asimismo, se presenta la simulación en Aspen Plus® V8.8 de la torre de destilación, construida a partir de datos experimentales. El objetivo es establecer los criterios de operación de la torre para dar pauta a posteriores experimentos, como la destilación de mosto de agave.

En el primer capítulo, se presenta una investigación bibliográfica del origen del tequila y su importancia económica y cultural en México, así como del Consejo Regulador del Tequila A.C., organización no gubernamental dedicada a verificar y certificar la producción del tequila. Se aborda el proceso de producción del tequila, en donde el Ingeniero Químico participa principalmente en el desarrollo del producto y de los equipos utilizados en la destilación.

En el segundo capítulo, se presenta a la destilación como una operación unitaria y se aborda de forma general los fundamentos teóricos que le dan sustento a tan importante operación de separación en la industria. Se presentan las propiedades fisicoquímicas de las mezclas binarias para comprender cómo se realiza su separación en una columna de destilación.

En el tercer capítulo, se inicia con el desarrollo experimental realizado en la columna Brighton-Copper. Se describe el comportamiento de los componentes principales del módulo de destilación, el arranque y operación de la columna, y se plantea la simulación realizada en Aspen Plus V8.8 que modela de forma adecuada la columna de destilación.

En el cuarto capítulo, se muestran los resultados obtenidos a partir de la experimentación realizada en la columna. Se establecen los parámetros y filosofía de operación, y finalmente se hace una validación de la simulación mediante el modelo termodinámico seleccionado. Se realiza la comparación de los resultados obtenidos en el simulador y experimentales para detectar posibles fallas en la operación de la columna.

Finalmente, en el capítulo 5, se dan las conclusiones obtenidas de la investigación bibliográfica realizada y del desarrollo experimental. Se presentan las recomendaciones para optimizar el módulo de destilación y su operación, y las posibles mejoras para en un futuro tener la posibilidad de realizar corridas experimentales con la mezcla etanol-agua y con mosto de agave, en condiciones adecuadas de seguridad y control operativo, lo cual se realizará con fines académicos.

Objetivos

- Determinar los parámetros de operación de la columna Brighton-Copper utilizando una mezcla agua-monoetilenglicol y obtener los perfiles de temperatura y concentración.
- Mediante el análisis de la dinámica del proceso, obtener un manual de operación que permita desarrollar trabajos en el contexto del proyecto con el CRT.
- Realizar una simulación estática en Aspen Plus V8.8 que modele de manera apropiada la columna Brighton-Copper.
- Realizar un análisis de los datos obtenidos en la experimentación y simulación para detectar posibles fallas en la columna.
- Establecer recomendaciones para mejorar el aspecto mecánico en el módulo de destilación y comprobar si se podría utilizar una mezcla etanol-agua de manera segura y confiable.

Capítulo 1: El tequila, su elaboración e historia

1.1. Definición

La NOM-006-SCFI-2005 define al tequila como: Bebida alcohólica regional obtenida por destilación de mostos, preparados directa y originalmente del material extraído, en las instalaciones de la fábrica de un Productor Autorizado la cual debe estar ubicada en el territorio comprendido en la Declaración General de Protección a la Denominación de Origen "Tequila", derivados de las cabezas de *Agave tequilana Weber* variedad azul, previa o posteriormente hidrolizados o cocidos, y sometidos a fermentación alcohólica con levaduras [3].

1.2. Historia

El tequila es una bebida alcohólica endémica de México, en particular de la región comprendida por el estado de Jalisco y algunos municipios del estado de Michoacán, Tamaulipas, Nayarit y Guanajuato. Cuenta con una Denominación de Origen desde 1974, la cual estipula que únicamente se puede elaborar en la región comprendida por la Declaración General de Protección a la Denominación de Origen [2]. En la figura 1.1 se observa el territorio comprendido en la Declaración.



Figura 1.1 Geografía de la Denominación de Origen (Fuente: CRT, 2017).

El tequila se obtiene mediante la fermentación y destilación de los jugos obtenidos de la piña del *Agave tequilana Weber,* planta endémica de México. Su proceso de elaboración es artesanal desde los siglos XVII y XVIII, sin embargo, la mejora tecnológica ha permitido industrializar su producción.

En México, existen 200 variedades de agave, de donde se obtienen otras bebidas similares como: el mezcal de Oaxaca, Quitupán, Tonaya, etc., pero el más popular es el mezcal de Tequila, cuyo nombre se debe a una antigua población al noreste de la ciudad de Guadalajara, Jalisco [4].

Desde el México prehispánico se tienen datos históricos de la existencia del Tequila. En el Códice Boturini o "Tira de la Peregrinación Azteca" se menciona que los mexicas aprendieron a cocinar el agave en hornos bajo tierra y así obtuvieron un líquido blanco llamado "Mexcalli" (agave cocido) el cual era considerado un alimento, también se menciona que remojaban el agave cocido en agua para fermentarlo, y a la bebida obtenida la denominaron "Iztaoctli" (vino blanco).

En la época colonial, los españoles definieron a la planta de agave como "maguey". La planta del maguey se empleaba como alimento y tenía una gran importancia en la obtención de una bebida alcohólica denominada "vino mezcal" [6].

En 1750 se inició la fabricación industrial del "vino mezcal" en una hacienda llamada Cuisillos, ubicada en el estado de Jalisco. José Antonio Cuervo fue el primero en contar con una concesión para fabricar el tequila en el año 1758, se le concedieron tierras en la finca de Villasiada, Jalisco. En 1795, el rey de España Carlos IV dio la primera concesión para cultivar agave azul a José María Guadalupe Cuervo. A principios del siglo XIX inició el auge de varias empresas tequileras, como José Cuervo y Herradura. En 1889 la industria tequilera llegó a ser la principal de Jalisco, contando con 39 fábricas. El ferrocarril ayudó en la expansión de la industria, pero hasta que las primeras barricas fueron exportadas a Estados Unidos, el Tequila se consolidó como una bebida de fama internacional [9].

En el año 2006, la UNESCO declaró Patrimonio Cultural de la Humanidad a la región que comprende los campos de cultivo del agave azul, las antiguas instalaciones

industriales, las haciendas y los poblados. La región se sitúa entre el volcán de Tequila y el valle del Río Grande, comprende una superficie de 34,658 hectáreas [6].

De acuerdo con la Secretaría de Desarrollo Rural (SEDER), el tequila es el segundo producto más exportado en Jalisco. Cada minuto se exportan 435 botellas de 750 mililitros, el 70 % de la producción se exporta a más de 100 países. La industria tequilera supone la generación de 70,000 empleos. En la gráfica 1.1 se muestra la producción en los últimos diez años de tequila y tequila 100% agave, y en la gráfica 1.2 las exportaciones.



Gráfica 1.1 Producción total: Tequila y Tequila 100%.



Gráfica 1.2 Exportaciones por categoría: Tequila y Tequila 100%.

1.3. Clasificación taxonómica

Agave tequilana Weber 1902 (Weber)

Table 4.4 Clasifiansián

Su extensión es de 1.2 a 1.8 m de longitud. Su tallo es grueso, de 30 a 50 cm de altura al madurar. Hojas de 90 a 120 cm.

0

ion del Asiava terrillere Mehar

Nombre comun:	Mezcal
Planta:	Xerófila
Tipo:	Fanerógama
Clase:	Monocotiledónea
Subclase:	Inferrovariáceas
Familia:	Amarlidáceas
Género:	Agave
Especie:	Agave Azul Tequilana Weber

Descripción:	Planta perenne
Raíz:	Fibrosa con 20 a 30 cm de profundidad y de
	consistencia leñosa.
Tallo:	Grueso, de forma cilíndrica y longitud corta (es la parte
	aprovechable llamada "piña").
Inflorecencia:	Se inicia en la parte superior del tallo, madurece y
	florece sólo una vez en la vida.
Propagación:	Por medio de retoños o semillas.
Temporada de cosecha:	Junio a septiembre.
Cosecha:	Se realiza cada 7 ó 9 años después de la plantación.
Cantidad de azúcares reductores	27% p/p
(base húmeda):	
Rendimiento promedio de la piña:	0.572 mL de jugo/g de piña
pH de su jugo:	4.5

Fuente: Ramírez, E.T. (2002). Estudio del tequila, su historia, producción, química, mercado y legislación. (Trabajo monográfico de actualización). Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, México D.F. **Cita en el texto:** (Ramírez, 2002, pp. 13-14).

1.4. Composición química

El tequila contiene seis principales categorías de productos químicos: alcoholes, ésteres, aldehídos, cetonas, compuestos azufrados y ácidos orgánicos. Estudios por cromatografía de gases han detectado más de 200 compuestos presentes en el jugo de *Agave tequilana Weber*.

Los compuestos más comunes detectados son: 1-propanol, 3-metil-1-butanol, 2metilbutanol, 2-metilpropanol, etil-acetato, etanol, etil-hexanoato, metil-octanoato, metil-decanoato, 2-buten-1-ona, etil-decanoato, 3-metil-butil-octanoato, metil dodecanoato; butil-decanoato, etil-dodecanoato, 3-metil-butil-decanoato, etil tetradecanoato, 2-fenil-etil-octanoato, 3-hexanona y etil-hexanodecanoato; los primeros cinco son los responsables de dar aroma al tequila [9][10].

1.5. Tipos de tequila

Dependiendo de las características del proceso posterior a la destilación y de la cantidad de azúcares, el tequila se clasifica de la siguiente manera [3]:

- Tequila 100% agave: Es el producto que no es susceptible de ser enriquecido con otros azúcares distintos a los obtenidos del Agave tequilana Weber cultivado en el territorio comprendido en la Declaración de Protección a la Denominación de Origen. Deber ser envasado en la planta que controle el propio productor autorizado.
- Tequila: Es el producto en el que los mostos son susceptibles de ser enriquecidos y mezclados conjuntamente en la formulación con otros azúcares hasta en una proporción no mayor de 49% de azúcares reductores totales expresados en unidad de masa.

Existen cinco tipos de tequila de acuerdo con las características adquiridas en el proceso posterior a la destilación:

- Tequila blanco: Producto cuyo contenido alcohólico comercial debe ajustarse con agua.
- Tequila joven: Producto susceptible de ser abocado¹. El contenido alcohólico se ajusta con agua de dilución. Es una mezcla de tequila blanco con tequilas reposados, añejos o extra añejos.
- Tequila reposado: Susceptible de ser abocado. Es sometido a un proceso de maduración de por lo menos dos meses en recipientes de madera de roble o encino. El contenido alcohólico se ajusta con agua de dilución.
- Tequila añejo: Producto susceptible de ser abocado. Es sometido a un proceso de maduración de por lo menos un año en recipientes de madera de roble o encino.

En la tabla 1.2 se muestran las especificaciones fisicoquímicas del tequila de acuerdo con la NOM-006-SCFI-2005-bebidas alcohólicas-tequila.

¹ Abocado: Procedimiento para suavizar el sabor del tequila, mediante de la adición de uno o más de los siguientes ingredientes: color caramelo, extracto de roble o encino natural, glicerina y jarabe a base de azúcar.

Tabla 1.2 Especificaciones fisicoquímicas del tequila.

Parámetros	Tec Bla	luila nco	Tec Jo ^r	quila ven	Teo Repo	quila osado	Teo Ar	quila iejo	Teo Ex Añ	quila ctra iejo	Método de Ensayo (Prueba)
	MIN	MAX	MIN	MAX	MIN	MAX	MIN	MAX	MIN	MAX	
Contenido alcohólico a 20° C (%Alc. Vol.)	35	55	35	55	35	55	35	55	35	55	NMX-V-013-NORMEX
Extracto seco (g/L)	0	0.3	0	5	0	5	0	5	0	5	NMX-V-017-NORMEX
	Valores expresados en mg/100 ml de alcohol anhidro										
Alcoholes superiores (alcoholes de peso molecular superior al alcohol etílico o aceite de fusel)	20	500	20	500	20	500	20	500	20	500	NMX-V-005-NORMEX
Metanol	30	300	30	300	30	300	30	300	30	300	NMX-V-005-NORMEX
Aldehídos	0	40	0	40	0	40	0	40	0	40	NMX-V-005-NORMEX
Ésteres	2	200	2	200	2	250	2	250	2	250	NMX-V-005-NORMEX
Furfural	0	4	0	4	0	4	0	4	0	4	NMX-V-004-NORMEX

Fuente: Diario Oficial de la Federación, (1993), Norma Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-2005, Bebidas alcohólicas-Tequila Especificaciones.

1.6. Elaboración

El proceso de elaboración inicia con la plantación del agave, la cual es la materia prima para obtener el tequila. El tiempo que requiere la planta para su madurez es de 7 años, al terminar este periodo la planta alcanza la máxima acumulación de carbohidratos.

1.6.1. Jima

Cuando la planta de agave alcanza su madurez, se realiza el desquiote, el cual consiste en cortar la flor del agave para que no pierda sus azúcares. El resultado es la obtención de la piña de agave. El corte se realiza con una barreta de metal con una punta semicircular llamada "coa" (ver figura 1.2). El peso de la piña oscila de 25 a 60 kg en donde se concentra la inulina.



Figura 1.2 Jima del agave. (Fuente: Google, 2017).

1.6.2. Hidrólisis

La inulina es el carbohidrato más importante del agave, es un polímero de fructosa y glucosa, no es susceptible de ser fermentado por levaduras, por lo tanto, se requiere realizar una hidrólisis para la obtención de azúcares más simples. Se utiliza un procedimiento térmico o enzimático, o la combinación de ambos. En esta etapa además de la inulina, se forman compuestos que son determinantes en el sabor del tequila. Se lleva a cabo en hornos de mampostería o autoclaves con una temperatura de 100 a 110 °C (ver figura 1.3).



Figura 1.3 Hidrolisis de la piña de agave (Vincent Ko Hon Chiu, 2015).

1.6.3. Extracción

Posterior a la hidrólisis, los carbohidratos se separan de la fibra, se realiza con una desgarradora y un tren de molinos de rodillos.

1.6.4. Formulación

Se pueden realizar dos categorías de tequila, 100% de agave y tequila. El tequila 100% agave se elabora a partir de los azúcares extraídos del agave, consiste únicamente en enviar los jugos a las tinas de fermentación, adicionando levaduras, ajustando el pH y la temperatura, de esto resulta el mosto fresco, listo para fermentar. Para el tequila, se puede elaborar hasta con un 49% de azúcares, se adicionan las levaduras, se ajustan el pH y la temperatura.

1.6.5. Fermentación

En la formulación de la fermentación se requiere asegurar condiciones óptimas para el crecimiento de las levaduras (principalmente *Saccharomyces cerevisiae*) y la obtención de etanol a partir de la fermentación de azúcares.

La fermentación puede ser espontánea sin agregar ningún inóculo o puede llevarse a cabo en tinas de fermentación, en las que se agrega el jugo de la piña de agave y se ajusta entre 10 y 12°Bx, enriqueciendo con urea o sulfato de amonio y se inocula una cepa de *Saccharomyces cerevisiae*, la cual es responsable de transformar los azúcares en dióxido de carbono y alcohol [1]. La operación de la fermentación dura hasta 7 días a una temperatura de 25 a 30°C. Una vez consumidos los azúcares se concluye con la fermentación. La solución obtenida es llamada "mosto muerto".

1.6.6. Destilación del mosto

Concluida la fermentación, el mosto tiene un contenido bajo en azúcares, y cantidades importantes de alcohol las cuales varían de 4 a 15% Alc. Vol. Por lo tanto, se llevan los mostos a destilación, en donde se separan los constituyentes del mosto aprovechando sus puntos de ebullición.

La destilación se realiza generalmente en alambiques (por lotes), aunque también se utilizan columnas de destilación (continua). En un primer ciclo de destilación, se eliminan los componentes no deseables como son: los restos de levaduras, sales nutritivas, sólidos y alcoholes secundarios y agua. El conjunto de estos se denomina vinazas. Se somete a un segundo ciclo (rectificación) obteniendo finalmente el tequila. En la figura 1.4 se observan los alambiques utilizados en la empresa José Cuervo.



Figura 1.4 Alambique de cobre (Fuente: Mundo Cuervo, 2017).

1.6.7. Maduración

El tequila reposado debe madurarse en contacto directo con la madera de recipientes de roble o encino por un tiempo mínimo de dos meses. Para el tequila

añejo se debe madurar mínimo por un año. El tequila extra añejo debe madurar mínimo por tres años.

En la figura 1.5 se muestra el proceso de elaboración del tequila, desde el cultivo del agave hasta el producto terminado.



Figura 1.5 Proceso de elaboración del tequila (Fuente: Google, 2017).

1.7. Tecnología utilizada en la producción del tequila

La producción de tequila ha sido mejorada con el paso del tiempo. En el México prehispánico se utilizaban hornos de piedra bajo la tierra en donde se cocinaban las piñas de agave. También se tiene conocimiento que utilizaban vasijas de barro.

Posteriormente a la llegada de los españoles ellos incorporaron las alquitaras y los alambiques, los cuales tienen origen árabe.

La alquitara (ver figura 1.6) está conformada por una olla en la parte inferior, llamada pota, donde se deposita el producto a destilar. En la parte superior tiene un capotillo con un tubo, llamado biquetira, por donde sale el destilado. El capotillo está sumergido en una copa con agua para retirar la temperatura del destilado y condensarlo.



Figura 1.6 Alquitara de cobre (Fuente: Google, 2017).

El alambique (ver figura 1.7) también es de origen árabe y su eficiencia es mayor que la de la alquitara. Consta de una caldera y un serpentín. El alambique se sigue usando en la producción tradicional del tequila.



Figura 1.7 Alambique (Fuente: Google, 2017).

Actualmente, la tecnología en la producción del tequila puede variar desde la utilización de los tradicionales alambiques en destilerías pequeñas, hasta la utilización de torres de destilación con control automático. En la tabla 1.3 se tiene una comparación entre la tecnología artesanal, moderna y sofisticada.

Operación/Tecnología	Artesanal	Moderna	Sofisticada
Recepción de materia prima	Patio de la fábrica	Patio de la fábrica	Patio de la fábrica
Desgarramiento	No existe	No existe	Molinos con cuchillas
Cocimiento	Horno de ladrillo	Autoclaves	Autoclaves
Extracción de mieles	Proviene de molienda	Se separa en un tanque	Se separa en un tanque
Molienda	Molinos movidos por animales	Molinos mecánicos	Molinos para exprimir bagazo
Enfriamiento	Al aire libre	Intercambiador de calor	Intercambiador de calor
Fermentación	Tanques de concreto recubiertos de azulejo, sólo con levadura propia del agave	Tanques de acero inoxidable, sólo con levadura propia del agave	Tanques de acero inoxidable, se agrega levadura en un 3% volumen total de mieles
Primera destilación	Alambique de cobre	Alambique de acero inoxidable o cobre	Torre de destilación de acero inoxidable
Segunda destilación	Alambique de cobre	Alambique de acero inoxidable o cobre	Alambique de acero inoxidable o de cobre
Filtrado	No existe	Filtro de celulosa	Filtro de celulosa y carbón activado
Dilución	Con agua potable	Con agua potable	Con agua potable
Equipo de control	Ninguno	Escaso e instalado en campo	Completo y con tablero de control
Tiempo de proceso	127 h	55 h	45 h

Tabla 1.3 Comparación	de tecnología en	la producción de tequila
-----------------------	------------------	--------------------------

Fuente: Andrade, J.P., Vázquez, A.F. (1998). Ingeniería Básica para la producción de tequila. (Tesis de Licenciatura).Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, México D.F. Cita en el texto: 2002, p.33

1.8. Consejo Regulador del Tequila

El Consejo Regulador del Tequila, A.C. (CRT) es la organización designada de verificar y certificar el cumplimiento con la Norma Oficial del Tequila, así como de promover la calidad, la cultura y el prestigio de la bebida nacional por excelencia [15].

Sus objetivos son:

- Normalizar, verificar y certificar la calidad del Tequila mediante el cumplimiento de la NOM-006-SCFI-2005, bebidas alcohólicas- tequilaespecificaciones.
- Proteger la denominación de origen del Tequila, en México y mercados internacionales.
- Garantizar al consumidor la autenticidad del Tequila.
- Proporcionar información oportuna y veraz a la cadena productiva *Agave-Tequilana*.

Para garantizar la calidad del Tequila, el CRT cuenta con las siguientes acreditaciones:

- Acreditado ante la Entidad Mexicana de Acreditación (EMA), como: unidad de verificación, organismo de certificación y laboratorio de pruebas.
- Aprobación de la Dirección General de Normas (DGN), de la Secretaría de Economía (SE).
- Autorización como Laboratorio de pruebas, autorizado por la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios (COFEPRIS).

Capítulo 2: La Destilación como operación unitaria

2.1. Destilación

La destilación es una de las operaciones unitarias más utilizadas en la industria química, petroquímica, alimentaria y farmacéutica. Es la operación unitaria más antigua que se conoce. El proceso de destilación fue inventado por los egipcios, utilizaron la destilación para vaporizar sustancias y tratar los metales con ellas y vaporizaron agua de mar para purificarla. La destilación también se denomina: alambicación, refinación, agotamiento, fraccionamiento y rectificación [14].

Se utiliza para separar componentes que forman mezclas líquidas miscibles, la separación depende de la distribución de los componentes entre una fase vapor y una fase líquida, los cuales están presentes en las dos fases. La fase vapor se origina de la fase líquida por vaporización en el punto de ebullición de los componentes más volátiles [5].

Existen principalmente dos tipos de destilación: la destilación diferencial o por lotes que se utiliza en la industria farmacéutica y alimentaria, y la destilación continua que se realiza en columnas de destilación, las cuales son resultado de la evolución tecnológica y la investigación, son utilizadas principalmente en la industria petroquímica.

Las columnas de destilación representan un gran porcentaje de la inversión en una planta química o refinería, además de que su costo de operación es elevado por la utilización de servicios auxiliares y su mantenimiento mecánico.

A través del desarrollo de simuladores computacionales se ha logrado modelar plantas químicas o refinerías en las que participan columnas de destilación. Las simulaciones permiten estudiar el proceso de destilación de forma interactiva y tomar decisiones para modificar y hacer eficiente el proceso de destilación, disminuyendo costos en la operación y aumentando la seguridad.

2.1.1. Destilación simple o diferencial

En la destilación simple se ingresa una corriente líquida en un recipiente de calentamiento, el cual puede ser desde un matraz bola hasta una olla vaporizadora (alambique). Al líquido contenido se le aplica calor mediante servicios auxiliares, como lo son el vapor de calentamiento o fuego directo. Los vapores salen por la parte superior y se extraen mediante la condensación, es decir, se retira el calor del vapor (ver figura 2.1). El líquido contenido en el recipiente de calentamiento es rico en los componentes más volátiles y el líquido contenido en el recipiente de calentamiento es rico en los componentes pesados (fondos). La composición del recipiente varía con el tiempo. En la destilación diferencial no se realiza reflujo y se realiza en una sola etapa [7].



Figura 2.1 Destilación por lotes (Fuente: Google, 2017).

La alimentación a la columna es por lotes, es decir, la columna procesa un lote y cuando el proceso de destilación termina se vuelve a cargar. Es un proceso no continuo.

2.1.2. Destilación fraccionada o por etapas

La destilación fraccionada es un proceso en el cual se lleva a cabo una serie de etapas de vaporización instantánea, en donde los productos líquidos y gaseosos fluyen en contracorriente. En cada etapa entra una corriente líquida y una corriente de vapor, las cuales interactúan y alcanzan el equilibrio térmico y mecánico En la figura 2.2 se representa el equilibrio de una etapa, en donde entra una corriente líquida y una de vapor en contracorriente, las cuales salen de la etapa en equilibrio térmico y mecánico. Mediante el balance de energía y materia se puede generalizar para n-etapas en equilibrio, como es el caso de una columna de destilación [5].



Figura 2.2 Equilibrio líquido-vapor en una etapa (Fuente: Google 2017).

La destilación fraccionada es el método utilizado con mayor frecuencia en la industria, es un proceso continuo con el cual la producción es mayor y además se puede aumentar la eficiencia automatizando el proceso.

La destilación fraccionada inicia con el ingreso de una corriente de proceso a una torre de destilación con n-etapas. La torre se divide en dos secciones; en la parte posterior se le denomina zona de rectificación y a la parte inferior de la alimentación se le denomina zona de agotamiento. En la parte inferior se cuenta con un rehervidor el cual proporciona el calor necesario para llevar a ebullición la disolución y generar la fase vapor que ascenderá por la torre. Asimismo, en la parte superior tiene un condensador el cual retira el calor del vapor y se logra su recuperación en

un condensado enriquecido en los componentes más volátiles. Al interior de la torre, a lo largo de las etapas, los líquidos y vapores siempre se encuentran en sus puntos de burbuja y rocío, respectivamente, las temperaturas más altas se encuentran en el fondo de la torre y las menores en la parte superior [13]. En la figura 2.3 se muestra un esquema general de una torre de destilación continua, así como la configuración interna de los platos.



Figura 2.3 Columna de destilación continua (Fuente: Google, 2017)

El flujo de alimentación es de forma continua. Tienen la capacidad de procesar cantidades grandes de materia prima para su separación.

Las columnas continuas se pueden clasificar de varias maneras:

a) Propiedades del flujo de alimentación:

- Columna binaria: flujo de alimentación de sólo dos componentes.
- Columna multicomponente: flujo de alimentación contiene n-componentes.

b) Número de flujos de salida

- Columna binaria: cuenta con dos salidas de producto.
- Columna multiproducto: cuenta con más de dos flujos de productos (salidas laterales).

- c) Dispositivos internos:
 - Columna de platos: Al interior se instalan platos para proveer un mejor contacto líquido-vapor, cada plato representa una etapa de equilibrio. El número de platos depende del diseño.
 - Columna empacada: En lugar de platos, en el interior de la columna se dispone de piezas geométricas que facilitan el contacto líquido-vapor. Estas piezas o empaques permiten tener un medio continuo para las etapas de equilibrio.

2.2. Fundamentos teóricos de la destilación

La destilación depende de las diferencias de los puntos de ebullición de los componentes presentes en la mezcla. Asimismo, depende de la concentración en la que se encuentra cada componente, por lo tanto, depende de la presión de vapor de la mezcla.

2.2.1. Presión de vapor

La presión de vapor es la presión en la que se encuentra en equilibrio una fase condensada (líquido o sólido) y su vapor. La presión de vapor es dependiente de la temperatura y su valor es independiente de las cantidades de cada fase.

2.2.2. Ley de Dalton

La ley de Dalton establece que la presión de una mezcla de gases, sin reacción química, es igual a la suma de las presiones parciales que ejerce cada componente en la mezcla.

$$P_{TOTAL} = P_1 + P_2 + \dots + P_n$$
 (2.1)

2.2.3. Ley de Raoult

La ley de Raoult permite calcular la presión de vapor de una sustancia en una solución ideal, si se conoce la presión de vapor del componente puro y la composición de la solución en términos de fracción mol.

La presión parcial $P_i(T)$ en el equilibrio para un componente i a determinada temperatura es igual al producto de la fracción mol x_i^L en el líquido por la presión de vapor $P_i^o(T)$ a la misma temperatura.

$$P_i(T) = x_A P^{\circ}{}_i(T) \tag{2.2}$$

Para una solución binaria e ideal de una solución A y B, donde la fracción mol es directamente proporcional a la presión y a una temperatura constante, se puede decir que:

$$P_A(T) = x_A P^{\circ}_A(T) \tag{2.3}$$

$$P_B(T) = (1 - x_A) P_B^{\circ}(T)$$
(2.4)

Combinando la ley de Dalton y la ley de Raoult es posible calcular la fracción mol en el vapor.

$$y_A P_{TOT} = x_A P^{\circ}_A \tag{2.5}$$

2.2.4. Coeficiente de fugacidad

En la sección 2.2.3 se habló de la presión de vapor en soluciones ideales, pero en la práctica son muy pocas las soluciones que tienen un comportamiento ideal. Para representar de mejor manera el comportamiento de una solución real, se tratará el tema del coeficiente de fugacidad.

La aplicación del equilibrio se facilita introduciendo el término *fugacidad*, fue introducido por Gilbert Newton Lewis en 1901, la cual es una magnitud que sustituye el potencial químico μ_i . El concepto de la fugacidad surge de la ecuación 2.6 la cual es válida para especies puras *i* en el estado de gas ideal [12].

$$G_i^g = \Gamma_i(T) + RTln(P)$$
(2.6)

Para un líquido se escribe una ecuación análoga:

$$G_i^{l} = \Gamma_i(T) + RTln(f_i)$$
(2.7)

La presión es remplazada por la fugacidad f_i , la cual tiene unidades de presión. Si la ecuación 2.6 y 2.7 se restan para las mismas condiciones de presión y temperatura, se obtiene:

$$G_{i}^{l} - G_{i}^{g} = RTln(\frac{f_{i}}{P})$$
(2.8)

La ecuación anterior es la energía residual de Gibbs, en donde la fugacidad entre la presión total es una nueva propiedad denominada *coeficiente de fugacidad* Φ_i

$$G_i^R = \operatorname{RTln}(\Phi_i) \tag{2.9}$$

$$\Phi_i = \frac{f_i}{P} \tag{2.10}$$

Los coeficientes de fugacidad pueden ser evaluados mediante datos PVT o con ecuaciones de estado. La ecuación 2.7 se puede escribir para un vapor y líquido saturado de una especie i.

$$G_i^V = \Gamma_i(T) + RTln(f_i^V)$$
(2.11)

$$G_i^L = \Gamma_i(T) + RTln(f_i^L)$$
(2.12)

Restando las ecuaciones se obtiene:

$$G_i^V - G_i^L = \operatorname{RTln}(\frac{f_i^V}{f_i^L})$$
(2.13)

Cuando el vapor y el líquido se encuentran a la misma temperatura y misma presión de saturación, al equilibrio la energía libre de Gibbs del vapor y el líquido se igualan y por consiguiente las fugacidades del líquido y vapor se igualan $f_i^L = f_i^V = f_i^{Sat}$. Por lo tanto, el coeficiente de fugacidad correspondiente es:

$$\Phi_i^{sat} = \frac{f_i^{sat}}{P_i^{sat}}$$
(2.14)

El concepto de fugacidad fue ampliado para mezclas por Lewis y Randall, y utilizado para formular la definición de solución ideal. La fugacidad de una especie en solución es paralela a la fugacidad de una especie pura, se multiplica la fugacidad de la especie pura por la fracción del componente i y se define la fugacidad de la especie i \hat{f}_i^{α} en la mezcla.

$$\hat{f}_i^V = y_i f_i^V \tag{2.15}$$

$$\hat{f}_i^L = x_i f_i^L \tag{2.16}$$

Las ecuaciones 2.15 y 2.16 se utilizan para soluciones ideales. Para considerar las desviaciones del comportamiento ideal, se definen los coeficientes de fugacidad en una mezcla:

$$\widehat{\phi}_{i}^{V} = \frac{\widehat{f}_{i}^{V}}{y_{i}P}$$
(2.17)

$$\widehat{\phi}_i^L = \frac{\widehat{f}_i^L}{x_i P} \tag{2.18}$$

2.3. Equilibrio líquido-vapor

El equilibrio líquido-vapor (EVL), se presenta cuando las fugacidades parciales de los componentes son iguales en todo el sistema y no ocurren cambios de temperatura y presión con respecto al tiempo.

Los problemas de equilibrio se dividen en dos grandes categorías [11]:

- a) Problema de la Regla de las Fases: Intervienen únicamente las propiedades intensivas, es decir, no importa la cantidad de las fases presentes. Las propiedades intensivas son la temperatura, la presión y la composición.
- b) Problemas flash o de vaporización instantánea: Para su resolución es necesario agregar el balance de materia, por lo tanto, sí importa la cantidad de cada fase presente. En ocasiones también se agrega el balance de energía y entropía.

2.3.1. Regla de las fases y equilibrio

La regla de las fases de J. Willard Gibbs describe el número de grados de libertad o número de variables intensivas presentes en un sistema cerrado en equilibrio. Tiene aplicación en sistemas con equilibrio homogéneo y equilibrio heterogéneo.

Para ejemplificar la regla de las fases se considerará un sistema cerrado en equilibrio con las siguientes consideraciones:

- El sistema está conformado por n_f fases.
- En el sistema se encuentran presentes n_c compontes.
- Intervienen variables intensivas (T, P y composición).
- La cantidad de las fases es indiferente.

Las variables intensivas presentes en el problema son:

- Temperatura y presión
- Fracción mol de cada componente en cada fase.

En cada fase se tienen (n_c-1) fracciones mol independientes y n_f fases y se suman la temperatura y presión, por lo tanto:

Número de variables intensivas independientes= $n_f(n_c-1) + 2$ (2.19)

El sistema está en equilibrio, se debe cumplir que el potencial químico de cada especie es igual en todas las fases.

El número de ecuaciones resulta de cada componente. Se tienen n_f-1 ecuaciones y como se tienen n_c componentes, el número total de ecuaciones es:

Número de ecuaciones=
$$n_c(n_f-1)$$

(2 20)

Para que el sistema de ecuaciones tenga resolución el número de incógnitas y de ecuaciones debe ser igual, de esta forma los rangos de las matrices del sistema de ecuaciones coinciden. Las incógnitas son variables sin conocer, unas son variables que se especifican como dato y otras permanecen como incógnitas.

Las incógnitas que se especifican se denominan grados de libertad F, si se resta el número de variables y ecuaciones se obtendrán los grados de libertad. La ecuación 2.21 es la regla de las fases de Gibbs:

F= (Grados de libertad) = (número de variables)-(número de ecuaciones) (2.21)

$$F = n_f(n_c - 1) + 2 - n_c(n_f - 1)$$
$$F = n_c - n_f + 2$$

2.3.2. Punto de burbuja y punto de rocío

En la ingeniería los problemas de equilibrio líquido-vapor de mayor interés son los cálculos de punto de burbuja y punto de rocío. El punto de burbuja es cuando el sistema se conforma mayormente por líquido y se forma la primera burbuja de vapor. El punto de rocío es cuando el sistema se conforma de vapor y se forma la primera gota de líquido. Existen cuatro tipos de problema:

- Presión de burbuja: Se calcula *y*_i y P, se conocen *x*_i y T.
- Presión de rocío: Se calcula *x*_i y P, se conocen *y_i* y T.
- Temperatura de burbuja: Se calcula y_i y T, se conocen x_i y P.
- Temperatura de rocío: Se calcula **x**i y T, se conocen yi y P.

Para los cuatro tipos de problemas que se presentan se cumple al equilibrio que las fugacidades de los componentes son iguales en todas las fases.

2.3.3. Diagramas EVL para sistemas binarios

En una mezcla líquido-vapor de componentes A y B, se tienen dos grados de libertad F=2. Las dos variables independientes que se pueden seleccionar son la temperatura y la presión, la fase vapor y líquido están presentes, la concentración de uno de los componentes es y_A en el vapor y x_A en el líquido. Las concentraciones del componente B son dependientes puesto que x_A+x_B=1 y y_A+y_B= 1. Considerando que la presión está especificada, únicamente queda una variable independiente (T, x_A ó y_A) [11].

El equilibrio líquido-vapor se puede representar de manera gráfica construyendo diagramas a presión constante (isobáricos) o a temperatura constante (isotérmicos). En los procesos isobáricos, la composición de la mezcla líquido-vapor va a variar con la temperatura manteniendo la presión constante. Por lo contrario, en el proceso isotérmico la composición tendrá variación con la temperatura manteniendo la temperatura constante.

La representación gráfica es de mucha utilidad ya que permite obtener datos de las propiedades intensivas de la mezcla líquido-vapor. Permite hacer el diseño preliminar de columnas de destilación binaria, obteniendo datos como las etapas necesarias para la separación (método de McCabe-Thiele).

En la figura 2.4 se presenta un diagrama de equilibrio T vs x,y y en la figura 2.5 un diagrama de equilibrio x vs y.



Figura 2.4 Diagrama de equilibrio binario T vs x,y (Fuente: Google, 2017).



Figura 2.5 Diagrama de equilibrio binario y vs x (Fuente: Google, 2017).

2.4. Mezcla azeotrópica

Un azeótropo es una mezcla líquida que tiene un máximo o un mínimo en los puntos de ebullición, con relación a los puntos de ebullición de las composiciones de las mezclas a su alrededor. Los puntos de ebullición de los componentes puros presentes en la mezcla son muy cercanos, lo cual permite la formación de azeótropo. En la figura 2.6 se observa que, a determinada temperatura, el líquido y vapor presentan la misma composición Las mezclas con puntos de ebullición distantes no pueden formar un azeótropo, aun cuando no tengan características de solución ideal [8].



Figura 2.6 Diagrama binario T vs x,y de una mezcla azeotrópica.

Capítulo 3: Desarrollo experimental

3.1. Descripción de la torre Brighton-Copper

En el Laboratorio de Ingeniería Química (LIQ) de la Facultad de Química, UNAM, se cuenta con una columna de destilación de platos perforados, la cual tiene las dimensiones de una planta piloto. En los últimos años se ha realizado mantenimiento en el equipo para poder aumentar su vida útil y que los alumnos del laboratorio desarrollen experimentos que permitan conocer el proceso de destilación.

Un objetivo a futuro es seguir mejorando el aspecto físico y mecánico de la columna. Asimismo, se desea agregar bloques de control para observar el control dinámico y hacer más eficaz el proceso.

El equipo se divide en dos secciones principales:

- Columna de destilación: Está conformada por 20 platos, cada plato tiene una bajante y tres campanas. En cada plato se cuenta con válvulas de muestro de líquido y vapor. El hervidor (calandria) se encuentra en la parte interna e inferior de la columna.
- Olla vaporizadora: Es un alambique de cobre con capacidad de 170 litros en donde se hacen experimentos de destilación diferencial.

Ambos equipos comparten los condensadores y los tanques de destilado y fondo. El servicio de calentamiento se realiza mediante una caldera de gas LP que proporciona vapor de calentamiento a la columna de destilación y a la olla vaporizadora. Los condensadores utilizan agua de enfriamiento. El módulo de destilación también cuenta con un sistema de bomba de vacío, el cual no se encuentra habilitado por deterioro de las tuberías y válvula.

Se realizó la elaboración de dos diagramas de flujo de proceso para poder observar de manera gráfica cada parte del equipo. Un diagrama contempla cada detalle del equipo y el segundo diagrama muestra un panorama general del proceso. Los diagramas se encuentran presentes en los anexos A y B respectivamente En tabla 3.1 se describe a detalle el equipo de destilación.

Clave DFP	Equipo	Características
T-001	Columna de destilación	Altura: 4.22 m Diámetro: 0.193 m 20 platos, con paredes de vidrio, tres campanas, una bajante y en arreglo triangular.
Q-001	Intercambiador de calor (Precalentador de la alimentación).	Vertical de 8 tubos de ³ ⁄ ₄ " de diámetro Longitud: 0.5 m Área de contacto: 0.119 m ² Material: cobre Nota: se encuentra inhabilitado
Q-002	Condensador	Vertical de 30 tubos de ¼" de diámetro Longitud: 1.22 m Área de contacto: 0.739 m ² Material: cobre
Q-003	Condensador	Vertical de 30 tubos de ¼" de diámetro Longitud: 1.22 m Área de contacto: 0.739 m ² Material: cobre
Q-004	Condensador	Vertical de 30 tubos de ¼" de diámetro Longitud: 0.609 m Área de contacto: 0.365 m ² Material: cobre
Q-005	Subenfriador	Vertical Longitud: 0.35 m Diámetro: 0.2 m Área de contacto: Material cobre
Q-006	Intercambiador	Horizontal de 8 tubos de ³ ⁄ ₄ " de diámetro Longitud: 0.5 m Área de contacto: 0.119 m ² Material: cobre
TA-001	Tanque de alimentación	Cilindro vertical Capacidad: 236 L Longitud: 0.905 m Diámetro: 0.578 m Material: acero inoxidable
TA-002	Tanque de destilado	Cilindro horizontal Capacidad: 97.7 L Longitud: 0.74 m Diámetro: 0.41 m Material: acero al carbón

Tabla 3.1 Torre Brighton-Copper.

Clave DFP	Equipo	Características
		Cilindro horizontal
TA-003		Capacidad: 97.7 L
	Tanque de fondos	Longitud: 0.74 m
		Diámetro: 0.41 m
		Material: acero al carbón
		Bomba centrífuga magnética
BA-001	Bomba de alimentación	Potencia: ¼ HP
		Marca: ProMinent
		Bomba centrífuga magnética
BA-002	Bomba de fondos	Potencia: 1/8 HP
		Marca: ProMinent
A 001	Agitador del tangue de alimentación	Hélice
A-001	Agitador dei tarique de alimentación	Potencia: motor eléctrico de 1/2 HP

Fuente: Vanegas, J.T: (2012). Elaboración de guiones experimentales de la columna de destilación Brighton-Copper del Laboratorio de Ingeniería Química. (Tesis de Licenciatura). Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, México D.F. Cita en el texto: pp. 22-24



Figura 3.1 Módulo de destilación Brighton-Copper.

3.2. Arranque y Operación de la columna

El arranque y operación de la columna Brighton-Copper es resultado de la observación en diversas corridas experimentales. Las primeras corridas experimentales se realizaron con agua para poder detectar posibles fugas en las tuberías y darles mantenimiento preventivo.

El objetivo a largo plazo es obtener perfiles de concentración en los platos de la columna de una mezcla etanol-agua (las pruebas con la mezcla etanol-agua no están en el alcance de la presente tesis), pero al ser muy inestable y explosiva al manejarla en grandes cantidades, se decidió utilizar una mezcla agua-monoetilenglicol (agua-MEG), la cual es una sustancia poco reactiva y que ofrece un amplio rango de operación de forma estable y segura.

Para la realización de los experimentos se preparó una solución de agua-MEG con una concentración al 11% masa de MEG.

Para que el lector comprenda y pueda reproducir la experimentación, se realizó un manual de operación de la columna. La rutina de operación con la que se obtuvieron los resultados presentados en el capítulo 4 es la siguiente:

Llenado de la columna:

- 1. El tanque TA-001 se llena de la mezcla problema, se debe garantizar siempre un nivel de más de 50 litros.
- 2. Mediante el agitador A-001 se realiza el mezclado necesario.
- Se alinea la tubería para alimentar la mezcla a la columna, cerrar la válvula VA-034 la cual alimenta solución a la olla vaporizadora T-002 (alambique) y abrir VA-003 para dar paso a la torre T-001.
- Abrir la válvula (VA-015/VA-031) del plato por donde se alimentará la mezcla, se pueden utilizar los filtros en la alimentación para retirar impurezas no deseadas.
- Alinear la tubería de destilado, abriendo la válvula VA-048 y cerrando VA-047.

- 6. Alinear la tubería de fondos, cerrando la válvula VA-038 que da paso al tanque de fondos.
- Alinear la tubería de agua de enfriamiento, abriendo la válvula VA-058, VA-059 y VA-060.
- 8. Alinear la tubería de vapor, abriendo VA-071 y cerrando VA-072.

Operación a reflujo total:

- 1. Mediante la bomba BA-001 alimentar la mezcla a la torre, llenar la torre a una altura por arriba del plato 17.
- 2. Parar la bomba BA-001.
- Administrar agua de enfriamiento a los condensadores mediante la válvula VA-057.
- 4. Purgar la línea de vapor mediante la válvula VA-075 hasta la salida de vapor saturado.
- Administrar el vapor de calentamiento a la calandria mediante la válvula VA-072, regulando la presión del vapor de 0.2 en 0.2 kg/cm² cada 2 minutos hasta llegar a 1.5 kg/cm².
- Cerrar la válvula de destilado VA-051 y abrir totalmente la válvula de reflujo VA-049.
- 7. Calentar la mezcla hasta ebullición y dejar que alcance el régimen permanente por 30 minutos.

Operación a destilación continúa

En la operación a destilación continua se alimenta la mezcla a la torre durante todo el proceso, por lo cual se debe garantizar siempre un nivel de líquido óptimo (altura del plato 17) en el tanque TA-001. Se obtendrá flujo de destilado y fondos.

- 1. Reiniciar la alimentación de mezcla a la torre con la bomba BA-001.
- 2. Abrir la válvula de destilado (una vuelta de 180°).
- Establecer una relación de reflujo de forma manual mediante la válvula VA-049.

- Abrir la válvula de fondos VA-038 y alinear con el intercambiador de calor para enfriar, cerrando la válvula VA-040 y abriendo VA-039, VA-041 y VA-042.
- 5. Si se desea se puede utilizar la bomba BA-002 para extraer más rápido el flujo de fondos.
- Mantener el nivel del líquido en el interior de la torre en un nivel por arriba del plato 17 para garantizar el proceso de destilación continúa, verificar la altura con el indicador de nivel.
- 7. El flujo de alimentación se regula mediante la válvula de retorno VA-002, la válvula ayuda a aumentar o disminuir el flujo de alimentación, si se desea aumentar el flujo se cierra la válvula y si se desea disminuir el flujo, se abre.

3.3. Mantenimiento mecánico

Durante el desarrollo experimental se detectaron fallas en la torre Brighton-Copper, lo cual impidió hacer pruebas con una mezcla etanol-agua ya que no se garantizó la seguridad para operar el equipo.

Fallas detectadas:

- Fugas en la succión y descarga de la bomba (BA-002) de fondos.
- Fuga en las válvulas de la línea de agua de enfriamiento.
- Mal funcionamiento de la bomba de alimentación (BA-001).
- Fuga en la válvula de agua de fondos (VA-042).
- Válvulas de muestreo de vapor obstruidas.
- Rotámetro (R-1) con mal funcionamiento.
- Succión de la bomba (BA-001) obstruida.
- Impurezas en el tanque de alimentación.
- Excesiva corrosión en las líneas de tuberías.

La bomba (BA-002) fue removida para limpiar su succión y descarga, se mitigaron las fugas. Igualmente, la válvula VA-042 se removió y se puso una válvula de compuerta, pero al realizar las pruebas hidrodinámicas se detectó que no funciona para el control del flujo en los fondos, por lo tanto, se decidió colocar una válvula de aguja la cual permite un control fino del flujo.



Figura 3.2 Bomba de fondos BA-002.

Las válvulas que presentaron fugas en la línea de agua de enfriamiento fueron reemplazadas en su totalidad ya que presentaron un alto grado de corrosión.



Figura 3.3 Tubería de la línea de agua de enfriamiento.

La bomba de alimentación funcionó de manera correcta durante los primeros meses de experimentación, posteriormente presentó cavitación en la línea de alimentación, por lo tanto, se reemplazó por una bomba centrifuga con potencia de 1 HP. Al realizar pruebas se detectó que la potencia de la bomba estaba sobrespecificada para las necesidades de control dinámico en la torre.



Figura 3.4 Bomba centrífuga de 1 HP BA-001.

Al presentar fallas en la bomba de alimentación se hizo una inspección de la tubería y el tanque de alimentación (TA-001) para detectar la falla en el funcionamiento de la bomba. Se removió toda la tubería para purgarla con agua y se destapó el tanque de alimentación en donde se detectaron impurezas. Se sustituyó la válvula check de la succión.



Figura 3.5 Tanque de alimentación TA-001.

3.4. Simulación de la columna Brighton-Copper en Aspen Plus.

El objetivo de construir una simulación es la predicción y creación de posibles escenarios en un sistema. Para el caso de estudio, el sistema es una torre de destilación. El simulador por utilizar es ASPEN Plus® V8.8, el cual por medio de modelos matemáticos permite resolver los balances de materia y energía del sistema; proporciona información de temperaturas, presión, flujos y concentración. Una simulación podría significar ahorros en el estudio del proceso, su única limitante es acoplar el modelo de simulación a una situación real.

La simulación busca reproducir los resultados de la experimentación en la columna Brighton-Copper, los cuales serán presentados en el siguiente capítulo. Para las corridas experimentales se utilizó una solución de alimentación Agua-MEG al 11% masa.

3.4.1. Desarrollo de la simulación

El primer paso es definir los componentes que participan en la operación tal y como se muestra en la figura 3.6, dichos componentes son Agua y Etilenglicol (MEG).

Components - Specifications × +								
Selection	Petroleum	Nonconventional	Enterprise Database	Information				
Select compon	ents							
Compor	nent ID	Туре	Compo	nent name	Alias			
► AGUA	С	onventional		WATER		H2O		
MEG	С	onventional		ETHYLENE-GLYC	OL	C2H6O2		
•								
Find Elec Wizard User Defined Reorder Review								

Figura 3.6 Especificaciones de componentes.

El siguiente paso es la elección del modelo termodinámico, siguiendo recomendaciones de Eric Carlson [17] (diagrama de decisión para elegir el método de cálculo de propiedades), mostradas de acuerdo con el algoritmo de las figuras 3.7 Y 3.8.



Figura 3.7 Diagrama de flujo de selección de método.



Figura 3.8 Continuación del diagrama de flujo.

Dadas las condiciones de operación de la columna, y que los componentes con los que se trabajó (MEG/Agua) son compuestos polares y no electrolíticos, se decidió establecer el modelo UNIQUAC para llevar a cabo los cálculos termodinámicos en los que se encuentra basada la simulación (ver figura 3.9).

	_							
/	Methods × 🛨							
	Global Flowshe	et Sections	Referenced	Ir	formation			
	Property methods 8	l options —	-		Method name			
	Method filter	COMMON	-		UNIQUAC	-	Methods	Assistan
	Base method	UNIQUAC	-					
	Henry components		•		🔲 Modify —			
	Petroleum calcula	tion options			Vapor EOS		ESIG	Ŧ
	Free-water metho	STEAM-TA	-		Data set		1	
	Water solubility	3	-		Liquid gamma		GMUQUAC	Ŧ
					Data set		1	(A) (Y)
	Electrolyte calcula	tion options			Liquid molar en	thalpy	HLMX88	Ŧ
	Chemistry ID		•		Liquid molar vo	lume	VLMX01	Ŧ
	Use true comp	onents			✓ Heat of mixi	ng		
					Poynting co	rrection		
					Use liquid re	ference	state enthalpy	

Figura 3.9 Selección del modelo termodinámico en Aspen Plus.

Una vez establecidos los componentes y el método termodinámico apropiado, se procedió a realizar la simulación partiendo del balance de materia realizado con datos experimentales y con los porcentajes masa de los componentes en la solución base:

- 11% MEG
- 89% Agua

Asimismo, en la figura 3.10 se muestran las condiciones de entrada de la corriente de alimentación principal (F) de la columna.

Mixed Cl	Solid	NC Solid	Flash Option	ns EO O	ptions	Costin	ng	Information		
Specificatio	ns									
-lash Type	1	Temperature	- P	ressure		-	Con	nposition		
-State variable							Ma	iss-Frac	•	
Temperature		298.15	K	C C	•			Component	Valu	e
Pressure		0.77105	3 а	tm	•		-	AGUA	0.89	
Vapor fractio	n						•	MEG	0.11	
Total flow ba	sis	Volume	•							
Total flow rat	e	0.401	I/	/min	-					

Figura 3.10 Condiciones de la corriente de alimentación.

Después de establecer las características de la corriente de alimentación, se procedió a construir un modelo de simulación utilizando un método corto de destilación para poder establecer los parámetros indispensables en un modelo de simulación riguroso. A esta etapa se le denominará el diseño previo de la columna; en el simulador de procesos se utiliza para este propósito el bloque DSTWU, en la figura 3.11 se muestra el esquema de simulación que se llevó a cabo en la fase conceptual.



Figura 3.11 Diseño preliminar de la columna de destilación.

Las especificaciones requeridas para ejecutar el bloque DSTWU, que a partir de este momento se le conocerá como C-S, fueron tomadas de los datos experimentales y además se aplicaron reglas heurísticas en el caso de las presiones de domo y de fondos; la ventana en la figura 3.12 da cuenta de lo anteriormente descrito.

Main Flow	/sheet ×	C-S (DSTWU) × +						
Specifi	ications	Calculation Options	Co	nvergence	Information			
Column Numl Reflux	specificatio ber of stage cratio	es 20		Pressure Condenser Reboiler	0.769737 1.45074	atm ▼ atm ▼		
Key com Light key	ponent rec	overies ————		Condenser specifications Total condenser Partial condenser with all vapor distillate Partial condenser with vapor				
Comp Recov	AGUA 0.98	•						
Heavy ke	⊧y			and liqui	id distillate			
Comp	MEG	•		Distillate va	por fraction 0			
Recov	0.01							

Figura 3.12 Especificaciones de la columna C-S.

Como resultado del diseño previo de la columna se obtuvieron las condiciones de operación necesarias para implementar el modelo de destilación riguroso para representar a la columna Brighton-Copper. Los parámetros obtenidos con el método corto se presentan en la tabla 3.2.

Parámetro	Valor	Unidades
Reflujo mínimo (minimum reflux ratio)	0.0144	-
Reflujo real (actual reflux ratio)	0.0296	-
Número mínimo de etapas (minimum number of stages)	2.2928	-
Número de etapas reales (number of actual stages)	20	-
Etapa de alimentación (Feed stage)	10.803	-

Tabla 3.2 Resultados de la simulación de la columna	de diseño
---	-----------

Parámetro	Valor	Unidades
Número de etapas reales por encima de la alimentación	9 803	_
(Number of actual stages above feed)	5.000	
Calor requerido en el rehervidor (Reboiler heating required)	13586.72	Kcal/h
Enfriamiento requerido en el condensador (Condenser	11864.8	Kcal/h
cooling required)	11004.0	Roai/II
Temperatura del destilado (distillate temperature)	92.8	°C
Temperatura del fondo (bottom temperature)	142.4	°C

A continuación, se procedió a dar inicio a la etapa de la simulación con un modelo riguroso en el simulador de procesos. El bloque que se ocupó fue la columna *RadFrac*, que realiza cálculo por métodos rigurosos de destilación (ecuaciones MESH); para fines prácticos, se nombrará al bloque como C-RAD. También se complementó a esta fase la adición de la bomba de ¼ HP (BA-001) y la válvula (V-4). Acoplando ambas fases de la simulación, el esquema resultante se muestra en la figura 3.13.



Figura 3.13 Esquema completo de simulación.

La primera especificación de este modelo está relacionada con la bomba. El único dato conocido es la potencia de la misma, por esta razón es la especificación que se le da al simulador. Para fines prácticos se consideró una eficiencia de 75%. Ver figura 3.14.

Main Flowsheet $ imes$	BA-001 (P	ump) × B	3A-001 (Pump) -	Results ×]
Specifications	Calculation	Options	Flash Options	Utility In
_ Model				
Pump		© T	urbine	
Pump outlet speci	fication —			
Oischarge press	ure	2	atm	Ŧ
Pressure increa	se		atm	Ŧ
Pressure ratio				
Power required		0.186425	kW	•
🔘 Use performant	ce curve to d	etermine di	ischarge conditi	ons 💽
- Efficiencies				
Pump 0.75		Dr	iver	

Figura 3.14 Especificaciones de la Bomba BA-001.

En segundo lugar, se debe especificar la presión de descarga a la cual debe trabajar la válvula de alimentación VA-004. En un principio se asumió una presión de 585 mmHg, esto por ser la presión de trabajo en la torre, pero al ver el comportamiento del perfil de presión obtenido por Aspen Plus, se encontró que la presión de operación debía ser de 636.71 mmHg (ver figura 3.15).

Main Flowsheet	\times /V-4 (Valve) \times	+						
Operation	Valve Parameters	Calculation Options	Pip	e Fittings	Informat	ion		
Calculation typ	Calculation type							
Adiabatic fl	ash for specified out	let pressure (pressure c	hang	er)				
Calculate va	alve flow coefficient	for specified outlet pres	sure	(design)				
Calculate or	utlet pressure for spe	cified valve (rating)	Q					
Pressure specif	ication		_	Valve oper	ating spec	ification		
Outlet press	sure 636.71	mmHg	•	🔘 % Oper	ning			
Pressure dro	ор	bar	-	O Flow co	pef			
- Flash options -								
Valid phases	Liquid-Only		•	Maximum	iterations	30	•	
				Error tolera	nce	0.0001		

Figura 3.15 Especificaciones de la válvula de alimentación.

Por último, se especifica el bloque principal, la columna C-RAD, para esto se toma en consideración que la columna Brighton-Copper no cuenta con un rehervidor, sino con una calandria de calefacción que para fines de la simulación se especifica como un termosifón. Sabiendo que agrupando los condensadores con el sub-enfriador, se puede llegar a asumir que la columna posee un condensador total.

Teniendo en consideración lo anterior y combinando los datos, la especificación de la torre se presentan en las figuras 3.16, 3.17 y 3.18.

Main Flowsheet × C-RAD (RadFrac) × +							
Configuration Streams	⊘ Pressure	⊘Condenser	🕜 Reboile	r 3-Ph	ase Infor	mation	
- Setup options							
Calculation type Equilibrium							
Number of stages		20	6	Sta	ge Wizard)	
Condenser	[Total	-				
Reboiler		Thermosiphon					
Valid phases		Vapor-Liquid	-				
Convergence		Standard			-		
Operating specifications							
Distillate rate	-	Mole	• 1.1331	2	kmol/hr	•	
Reflux ratio	•	Mole	• 0.0296	3		Ŧ	
Free water reflux ratio	C)		Feed	Basis		

Figura 3.16 Especificaciones generales de la columna.

\square	Main	Flowsheet ×	C-RAD (RadF	rac)	× 🛨					
	0	Configuration	🥝 Streams	ØP	ressure	🕜 Conde	enser	🕜 Rebo	iler	3-Phase
	- Fee	d streams —								
		Name	Stage			Conventio	on			
	►	7	11		Above-S	tage				
ſ	Pro	duct streams —							_	
		Name	Stage		Phas	e	Ba	asis		Flow
		8	1	Liqu	ıid		Mole			
		9	20	Liqu	ıid		Mole			

Figura 3.17 Etapa de alimentación a la columna.

Main Flowshee	et × C-RAD (Rad	Frac) × 🕂		
🖉 Configurat	tion 🛛 🥑 Streams	OPressure	Condenser	🕜 Reboiler
View	Top / Bottom		•	
Stage 1 / Cor	ndenser pressure	585	mmHg	•
- Stage 2 press	ure (optional) —			
Stage 2 pr	essure		bar	•
Condense	r pressure drop		bar	Ŧ
- Pressure drop	o for rest of columr	(optional)		
Stage pres	sure drop	0.1	psi	•
🔘 Column p	ressure drop		bar	Ŧ

Figura 3.18 Presión de operación.

Como se mencionó anteriormente, se utilizaron reglas heurísticas propuestas por Seader para establecer la caída de presión por etapas, el cual tiene un valor de 0.1 psi/etapa [11].

Se debe tomar en consideración que la temperatura del destilado a la salida de los intercambiadores en conjunto con el sub-enfriador se especifica con un valor de 37°C que fue medido físicamente en la válvula V-53 que regula el flujo que llega al tanque de acumulación. Lo anterior se especifica en la ventana del condensador del módulo RadFrac (ver figura 3.19).

Condenser specification Temperature Distillate vapor fraction Mass
Temperature C Distillate vapor fraction Mass
Distillate vapor fraction
Both reflux and liquid distillate are subcooled A

Figura 3.19 Especificaciones del condensador.

Para el termosifón se especificó la temperatura de salida del vapor de calentamiento de acuerdo con la medición realizada en el equipo (ver figura 3.20).

Main Flowsheet $ imes {}^{\!$	C-RAD (RadFi	rac) × 🛨				
Configuration	✓ Streams	OPressure	Con	denser	🥝 Reboiler	3-Ph
Thermosiphon reboiler o	ptions		1			
Specify reboiler flow rate	ite			Reboil	er Wizard	
Specify reboiler outlet	condition					
Specify both flow and	outlet condition					
Flow rate		Out	let conditio	n ———		
Mole -	kmol,	/hr v Te	mperature		-	
		11	7	с	-	
Orthogod						
Optional Reboiler pressure			har			
Reboiler return feed conv	ention	Above-Stage	CO.			
Utility	ention	Abore stage				
Reboiler configurations -	\$	NT-1			NT-2	
Orculation without based	ffle 🔘 Ci	irculation with baf	fle	🔘 Circul	ation with auxiliar	y baffle
	4)	leed enough liqui	d return)			

Figura 3.20 Características del termosifón.

Después de realizar la simulación, se obtienen los resultados que indican los parámetros de operación a los cuales funcionan los condensadores, así como el termosifón, es decir, se obtiene la relación de reflujo, el flujo de destilado y de fondos, las cargas térmicas y las temperaturas. Los resultados obtenidos por módulo de simulación, así como el balance de materia y energía se presentan en el anexo D.

Se hizo una validación del modelo termodinámico seleccionado y una comparación de los perfiles obtenidos experimentalmente y con el simulador. La validación permitió verificar la simulación y así desarrollar posibles escenarios en la operación de la columna. Lo anterior se presenta a detalle en el siguiente capítulo.

Capítulo 4: Resultados y Validación

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos en el desarrollo experimental realizado en la torre Brighton-Copper. Se obtuvieron datos experimentales de flujos volumétricos de destilado y fondos, perfiles de temperatura y concentración de cada plato en la columna.

Se muestran los resultados de la operación a reflujo total, es decir, sin salida de destilado y fondos. Posteriormente, se presentan resultados obtenidos en la operación a destilación continua.

Los resultados se obtuvieron mediante el procedimiento descrito en el apartado 3.2, siguiendo dicho apartado se recuperó una solución de agua-MEG con una pureza de aproximadamente 70% en masa de MEG, partiendo de una concentración 11% masa.

Las condiciones de operación bajo las cuales se obtuvieron los resultados son las siguientes (ver Diagrama de Flujo de Proceso en el anexo A):

- > una vuelta de apertura de 180° a la válvula VA-051 de destilado.
- > una vuelta de apertura de 180° a la válvula VA-042 de fondos.
- > Operación continua de la bomba BA-001 de alimentación.
- Presión manométrica de vapor de calentamiento 1 kg/cm².
- Presión de operación de la columna igual a la presión atmosférica en la Ciudad de México: 585 mmHg.
- Etapa de alimentación: 16 (configurada de experimentaciones anteriores).

Asimismo, se presentan los resultados obtenidos con el simulador Aspen Plus, en donde se realizó la simulación de una columna DSTWU y con los parámetros obtenidos, se hizo el diseño de una columna de cálculo riguroso RadFrac.

Las comparaciones de los datos experimentales contra los datos teóricos obtenidos en el simulador permitieron hacer un análisis acerca de los fenómenos que se presentaron durante la operación de la columna.

4.1. Balance de materia

En la torre Brighton-Copper no es posible medir el flujo de alimentación de manera directa, por lo tanto, se decidió realizar mediciones del flujo volumétrico de destilado y fondos para obtener el flujo de alimentación mediante un balance de materia.

La concentración de la mezcla Agua-MEG se determinó con un refractómetro y para ello se utilizó una curva de calibración que se presenta en el anexo D. Con las mediciones de concentración en porcentaje en masa de MEG y considerando una mezcla ideal, se determinó la densidad de la mezcla para cada medición. Multiplicando los flujos volumétricos por la densidad de la mezcla en el destilado y fondos se obtuvieron los flujos másicos.

En el balance general, la suma del flujo másico de destilado y fondos es el flujo másico de entrada:

/ 4 4 \

(1 2)

Balance de materia para el MEG:

$$z_{MEG}F = x_{MEG}^{D}D + x_{MEG}^{B}B$$
(4.2)

Los flujos másicos del destilado y fondos son datos conocidos. Las fracciones masa de MEG de la alimentación, destilado y fondos también son datos conocidos. La única incógnita es el flujo másico de alimentación y multiplicándolo por la densidad se obtiene el flujo volumétrico.

Se determinó que el flujo de alimentación es de 0.412 L/min, el cual fue un dato que se le asignó a la corriente de alimentación en la simulación. Los resultados de la solución del balance de materia se muestran en la tabla 4.1 y 4.2.

	Alimenteción	Destilado	Fondoo	Fracció	n masa
Medición	Alimentacion	Destilado	Fondos	M	EG
	F (g/min)	D (g/min)	B(g/min)	X _D	Хв
1	412.75	190.18	222.58	0.008	0.698
2	418.67	200.18	218.49	0.008	0.708
3	419.61	198.18	221.43	0.008	0.695
4	416.69	196.18	220.51	0.008	0.702
5	422.65	202.19	220.46	0.008	0.700
6	414.34	196.18	218.16	0.008	0.694
Promedio	417.42	197.18	220.24	0.008	0.6995

 Tabla 4.1 Balances de materia de las corridas experimentales

Tabla 4.2 Flujos volumétricos

Medición	Alimentación	Destilado	Fondos
Modicion	F (L/min)	D (L/min)	B(L/min)
1	0.407	0.190	0.206
2	0.413	0.200	0.202
3	0.414	0.198	0.205
4	0.411	0.196	0.204
5	0.417	0.202	0.204
6	0.409	0.196	0.202
Promedio	0.412	0.1970	0.2038

4.2. Perfiles de temperatura y concentración

Se hizo la toma de muestras en cada plato de la columna, para este fin, la columna cuenta con válvulas para la toma de muestras en equilibrio, cada plato cuenta con una válvula de muestreo de vapor y una válvula de muestreo para líquido.

La construcción de los perfiles de concentración y temperatura experimentales permitieron comprobar el correcto funcionamiento de la torre. La comprobación se hizo mediante una comparación con los resultados de la simulación.

La desventaja, al momento de tomar las muestras, radicó principalmente en la falta de mantenimiento del equipo, ya que algunas válvulas estaban dañadas y fue difícil hacer un muestreo correcto y consistente. Los datos obtenidos se presentan en las tablas 4.3 y 4.4.

Plato	T [°C]	IR	%masa
0	-	-	-
1	71.0	1.333	0.8
2	71.8	1.333	0.8
3	74.2	1.333	0.8
4	82.0	1.333	0.8
5	82.0	1.333	0.8
6	85.7	1.333	0.8
7	90.8	1.333	0.8
8	92.7	1.333	0.8
9	88.9	1.333	0.8
10	87.6	1.333	0.8
11	91.5	1.333	0.8
12	90.5	1.333	0.8
13	89.5	1.334	1.8
14	92.0	1.343	10.8
15	93.1	1.346	13.8
16	90.0	1.346	13.8
17	93.5	1.347	14.8
18	93.8	1.347	14.8
19	93.3	1.349	16.8
20	98.0	1.349	16.8

Tabla 4.3	Resultados a	reflujo total
-----------	--------------	---------------

Plato	T [°C]	IR	%masa
0	32.3	1.333	0.8
1	71	1.333	0.8
2	82	1.333	0.8
3	86	1.333	0.8
4	87	1.333	0.8
5	84.5	1.333	0.8
6	88.3	1.333	0.8
7	91	1.333	0.8
8	91.2	1.333	0.8
9	92.3	1.334	1.8
10	93.4	1.334	1.8
11	93.2	1.335	2.8
12	94.1	1.336	3.8
13	94.7	1.338	5.8
14	95.1	1.341	8.8
15	95.7	1.352	19.8
16	96.2	1.377	44.8
17	96.8	1.391	58.8
18	97.3	1.384	51.8
19	99.5	1.394	61.8
20	110	1.399	66.8

Tabla 4.4 Resultados a una vuelta de destilado

En la gráfica 4.1 se presenta el perfil de concentración y temperatura obtenidos a reflujo total. A reflujo total se alcanza una composición de MEG en los fondos de 17% masa. En los primeros 12 platos se observa que la solución es prácticamente agua y que la separación se realiza en los últimos 8 platos.





La gráfica 4.2 presenta los perfiles obtenidos a destilación continua con apertura de una vuelta de 180° en las válvulas VA-051 y VA-042 de destilado y fondos, respectivamente. Al operar a destilación continua se enriquece más la solución en los fondos obteniendo una concentración de aproximadamente 70 % en masa de MEG. Se observa que la separación se realiza en los últimos 12 platos, además si se compara el resultado de la concentración obtenido a reflujo total con respecto del resultado obtenido a destilación continua, en este último caso la concentración es mucho mayor. Este resultado es contradictorio con lo establecido en la teoría.

De igual forma y de manera equiparable a la parte experimental, con Aspen Plus se obtuvieron perfiles de concentración y temperatura que posteriormente ayudaron a hacer una validación de los resultados. En la figura 4.1 se muestra el perfil de temperaturas obtenido con el simulador y en la figura 4.2 se muestra el perfil de concentración de líquido y vapor para el MEG.







Figura 4.1 Perfil de Temperatura obtenido en Aspen Plus para la columna C-R.

En la figura 4.2 se muestran los perfiles de concentración en fracción masa de la fase líquida y fase vapor, en la parte experimental únicamente se obtuvieron perfiles de concentración de la fase líquida. No fue posible muestrear la fase vapor, algunos de los platos presentaron inundación y las válvulas de muestreo estaban dañadas y obstruidas.



Figura 4.2 Perfil de concentración columna

4.3. Validación del modelo termodinámico

Para validar la simulación, se hizo un análisis binario en Aspen Plus del sistema MEG-Agua y se compararon con datos experimentales del sistema en cuestión. En la figura 4.3 se muestran los parámetros para realizar el análisis binario.

nalysis type Txy			 Flash options 	5			
Components			Valid phases	ŧ.		Vapor-Liquid	-
Component 1	WATER		Maximum ite	erations		30	Ŷ
Component 2	MEG		Error tolerand	ce		0.0001	
			Flash conver	gence alg	orithm		•
			🔽 Use flash	retention			
			Pressure				
			Units	mmHg		-	
			List of value	ues			
Compositions —				actes:			
			602				
Basis Mo	le fraction	1	• 603				
Basis Mo Vary W/	ole fraction ATER		Overall rar	nge			
Basis Mo Vary W/ D List of values	ole fraction ATER		• 003 • Overall ran Lower limit	nge		Upper limit	
Basis Mo Vary W/ D List of values	ole fraction ATER	1	603 Overall ran Lower limit No, of points	nge	Ś	Upper limit	
Basis Mo Vary W/ D List of values	ole fraction ATER		603 Overall ran Lower limit No. of points	nge	85	Upper limit	
Basis Mo Vary W/ O List of values Overall range Lower limit	ole fraction ATER 0		 603 Overall ran Lower limit No. of points Property opti Property met 	nge ions	UNIQU	Upper limit	
Basis Mo Vary W/ D List of values Overall range Lower limit Upper limit	ATER 0 1		 603 Overall rat Lower limit No. of points Property opti Property met Henry competi 	nge ions thod onents	UNIQU	Upper limit	
Basis Mo Vary W/ Dist of values Overall range Lower limit Upper limit Number of points	0 1 51		 603 Overall ran Lower limit No. of points Property opti Property met Henry compet Chemistry ID 	nge ions thod onents	UNIQU	Upper limit	

Figura 4.3 Análisis binario en Aspen Plus.

La primera etapa de la validación consiste en confirmar que el modelo termodinámico reproduce satisfactoriamente el comportamiento experimental del equilibrio líquido- vapor del sistema binario MEG-Agua.

Para esto se realizó una investigación bibliográfica y se localizó que había un conjunto confiable de datos experimentales en la base de datos de DECHEMA [16], los datos utilizados se encuentran en el anexo E. En el simulador se construyó el comportamiento líquido-vapor en el plano T-x y se confrontó contra los resultados

experimentales para observar la desviación que ocurre entre los dos conjuntos de datos, los experimentales y los obtenidos con el modelo.

Se observa en la gráfica 4.3 el comportamiento de los datos obtenidos con el simulador comparado con los datos experimentales. siguen la misma tendencia y su desviación es mínima, por lo cual se puede garantizar que la simulación fue realizada de manera correcta con los datos experimentales, modelo termodinámico seleccionado y las condiciones de operación. Se da constancia de las desviaciones en el anexo E.



Gráfica 4.3 Validación del modelo termodinámico mediante un análisis binario.

4.4. Validación de la simulación

Para comprobar la correcta operación de la columna de destilación Brighton-Copper, se realizó el muestreo de temperaturas en cada plato para construir el perfil de temperaturas experimental y se comparó con el perfil de temperaturas obtenido con el simulador. En la gráfica 4.4 se observa una desviación entre los datos teóricos contra los experimentales, se presenta una diferencia promedio de 20°C.



Gráfica 4.4 Perfil de temperaturas de la mezcla agua-MEG.

Como consecuencia de esta desviación en las temperaturas, se identificó que la causa tiene como origen dos posibles fuentes: una es la consecuencia del uso de un modelo termodinámico inapropiado y la segunda es la existencia de deficiencias en la medición de temperaturas físicamente en la torre, además de falta de aislante para disminuir la disipación del calor al ambiente. Para descartar una de las fuentes se decidió utilizar una sustancia pura (agua) en la operación del equipo para garantizar un perfil de temperatura y determinar posibles fallas en las mediciones

en la columna. De forma paralela se construyó el modelo en el simulador también para un componente puro y se procedió a comparar los resultados que arrojaron los modelos experimentales y de simulación. En la gráfica 4.5 se muestran los resultados, se observa que el acercamiento en las temperaturas teóricas y experimentales es menor y que las mediciones en algunos platos fueron acertadas, pero algunas temperaturas presentan una desviación, esto se pone en evidencia en los platos 9 al 13, podría significar algún problema interno en la columna. Con esto se garantizó que las mediciones se realizaron de forma adecuada, pero algunos platos podrían estar obstruidos con acumulación de sedimentos de experimentos anteriores, lo cual obstruye las válvulas de muestreo y disminuye la eficiencia en los platos, también afecta en las mediciones de temperatura y concentración al contener residuos de sustancias desconocidas.

Al determinar que las mediciones en la columna no fue el problema, se decidió analizar si la mezcla agua-MEG que se encontraba disponible en el laboratorio no tenía un problema asociado a su composición. Se encontró que esta mezcla había sido utilizada sistemáticamente en otros experimentos y se había retornado al recipiente, para verificar la pureza de esta solución se utilizó una prueba con el refractómetro, dando como resultado que se trata de una mezcla contaminada.

En esta tesis ya no se tuvo la oportunidad de determinar los posibles componentes que afectaron en las mediciones, ni de realizar corridas experimentales con una mezcla de MEG puro y agua.



Gráfica 4.5 Perfil de temperaturas de una sustancia pura (Agua).

En la gráfica 4.6 se presentan los perfiles de concentración obtenidos experimentalmente y con el simulador. Se observa que en los primeros 8 platos las mediciones coinciden con el simulador y que posteriormente se presenta un salto en las concentraciones, en donde en el simulador permanecen constantes y se presenta nuevamente otro salto en el plato 18. En el perfil experimental se tienen saltos desde el plato 15 al 19 los cuales coinciden con los platos que tuvieron problemas en la medición de temperaturas, por lo tanto, se puede confirmar que las muestras obtenidas contenían alguna sustancia desconocida que modificó las condiciones de la mezcla.



Gráfica 4.6 Perfil de concentración de MEG en la fase líquida.

Al hacer la validación del modelo termodinámico y de la simulación, se puede concluir que representan de forma adecuada los resultados experimentales obtenidos en la torre Brighton-Copper.

El análisis de los perfiles de temperatura y concentración permitieron detectar posibles fallas en algunos platos, principalmente en los platos 9 al 20, el muestreo obtenido presentó desviaciones con respecto a lo obtenido en el simulador. Las fallas son debidas a la acumulación de sedimentos en el equipo, la falta de mantenimiento y un desgaste en los platos. Aunque se presentaron fallas mecánicas, el equipo realizó la separación de la mezcla agua-MEG de manera eficaz.

Con el respectivo mantenimiento a la torre se podrían hacer corridas experimentales con una nueva solución y posiblemente probar con otras mezclas. En el siguiente capítulo se presentan las recomendaciones para mejorar el desarrollo experimental y obtener resultados más certeros y con menor margen de error.

4.5. Simulación con la mezcla etanol-agua

Una vez diseñada y validada la simulación, se especificó a la alimentación una mezcla de etanol-agua al 15% en volumen de etanol la cual es la fracción de etanol obtenida de la fermentación del mosto de agave, para observar cómo se realizaría la posible separación en la columna. Se obtuvieron los siguientes perfiles de temperatura y concentración en la figura 4.4 y figura 4.5 respectivamente.



Figura 4.4 Perfil de temperatura de la mezcla etanol-agua.


Figura 4.5 Perfil de concentración de la mezcla etanol-agua.

Para obtener un destilado al 55 % en volumen de etanol, el cual es el obtenido después del proceso de destilación del tequila. Se le asignó una especificación de diseño (*design specification*) para obtener 0.55 StVol en el flujo de destilado, lo anterior se observa en la figura 4.6. Como variable se modificó el reflujo de destilado en un rango de 0.001 a 2 kmol/h (ver figura 4.7).

All Items *	Main Flowshee	et × C-RAD Spe	ecifications Design Speci	fications - $1 \times +$
🕎 Stream Results (Custom) 🛃				·
› 📷 3	Specificati	ons 🕜 Compo	nents 🎯 Feed/Product	t Streams Options
蓤 Blocks	Description			
› 📷 BA-001	Description			
ka C-RAD	- Design speci	fication ———		
🔺 🖾 Specifications 📰	Туре	StdVol puri	ty •	•
🕝 Setup				
🥑 Specification Summa 🔤	Specification	i		
🔺 🔯 Design Specifications	Target	0.55		
🧭 1				
🔺 🖾 Vary	- Stream type			
A 1	Product	🔘 Inte	rnal 🛛 🔘 Decar	nter
Efficiencies				
Properties				
Reactions				
Block Ontions				



All Items •	Main Flowsheet ×	C-RAD Specific	cations Vary - 1 × 🕂
, 📷 BA-001	Specifications	Components	Results
C-RAD	Adjusted variable -		
Setup	Туре	Distillate	rate 🔹
Specification Summa	Unner and lower be	unda	
Design Specifications 3 1	Lower bound	0.001	kmol/hr
🔺 🔯 Vary	Upper bound	2	kmol/hr
⊘ 1			
Properties	Optional Maximum sten size		
Reactions			
Block Options			
🕑 User Subroutines			

Figura 4.7 Variable de la especificación de diseño.

En la figura 4.8 se presenta el esquema de simulación resultante, la columna RadFrac tiene las mismas especificaciones de diseño que en la simulación de la mezcla MEG-agua.



Figura 4.8 Esquema de simulación de la mezcla etanol-agua.

La simulación dio como resultado los parámetros energéticos que se requieren para llevar a cabo la separación de la mezcla etanol-agua, en la tabla 4.5 se presenta el balance de materia y energía resultante. De acuerdo con la simulación sí es posible realizar la separación con las respectivas condiciones de seguridad.

Corriente	1	2	3	4	5
Temperatura [°C]	25	32	32	37	96.8
Presión [atm]	0.781	209.986	0.849	0.78	0.911
Fracción de vapor	0	0	0	0	0
Flujo molar [kmol/h]	1.194	1.194	1.194	0.225	0.969
Flujo másico [kg/h]	23.249	23.249	23.249	5.8	17.449
Flujo volumétrico [L/min]	0.401	0.404	0.404	0.11	0.316
Entalpía [Gcal/h]	-0.081	-0.081	-0.081	-0.015	-0.065
Flujo molar de AGUA [kmol/h]	1.132	1.132	1.132	0.163	0.969
Flujo molar de MEG [kmol/h]	0	0	0	0	0
Flujo molar de ETOH [kmol/h]	0.062	0.062	0.062	0.062	0

Tabla 4.5 Balance de materia y energía (etanol-agua).

Capítulo 5: Conclusiones y Recomendaciones

- La columna de destilación Brighton-Copper fue diseñada en un principio para ser utilizada a nivel de planta piloto en procesos químicos, pero con una investigación bibliográfica previa se profundizó en su funcionamiento y en cómo acoplar la columna a un nuevo propósito como lo es la destilación de mezclas binarias.
- Mediante corridas experimentales con una mezcla agua-MEG se comprobó el comportamiento en operación continua.
- Se obtuvo una filosofía de operación de la columna para aumentar la eficiencia en la operación continua, llegando a operar la columna por 3 horas ininterrumpidas.
- Con datos experimentales de la corriente de alimentación y parámetros conocidos de la columna (número de platos y presión de operación) se desarrolló una simulación estática en Aspen Plus para modelar el proceso de destilación de la columna. La simulación permite estudiar diferentes escenarios de operación que serán de utilidad en una siguiente etapa del proyecto cuando se analice la mezcla etanol-agua.
- Se identificaron los puntos de intervención donde se debe llevar a cabo el mantenimiento correctivo de la torre.
- Las herramientas de simulación permitieron conocer el comportamiento y los requerimientos energéticos del condensador y termosifón (calandria de calentamiento), pues experimentalmente fue difícil su estimación.

- Con el análisis de los perfiles de temperatura y concentración obtenidos con el simulador y experimentales, se demostró que la mezcla agua-MEG utilizada en la experimentación estaba contaminada con sustancias desconocidas.
- Se confirmó que la columna tiene la capacidad de separar mezclas binarias.
- Una vez que se reparen las fugas y se reemplacen las válvulas que se encuentran dañadas se podrá utilizar la mezcla de etanol-agua, recordando que la mezcla presenta un alto grado de inflamabilidad.
- Se debe realizar una limpieza de los platos en la columna, ya que algunos presentaron perturbaciones en las mediciones de temperatura y concentración. Los platos podrían estar obstruidos por acumulación de sólidos, además de presentar un alto grado de corrosión.

Anexos



Anexo A. Diagrama de Tuberia e Instrumentación de la columna Brighton-Copper

Lista de equipo

Clave	Equipo
T-001	Torre de destilación
T-002	Olla vaporizadora
TA_001	Tanque de
1A-001	alimentación
TA-002	Tanque de destilado
TA-003	Tanque de fondos
BA_001	Bomba de
DA-001	alimentación
BA-002	Bomba de fondos
	Calentador de
EA-001	alimentación
	Intercambiador de
EA-002	calor
EA-003	Condensador primario
	Condensador
EA-004	secundario
EA-005	Condensador a vacío
EA-006	Subenfriador

A STATE AND AND AND A STATE AN			
	Universida	ad Nacional	
NUMBER OF ALL AND ADDRESS	Autónoma de México		
	Facultad de Química		
an and the suit	Laboratori	o de	
	Ingeniería	Química	
	Diagrama de Flujo		
	Columna de destilación		
	Brighton-Copper		
	3		
	D. L.L.		
	Revision:		
	Elaborado:		
	DFP-	Revisión 0	
	001		



Anexo B. Diagrama básico de Flujo de Proceso de la columna Brighton-Copper

EA-002	Intercambiador de			
	calor			
EA-003	Cor	ndensador		
	prin	nario		
EA-004	Cor	ndensador		
	sec	undario		
EA-006	Sub	enfriador		
		Universidad Autónoma de Facultad de Laboratorio o Química	Nacional México Química de Ingenio	ería
		Diagrama de Columna de Brighton-Cop	Flujo destilació oper	òn
		Revisión:		
		Elaborado:		
		DFP-001	Revisió	n 0

Clave

T-001 TA-001

TA-002

TA-003

BA-001

BA-002

Equipo

Tanque de alimentación

Bomba de alimentación

Torre de destilación

Tanque de destilado

Tanque de fondos

Bomba de fondos

Corriente	1	2	3	4	5
Temperatura [K]	298.1	305.2	305.2	310.1	385
Presión [atm]	0.771	207.24	0.838	0.77	0.899
Fracción de vapor	0	0	0	0	0
Flujo molar [kmol/hr]	1.239	1.239	1.239	1.133	0.106
Flujo másico [kg/hr]	24.219	24.219	24.219	20.413	3.806
Flujo volumétrico [l/min]	0.401	0.404	0.404	0.346	0.063
Entalpía [Gcal/hr]	-0.086	-0.086	-0.086	-0.077	-0.009
Flujo másico de AGUA [kg/hr]	1.196	1.196	1.196	1.133	0.063
Flujo másico de MEG [kg/hr]	0.043	0.043	0.043	0	0.043



Anexo C. Gráfica de calibración sistema MEG-Agua, índice de refracción vs % MEG



Anexo D. Plano y vs x para el sistema MEG-Agua calculado con el método UNIQUAC en Aspen Plus V8.8

Anexo E. Datos del sistema MEG-Agua para la validación o	del modelo
termodinámico.	

MOLEFRAC WATER	T [°C]
0.0000	190.00
0.0369	172.70
0.0657	167.10
0.0750	160.20
0.1284	151.40
0.1906	141.90
0.2587	132.10
0.3196	126.00
0.3890	121.40
0.4437	117.50
0.5057	113.10
0.5810	109.60
0.6832	104.70
0.7504	102.20
0.8024	100.30
0.8506	98.60
0.9048	97.00
0.9549	96.00
1.0000	93.70

Fracción mol de	T [°C]	
Agua	1 [0]	
0.0000	189.50	
0.0526	169.73	
0.1053	156.06	
0.1579	145.98	
0.2105	138.16	
0.2632	131.85	
0.3158	126.59	
0.3684	122.11	
0.4211	118.22	
0.4737	114.79	
0.5263	111.73	
0.5789	108.98	
0.6316	106.48	
0.6842	104.20	
0.7368	102.10	
0.7895	100.15	
0.8421	98.35	
0.8947	96.67	
0.9474	95.11	
1.0000	93.66	

Fuente: Datos obtenidos con

Aspen Plus V8.8, a 603 mmHg.

Fuente: Trimble, H.M. & Potts, W. (1935). Glycol-Water Mixtures Vapor Pressure-Boiling Point-Composition Relations. Industrial & Engineering Chemistry, pp. 66-68. Anexo F. Resultados de la simulación por bloque.

BLOCK: BA-001 MODEL: PUMP -----INLET STREAM: F-R OUTLET STREAM: 6 PROPERTY OPTION SET: UNIQUAC / IDEAL GAS *** MASS AND ENERGY BALANCE *** OUT **RELATIVE DIFF.** IΝ TOTAL BALANCE MOLE(KMOL/HR) 1.23941 1.23941 0.00000 MASS(KG/HR) 24.2192 24.2192 0.146690E-15 ENTHALPY(CAL/SEC) -23997.5 -23953.0 -0.185548E-02 *** CO2 EQUIVALENT SUMMARY *** FEED STREAMS CO2E KG/HR 0.00000 0.00000 PRODUCT STREAMS CO2E KG/HR NET STREAMS CO2E PRODUCTION 0.00000 KG/HR UTILITIES CO2E PRODUCTION 0.00000 KG/HR TOTAL CO2E PRODUCTION 0.00000 KG/HR *** INPUT DATA ***

PUMP EFFICIENCY	0.75000
DRIVER EFFICIENCY	1.00000
POWER SUPPLIED KW	0.18642

FLASH SPECIFICATIONS: LIQUID PHASE CALCULATION NO FLASH PERFORMED

MAXIMUM NUMBER OF	ITERATIONS	30
TOLERANCE		0.000100000

*** RESULTS ***

VOLUMETRIC FLOW RATE L/MIN	0.40100
PRESSURE CHANGE ATM	206.469
NPSH AVAILABLE M-KGF/KG	7.60443
FLUID POWER KW	0.13982
BRAKE POWER KW	0.18642
ELECTRICITY KW	0.18642
PUMP EFFICIENCY USED	0.75000
NET WORK REQUIRED KW	0.18642

BLOCK: C-RAD MODEL: RADFRAC

INLETS	- F-R2	2	STAGE	11			
OUTLETS	- C-R		STAGE	1			
	B-R		STAGE	20			
PROPERTY	OPTION	SET:	UNIQ	UAC	UNIQUAC /	IDEAL	GAS

*** MASS AND ENERGY BALANCE ***

	IN	OUT	RELATIVE DIFF.
TOTAL BALANCE			
MOLE(KMOL/HR)	1.23941	1.23941	-0.537459E-15
MASS(KG/HR)	24.2192	24.2192	-0.440070E-15
ENTHALPY(CAL/SEC)	-23953.0	-23861.3	-0.382664E-02

*** CO2 EQUIVALENT SUMMARY ***

FEED STREAMS CO2E	0.00000	KG/HR
PRODUCT STREAMS CO2E	0.00000	KG/HR
NET STREAMS CO2E PRODUCTION	0.00000	KG/HR
UTILITIES CO2E PRODUCTION	0.00000	KG/HR
TOTAL CO2E PRODUCTION	0.00000	KG/HR

**** INPUT PARAMETERS ****

NUMBER OF STAGES	20
ALGORITHM OPTION	STANDARD
INITIALIZATION OPTION	STANDARD
HYDRAULIC PARAMETER CALCULATIONS	NO
INSIDE LOOP CONVERGENCE METHOD	NEWTON
DESIGN SPECIFICATION METHOD	NESTED
MAXIMUM NO. OF OUTSIDE LOOP ITERATIONS	25
MAXIMUM NO. OF INSIDE LOOP ITERATIONS	10
MAXIMUM NUMBER OF FLASH ITERATIONS	30
FLASH TOLERANCE	0.000100000
OUTSIDE LOOP CONVERGENCE TOLERANCE	0.000100000

**** COL-SPECS ****

MOLAR VAPOR DIST / TOTAL DIST

0.0

MOLAR REFLUX RATIO 0.029630 MOLAR DISTILLATE RATE KMOL/HR 1.13312 DIST + REFLUX SUBCOOLED TEMP K 310.150 **** THERMOSYPHON REBOILER **** TEMPERATURE Κ 390.150 **** PROFILES **** P-SPEC STAGE 1 PRES, ATM 0.76974 ***** **** RESULTS **** ************* *** COMPONENT SPLIT FRACTIONS *** OUTLET STREAMS -----C-R B-R COMPONENT: AGUA .94703 .52968E-01 MEG .34854E-04 .99997

*** SUMMARY OF KEY RESULTS ***

TOP STAGE TEMPERATUREK365.990

BOTTOM STAGE TEMPERATURE	К	384.955
TOP STAGE LIQUID FLOW	KMOL/HR	1.16669
BOTTOM STAGE LIQUID FLOW	KMOL/HR	6.20276
TOP STAGE VAPOR FLOW	KMOL/HR	0.0
BOILUP VAPOR FLOW	KMOL/HR	1.28883
MOLAR REFLUX RATIO		0.029630
MOLAR BOILUP RATIO		12.1249
CONDENSER DUTY (W/O SUBCOOL)	CAL/SEC	-3,176.90
REBOILER DUTY	CAL/SEC	3,604.69
DIST + REFLUX SUBCOOLED TEMP	К	310.150
SUBCOOLED REFLUX DUTY	CAL/SEC	-336.134

**** MANIPULATED VARIABLES ****

CALCULATED		BOUI	NDS
VALUE		LOWER	UPPER
MOLAR DISTILLATE RATE 1.1331	KMOL/HR	0.0000	2.0000
**** DESIGN SPECIFICATI	ONS ****		
NO SPEC-TYPE OUALIFIERS		UNIT	SPECIFIED

CALC		QUALTI ILING	ONIT	
				VALUE
VALU	E			
1	MASS-FRAC	STREAMS: B-R		0.70000

0.70000

COMPS: MEG

 $\ast\ast\mathsf{NOTE}\ast\ast$ REPORTED VALUES FOR STAGE LIQUID AND VAPOR RATES ARE THE FLOWS

ENTHALPY

FROM THE STAGE INCLUDING ANY SIDE PRODUCT.

STAGE	TEMPERATURE	PRESSURE	CAL/	MOL	HEAT DUTY
	К	АТМ	LIQUID	VAPOR	CAL/SEC
1	365.99	0.76974	-67011.	-57210.	-3176.8996
SUBC	310.15	0.76974	-68048.		-336.1336
2	366.23	0.77654	-67010.	-57208.	
3	366.47	0.78335	-67011.	-57207.	
4	366.71	0.79015	-67018.	-57205.	
5	366.95	0.79696	-67034.	-57203.	
6	367.21	0.80376	-67066.	-57202.	
7	367.48	0.81056	-67127.	-57200.	
8	367.78	0.81737	-67237.	-57200.	
9	368.14	0.82417	-67425.	-57200.	
10	368.57	0.83098	-67728.	-57201.	
11	369.11	0.83778	-68184.	-57204.	
12	369.34	0.84459	-68179.	-57203.	
13	369.56	0.85139	-68174.	-57201.	
14	369.77	0.85820	-68170.	-57199.	
15	369.99	0.86500	-68165.	-57198.	
16	370.21	0.87181	-68161.	-57196.	
17	370.42	0.87861	-68156.	-57194.	
18	370.65	0.88541	-68171.	-57193.	
19	371.55	0.89222	-69123.	-57203.	

20	384.95	0.89902	-827	32.	-57636.	3604.6921
STAGE RATE	FLOW	RATE	I	EED RATE		PRODUCT
	KMOI	L/HR		KMOL/HR		KMOL/HR
VAPOR	LIQUID	VAPOR	LIQUID	VAPOR	MIXED	LIQUID
1	1.167	0.000				
SUBC	1.167					1.1331
20	.3691E-01	1.167				
30	.3669E-01	1.170				
40	.3647E-01	1.170				
50	.3623E-01	1.170				
60	.3597E-01	1.169				
70	.3566E-01	1.169				
80	.3528E-01	1.169				
90	.3480E-01	1.168				
10 0	.3416E-01	1.168				
11	1.429	1.167	1.2394			
12	1.429	1.323				
13	1.430	1.323				
14	1.430	1.323				
15	1.430	1.324				
16	1.431	1.324				
17	1.431	1.325				
18	1.431	1.325				
19	1.395	1.324		1.2435		
20 1.2435	6.203	0.4533E-01				0.1063

**** MASS FLOW PROFILES ****

STAGE RATE	E FLOW	RATE	F	EED RATE		PRODUCT
	KG/H	R			KG/HR	
VAPOR	LIQUID	VAPOR	LIQUID	VAPOR	MIXED	LIQUID
1	21.02	0.000				
SUBC	21.02					20.4134
26	0.6651	21.02				
3 6	0.6614	21.08				
4 6	0.6578	21.07				
50	0.6543	21.07				
6 6	0.6510	21.07				
76	0.6481	21.06				
8 6	0.6456	21.06				
96	0.6441	21.06				
10 0	0.6440	21.06				
11	27.67	21.06	24.2192			
12	27.67	23.86				
13	27.68	23.87				
14	27.69	23.87				
15	27.69	23.88				
16	27.70	23.89				
17	27.71	23.90				
18	27.73	23.90				
19	28.52	23.92		23.8634		
20 23,86	222.1 34	0.8498				3.8057

**** MOLE-X-PROFILE ****

STAGE AGUA

MEG

1	1.0000	0.13203E-05
2	0.99992	0.79923E-04
3	0.99977	0.22891E-03
4	0.99949	0.50701E-03
5	0.99898	0.10186E-02
6	0.99805	0.19451E-02
7	0.99641	0.35930E-02
8	0.99354	0.64554E-02
9	0.98873	0.11267E-01
10	0.98102	0.18984E-01
11	0.96944	0.30555E-01
12	0.96945	0.30549E-01
13	0.96946	0.30543E-01
14	0.96946	0.30536E-01
15	0.96947	0.30530E-01
16	0.96948	0.30524E-01
17	0.96947	0.30527E-01
18	0.96899	0.31008E-01
19	0.94492	0.55083E-01
20	0.59622	0.40378

**** MOLE-Y-PROFILE ****

STAGE	AGUA	MEG
1	1.0000	0.21706E-07
2	1.0000	0.13203E-05
3	1.0000	0.38000E-05
4	0.99999	0.84591E-05
5	0.99998	0.17088E-04
6	0.99997	0.32836E-04
7	0.99994	0.61118E-04

8	0.99989	0.11090E-03
9	0.99980	0.19621E-03
10	0.99966	0.33697E-03
11	0.99944	0.55684E-03
12	0.99944	0.55906E-03
13	0.99944	0.56127E-03
14	0.99944	0.56347E-03
15	0.99943	0.56567E-03
16	0.99943	0.56785E-03
17	0.99943	0.57021E-03
18	0.99942	0.58206E-03
19	0.99891	0.10865E-02
20	0.98336	0.16640E-01

**** K-VALUES

STAGE	AGUA	MEG
1	1.0000	0.16440E-01
2	1.0001	0.16519E-01
3	1.0002	0.16600E-01
4	1.0005	0.16684E-01
5	1.0010	0.16776E-01
6	1.0019	0.16882E-01
7	1.0035	0.17010E-01
8	1.0064	0.17180E-01
9	1.0112	0.17415E-01
10	1.0190	0.17750E-01
11	1.0309	0.18224E-01
12	1.0309	0.18301E-01
13	1.0309	0.18377E-01
14	1.0309	0.18453E-01

15	1.0309	0.18528E-01
16	1.0309	0.18604E-01
17	1.0309	0.18679E-01
18	1.0314	0.18771E-01
19	1.0571	0.19725E-01
20	1.6493	0.41211E-01

**** MASS-X-PROFILE ****

STAGE	AGUA	MEG
1	1.0000	0.45487E-05
2	0.99972	0.27531E-03
3	0.99921	0.78824E-03
4	0.99826	0.17446E-02
5	0.99650	0.35005E-02
6	0.99333	0.66698E-02
7	0.98773	0.12271E-01
8	0.97810	0.21895E-01
9	0.96222	0.37778E-01
10	0.93750	0.62504E-01
11	0.90205	0.97954E-01
12	0.90206	0.97935E-01
13	0.90208	0.97916E-01
14	0.90210	0.97897E-01
15	0.90212	0.97878E-01
16	0.90214	0.97860E-01
17	0.90213	0.97870E-01
18	0.90070	0.99304E-01
19	0.83275	0.16725
20	0.30000	0.70000

**** MASS-Y-PROFILE ****

STAGE	AGUA	MEG
1	1.0000	0.74783E-07
2	1.0000	0.45487E-05
3	0.99999	0.13092E-04
4	0.99997	0.29144E-04
5	0.99994	0.58870E-04
6	0.99989	0.11312E-03
7	0.99979	0.21054E-03
8	0.99962	0.38199E-03
9	0.99932	0.67569E-03
10	0.99884	0.11600E-02
11	0.99808	0.19159E-02
12	0.99808	0.19235E-02
13	0.99807	0.19311E-02
14	0.99806	0.19387E-02
15	0.99805	0.19462E-02
16	0.99805	0.19537E-02
17	0.99804	0.19618E-02
18	0.99800	0.20025E-02
19	0.99627	0.37336E-02
20	0.94491	0.55089E-01

**** THERMOSYPHON REBOILER ****

TEMPERATURE PRESSURE FLOW RATE MASS FLOW VFRAC HEAT DUTY

K CAL/SEC	АТМ	KMOL/HR	KG/HR	
390.15 3604.7	0.89902	6.0965	218.27	0.20397

**** LIQUID MOLE-FRAC ****

AGUA	MEG		
.49959	.50041		
	به به به به به		
	* * * *	VAPOR MOLE-FRAC	* * * *
AGUA	MEG		
.97332	.26677E-01		

*** THERMAL ANALYSIS ***

STAGE FACTOR	TEMPERATURE	PRESSURE	ENTHALPY DEFICIT	EXERGY LOSS	CARNOT
	К	ATM	CAL/SEC	CAL/SEC	
1	365.99	0.76974	3513.0	30.435	0.18536
2	366.23	0.77654	101.10	2.2758	0.18589
3	366.47	0.78335	66.520	1.6644	0.18642

4	366.71	0.79015	55.724	1.6502	0.18695
5	366.95	0.79696	50.705	1.6367	0.18750
6	367.21	0.80376	47.773	1.6240	0.18806
7	367.48	0.81056	45.661	1.6124	0.18866
8	367.78	0.81737	43.770	1.6023	0.18933
9	368.14	0.82417	41.717	1.5941	0.19011
10	368.57	0.83098	39.177	1.5877	0.19107
11	369.11	0.83778	0.93022	31.886	0.19226
12	369.34	0.84459	0.92496	1.7230	0.19274
13	369.56	0.85139	0.91978	1.7096	0.19322
14	369.77	0.85820	0.91468	1.6965	0.19370
15	369.99	0.86500	0.91008	1.6835	0.19417
16	370.21	0.87181	0.92810	1.6708	0.19464
17	370.42	0.87861	2.1202	1.6583	0.19510
18	370.65	0.88541	63.160	1.6855	0.19560
19	371.55	0.89222	1733.9	16.727	0.19755
20	384.95	0.89902	3604.7	90610.	0.22549

BLOCK: C-S MODEL: DSTWU

INLET STREAM:	F-S	
CONDENSER OUTLET:	D-S	
REBOILER OUTLET:	B-S	
PROPERTY OPTION SET:	UNIQUAC	UNIQUAC / IDEAL GAS

*** MASS AND ENERGY BALANCE ***

	IN	OUT	RELATIVE DIFF.
TOTAL BALANCE			
MOLE(KMOL/HR)	1.23941	1.23941	0.00000
MASS(KG/HR)	24.2192	24.2192	0.440070E-15

*** CO2 EQUIVALENT SUMMARY ***

FEED STREAMS CO2E	0.00000	KG/HR
PRODUCT STREAMS CO2E	0.00000	KG/HR
NET STREAMS CO2E PRODUCTION	0.00000	KG/HR
UTILITIES CO2E PRODUCTION	0.00000	KG/HR
TOTAL CO2E PRODUCTION	0.00000	KG/HR

*** INPUT DATA ***

HEAVY KEY COMPONENT	MEG
RECOVERY FOR HEAVY KEY	0.0100000
LIGHT KEY COMPONENT	AGUA
RECOVERY FOR LIGHT KEY	0.98000
TOP STAGE PRESSURE (ATM)	0.76974
BOTTOM STAGE PRESSURE (ATM)	1.45074
NO. OF EQUILIBRIUM STAGES	20.0000
DISTILLATE VAPOR FRACTION	0.0

*** RESULTS ***

DISTILLATE TEMP. (K)	366.000
BOTTOM TEMP. (K)	415.610
MINIMUM REFLUX RATIO	0.014444
ACTUAL REFLUX RATIO	0.029632
MINIMUM STAGES	2.29288
ACTUAL EQUILIBRIUM STAGES	20.0000
NUMBER OF ACTUAL STAGES ABOVE FEED	9.80309
DIST. VS FEED	0.94641
CONDENSER COOLING REQUIRED (CAL/SEC)	3,295.78
NET CONDENSER DUTY (CAL/SEC)	-3,295.78

REBOILER HEATING REQUIRED (CAL/SEC)3,774.09NET REBOILER DUTY (CAL/SEC)3,774.09

BLOCK:	DUPL	MODEL:	DUPL			
INLET	STREAM:		F			
OUTLE	T STREAMS	:	F-S	F-R		
BLOCK:	V-4	MODEL:	VALVE			
INLET	STREAM:		6			
OUTLE	T STREAM:		F-R2			
PROPE	RTY OPTION	N SET:	UNIQUAC	UNIQUAC /	IDEAL	GAS

*** MASS AND ENERGY BALANCE ***

		IN	OUT	RELATIVE
DIFF.				
TOTAL BALANCE				
MOLE(KMOL/HR)	1.23941	1.23941	0.0000
MASS(KG/HR)	24.2192	24.2192	0.0000
ENTHALPY(CAL,	/SEC)	-23953.0	-23953.0	0.0000

*** CO2 EQUIVALENT SUMMARY ***

FEED STREAMS CO2E	0.00000	KG/HR
PRODUCT STREAMS CO2E	0.00000	KG/HR
NET STREAMS CO2E PRODUCTION	0.00000	KG/HR
UTILITIES CO2E PRODUCTION	0.00000	KG/HR
TOTAL CO2E PRODUCTION	0.00000	KG/HR

*** INPUT DATA ***

VALVE OUTLET PRESSURE	АТМ	0.83778
VALVE FLOW COEF CALC.		NO

FLASH SPECIFICATIONS:

PHASE	LIQUID
MAX NUMBER OF ITERATIONS	30
CONVERGENCE TOLERANCE	0.000100000

*** RESULTS ***

VALVE PRESSURE DROP ATM

206.403

Bibliografía

- [1]. Bautista-Justo M., L. García-Oropeza, J. E. Barboza-Corona y L. A. Parra-Negrete, "El Agave tequilana Weber y la producción de tequila", Acta Universitaria, Vol. 11, No. 2, Guanajuato México, 2001.
- [2]. Diario Oficial de la Federación (9 de diciembre de 1974). Declaración de Protección a la Denominación de Origen del Tequila,
- [3]. Diario Oficial de la Federación, (6 de enero de 2006), Norma Oficial Mexicana NOM-006-SCFI-2005, Bebidas alcohólicas-Tequila Especificaciones.
- [4]. García Mendoza, Abisaí J. (2007). Los agaves de México. Ciencias 87, julioseptiembre, 14-23. [En línea: <u>http://www.revistaciencias.unam.mx/es/48revistas/revista-ciencias-87/285-los-agaves-de-mexico.html</u>, consultado el 29 de noviembre de 2017]
- [5]. Geankopolis, C.J. (1998). Procesos de transporte y operaciones unitarias.
 (3^a ed.), México: CECSA. (p. 722)
- [6]. Jiménez Vizcarra Miguel C. (2013), "El vino mezcal, tequila y la polémica sobre la destilación prehispánica", México, Benemérita Sociedad de Geografía y Estadística del Estado de Jalisco.
- [7]. McCabe, L.W. (1991). Operaciones unitarias en ingeniería química. (4ta ed.), España: McGraw Hill. (p. 550)
- [8]. Perry, R.H. (2001), Manual del Ingeniero Químico, 7ma ed. Vol. 4 pp.13-61

- [9]. Ramírez, E.T. (2002). Estudio del tequila, su historia, producción, química, mercado y legislación. (Trabajo monográfico de actualización). Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, México D.F. Cita en el texto: (Ramírez, 2002, pp. 3-6)
- [10]. Santillán, M.V. (1998). Caracterización del tequila por cromatografía de gases. (Tesis de Maestría). Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química, México D.F.
- [11]. Henley E.J., Seader J.D. (2000), Operaciones de separación por etapas de equilibrio en ingeniería química, España, Editorial Reverté, p. 98
- [12]. Smith J. M.(1997), Introducción a la Termodinámica en Ingeniería Química , 4ta ed, México, Mc. Graw Hill, p.38
- [13]. Treybal R.E., Operaciones de Transferencia de Masa, 2da. ed., España, McGraw-Hill, pp. 410-412
- [14]. Valiente-Barderas, Antonio (1995), Historia de la destilación, Educación química 5, México, 1995.
- [15]. Consejo Regulador del Tequila [<u>http://www.crt.gob.mx</u>, consultado el 29 de noviembre de 2017]
- [16]. Trimble, H.M. & Potts, W. (1935). Glycol-Water Mixtures Vapor Pressure-Boiling Point-Composition Relations. Industrial & Engineering Chemistry, pp. 66-68.
- [17]. Carlson, E.C. (1996). Don't Gamble With Phisycal Properties for Simulations, Chemical Engineering Process