

Cuautitlán Izcalli, Méx,



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

INDICE

INTRODUCCION

- 1. BASES TEORICAS
- 1.1. Transferencia de masa interfacial líquido-gas
 1.1.1. Mecanismos de transporte de masa
- 1.2. Equipo de destilación
- 1.3. Diseño y operación de columnas empacadas
- 1.4. Determinación de los coeficientes de transforencia a partir de les condiciones experimentales
- 2. DESCRIPCION DEL EQUIPO Y TECNICA EXPERIMENTAL
- 2.1. Equipo
- 2.2. Diagrama de flujo
- 2.3. Tecnica experimental

2.3.1. Calibración de rotámetros

2.3.2. Análisis cuantitativo

2.3.3. Curva de equilibrio etanol-agua

2.3.4. Operación de la columna

3. RESULTADOS

3.1. Datos experimentales de la curva de equilibrio

- 3.2. Cálculo de los coeficientes de transferencia de masa.
- 3.3. Resultados
- 4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

ANEXOS

NOTACION

BIBLIOGRAFIA

INTRODUCCION

Las operaciones que involucran procesos difusionales son quizas las más importantes que se manejan en In(;eniería Química, ya que difícilmente se encuentran procesos que no ocupen una o varias secciones que se refieran a estas. Los equipos que se u san comúnmente son las columnas rellenas y de platos, que dependiendo de criterios operacionales y económicos se considerará la elección entre ellas.

El equipo seleccionado para la presente investigación son las columnas empacadas, que esencialmente son tubos verticales colocados sobre una cimentación adecuada y rellenas de los llama dos materiales de empaque que suelen ser muy diversos, y otros accesorios como soportes de empaque, distribuidores de líquido,etc., las características de estos influyen en el funcionamiento de las columnas, de tal manera que pueden modificar el rendizien to de éstas.

A nivel industrial, las columna: de destilación empacadas son particularmente útiles cuando la caída de presión debe ser baja, como en la destilación al vacio; y cuando la retención del líquido es pequeña, como en la destilación de materiales sensi bles al calor o de efectos corrosivos; su uso está restringido a columnas cuyo diámetro no exeda de 0.61 metros y su altura de -6.1 metros pues en columnas mayores el problema de contacto en tre las fases se agudiza disminuyendo la eficiencia y aumentando el costo.

La evaluación de una columna de destilación empacada es muy compleja ya que intervienen muchos factores: caída de pre sión, tipo de empaque, coeficientes de transferencia, condicio nes de alimentación y de reflujo, cantidad reflujada, etc., porlo que no es posible encontrar ecuaciones definitivas que involu cren estos factores para un tipo de servicio dado; entonces la experiencia será la mejor arma para predecir el comportamiento del equipo para un servicio específico y así obtener correlaciones generalizadas para diferentes condiciones de operación.

El trabajo experimental que se presenta, se desarrolló con la finalidad de obtener información de una columna de destil<u>a</u> ción empacada atmosférica instalada en el Laboratorio Experimen tal Multidisciplinario de la FES-Cuautitlán. Esta investigaciónes solo una parte de la evaluación total de la columna, sin em bargo, será un apoyo para las investigaciones y prácticas realizadas en la carrera de Ingeniería Química.

El objetivo principal de este trabajo es la determinación experimental de los coeficientes de transferencia de masa en estado estacionario de la columna de destilación empacada atmosférica operando a reflujo total con soluciones de etanol en agua;la destilación se efectuará en un intervalo restringido de con centraciones, de tal manera que la pendiente de la linea de ecui

librio no presente cambios considerables que impidan utilizar los coeficientes de transferencia globales promedio y el númerode unidades de transferencia, lo anterior con el fin de determi nar el comportamiento de la columna en su estado actual.

El material que se expone se ha ordenado en cuatro capít<u>u</u> los:

El primer capítulo contiene el desarrollo teórico del transporte interfacial líquido-gas y la determinación de los co<u>e</u> ficientes de transferencia de masa a partir de las condiciones experimentales.

El segundo capítulo describe el equipo utilizado en la ex perimentación, la secuencia de operación y el método de análisis quínico empleado.

El tercer capítulo presenta una secuencia de cálculo para determinar los coeficientes K_ya y K_xa (volumétricos), además de los datos obtenidos experimentalmente de la curva de equilibrigetanol-agua y una lista de los coeficientes de transferencia demasa para todas las corridas experimentales.

El cuarto capítulo presenta el análisis de la información obtenida y las sugerencias de modificación posibles al equipo.

1. BASES TEORICAS

1.1.- Transporte de masa interfacial líquido-gas.

Cuando se ponen en contacto dos fames parcialmente misci bles, el sistema tratará de alcanzar el equilibrio mediante unmovimiento de difusión de los componentes de una fase a través de la interfase. El alejamiento de la posición de equilibrio debido a los gradientes de concentración es el potencial que origi na el proceso de transporte de masa entre las fases.

1.1.1.- Mecanismos de transporte de masa.

La transferencia de masa puede osurrir por medio de dos m<u>e</u> canismos, Transporte por difusión molecular y Transporte por difusión turbulenta.

Transporte por difusión molecular.- Si las fases que for man parte del proceso de transferencia se encuentran estancadas, los componentes que se están transfiriendo lo herán por medio del movimiento individual de las moléculas a través de los hue cos intermoleculares debido a su energía térmica, este mecanismo se denomina difusión molecular. La rapidez de transferencia dentro de cada fase deponde del gradiente de concentración que exis ta en ella y al mismo tiempo el gradiente de concentración entre ambas fases del sistema, origina el proceso de transferencia in verfacial.

La rapidez de transferencia puede describirse en términosdel flujo molar, moles/(tiempo.área), considerando el área en d<u>i</u> rección normal a la difusión.

Si tenemos un sistema no uniforme de dos componentes, es tos tenderán a difundirse para alcanzar la uniformidad o equili brio. Para describir el movimiento de cada componente, nece...tamos dos flujos molares: N, el flujo relacionado con un lugar fijo en el espacio y J, el flujo con relación a la velocidad molar promedio de todos los componentes. La relación del flujo molar J de un componente y su gradiente de concentración se define comosocficiente de Difusión o difusividad que representa la primera-Ley de Fick,

 $\mathbf{J}_{A} = -c\mathbf{D}_{AB} \cdot \mathbf{7}\mathbf{x}_{A} \tag{1}$

donde D_{AB} es el coeficiente de difusión del componente A en solu ción con B y ∇x_A es el gradiente de concentración en las direc ciones X, Y, Z. Entonces, el flujo molar de un componente, parauna solución binaria, con referencia a un sistema de ejes coorde nados fijos se expresa de la siguiente manera:

 $N_A = x_A(N_A + N_B) - c D_{AB} \cdot \nabla x_A$ (2) La ecuación anterior resulta de la suma de dos cantidades vectoriales: el vector $x_A(N_A + N_B)$, es el flujo molar de A referido al movimiento global del fluido, y el vector - $c D_{AB} \cdot \nabla x_A$ que es el flujo molar de A resultante de la difusión molecular J_A en relación al movimiento global.

Se pueden analizar dos tipos do transferencia molecular u-

tilizando las ecuaciones de transporte: la contradifusión equimo lal, donde el componente A se difunde a través del componente B, el cual se esta difundiendo en la misma proporción nolar que A pe ro en dirección contraria, y tiene lugar cuando los gradientes de concentración y área de transferencia son constantes para elestado estable, $N_A = -N_B = cte$, es la ecuación que representa aeste tipo de transporte. El segundo tipo de transferencia es lla mado difusión de un componente a través de otro estacionario, que se presenta auando una frontera del sistema es permeable solamente a un componente, este caso muestra que no hay movimiento de uno de los componentes que se dice estacionario, los gradientes de concentración no son constantes en el estado estable, entonces $N_B = 0$ y $N_A \neq 0$.

Transporte Turbulento.- En la mayoría de las situaciones prácticas de transferencia de masa, los fluidos se mueven bajo régimen turbulento. El experimento reportado por Osborne Reynolds en 1883 (1), demuestra las diferencias qualitativas entre el régimen laminar y el turbulento, el cual se describirá brevemente: se introdujo una corriente de colorante soluble en agua, haciendo uso de un capilar, colocado en el centro de un tubo de vidrio por el cual fluia agua a una cierta velocidad promedio. La obser vación muestra que la formación de remolinos empieza en el cen tro del tubo y forma un núcleo central de actividad, el diámetro de este núcleo aumenta en proporción con la velocidad promedio,y conforme nos alejamos del centro de éste la turbulencia irá disminuyendo pasando por una área de transición hasta llegar a -

la pared del tubo donde las condiciones serán sencjantes al régi men laminar. De lo anterior se puede concluir que el transportede masa en una corriente turbulenta es un proceso de mezclado, donde el material es transportado por el desplazamiento de los remolinos, en donde la difusión molecular puede ser despreciada, aunque exista entre y dentro de cada renolino del flujo turbulen to.

Para intentar describir el transporte turbulento en la interfase de dos fluidos en movimiento se necesita expresar en for ma adecuada la turbulencia, determinar experimentalmente las con diciones interfaciales, así como evaluar las resistencias al pro ceso, lo que ha llevado a los investigadores a proponer modelosmatemáticos combinando la teoria con la experiencia. El modelo más antiguo denominado de la película, establece que toda resistencia a la transferencia en un flujo turbulento se concentra en una película inmovil próxima a la frontera estacionaria del flui do, la velocidad en la interfase líquido-gas se aproxima a ceroy solo el flujo normal a la interfase es el que corresponde al flujo molar de transferencia. En la región turbulenta del fluido los gradientes de concentración son insignificantes debido al desplazamiento de los remolinos que provocan un mezclado total,por lo que no existe una resistencia apreciable al transporte de masa, de aquí que la resistencia a la transferencia esté confina da casi totalmente en la película estancada. El modelo anteriorpredice una dependencia de la rapidez de transferencia o flujo molar con el coeficiente de difusión elevado a la primera poten-

cia, esta aproximación está equivocada, porque se ha demostradoque la velocidad en la interfase no es cero, en consecuencia elflujo molar no sería proporcional a la difusividad elevada a laprimera potencia, sino a una que estuviera entre cero y la uni dad. Por lo tanto, fué necesario desarrollar el concepto de coeficiente de transferencia de masa que agrupara la resistencia to tal al proceso, involucrando la región turbulenta, la de transición y la laminar (película estancada), conduciendo a expresarla rapidez de transferencia por medio de la siguiente expressióngeneral:

Centidad de material	Resistencia a la	-1 Fuerza
= transportado	transferencia	Motriz
blen	na di secondo de la constante d Esta de la constante de la const	

Flujo molar = $\begin{pmatrix} Coeficiente de \\ transferencia \end{pmatrix} \begin{pmatrix} Gradiente de \\ concentFación \end{pmatrix}$ (3)

Observando las ecuaciones anteriores se reconoce que dicen muy poco de cómo se realiza el transporte, ya que estas agrupan todas las resitencias al proceso de tal manera que el coeficientevaría en forma muy complicada y es difícil de obtener.

Para las operaciones de transferencia de masa en estado es facionario, la rapidez de difusión de un componente para alcan zar la interfase del gas es igual a aquella con la cual se difun de el líquido de tal forma que no hay acumulación o agotamientode dicho componente en la interfase. Por lo tanto, el flujo mo lar es función de los coeficientes de transferencia de masa en cada fase y de los gradientes de concentración en cada una de e-

llas; ecuaciones típicas que representan el transporte interfa cial son las siguientes:

$$N_{A} = k_{y}(y_{1} - y_{G})$$
(4)
$$N_{A} = k_{x}(x_{L} - x_{1})$$
(5)

donde es necesario emplear las concentraciones en la interfase,ver fig. l, que son normalmente imposibles de medir por la dificultad de tomár muestras del fluido en ella.



Distancia

Para solucionar este problema Lewis y Whitman supusieron que las únicas resistencias a la difusión son las que de suyo presentanlos fluidos, por consiguiente, no hay resistencia a la transfe rencia de soluto a través de la interfase que separa las fases y como resultado las concentraciones $y_i \ y \ x_i$ son valores en el e quilibrio, dados por la curva de distribución en el equilibrio del sistema. Las concentraciones $y_G \ y \ x_L$ son concentraciones enel seno del gas y del líquido respectivamente que se determinan-

9

Figura 1. Concepto de la doble resistencia

por muestreo y análisis.

Consideremos una operación de transferencia de masa en lasituación que se muestra en la fig. 2, aceptando lo propuesto por Lewis y Whitman obtendremos un efecto total de la transferen cia de masa de las dos fases en función de un coeficiente global de transferencia de masa, K_v o K_x,

$$\mathbf{N}_{\mathbf{A}} = \mathbf{K}_{\mathbf{y}}(\mathbf{y}^{\mathbf{k}} - \mathbf{y}_{\mathbf{G}}) = \mathbf{K}_{\mathbf{z}} (\mathbf{x}_{\mathbf{L}} - \mathbf{x}^{\mathbf{k}})$$
(6)



Figura 2. Diferencias globales de concentración

A partir de la geometría de la figura, para la fase gaseosa: $y^{e}-y_{G} - (y^{e}-y_{i}) + (y_{i}-y_{G}) = m'(x_{L}-x_{i}) + (y_{i}-y_{G})$ (7) en donde n'es la pendiente de la cuerda EB. Substituyendo en laecuación anterior las diferencias de concentración por sus equivalentes (Flujo molar/coeficiente), dados por las ecuaciones (4),

(5) y (6), tenemos:

$$1/K_v = m'/k_x + 1/k_v$$

11

Un procedimiento análogo hacemos para la fase líquida y obtenemos:

$$1/K_{x} = 1/mk_{y} + 1/k_{x}$$
(9)

Las expresiones (8) y (9) muestran la relación entre loscoeficientes de transferencia para cada fase y el coeficiente global como una suma de resistencias.

Si los coeficientes individuales $k_x y k_y$ son aproximada mente iguales se observará la importancia de las pendientes dela curva de euilibrio, si **x** es muy grande, una pequeña porcióndel líquido proporcione una gran concentración del soluto en el gas, enconces el término $1/mk_y$ en la ecuación (9) se vuelve des preciable y lo anterior dotermina que la fase controlante es la fase líquida. La ecuación (9) se reduce a la siguiente expresion:

(8)

 $1/K_{\chi} \approx 1/k_{\chi}$

o bien,

$\mathbf{x}_{\mathrm{L}} - \mathbf{x}^{*} \mathbf{z}_{\mathrm{L}} - \mathbf{x}_{\mathrm{s}}$

(11)

en estos casos, ni un cambio considerable en el coeficiente de la fase gaseosa k_y afectará significativamente a K_x , por lo tanto,se deberá de tratar de disminuir la resistencia de la fase líqui da. Caso contrario, cuando **m' es muy** pequeña, una mínima porción del gas proporciona una gran concentración del soluto en el lí quido entonces en la ecuación (3) el término m'/ k_x se vuelve poco importante y la resistencia a la transferencia de masa la con trola la fase gaseosa, finalmente se tiene:

$$\frac{1/\mathbf{E}_{\mathbf{y}} \approx 1/\mathbf{k}_{\mathbf{y}}}{\mathbf{y}_{1} - \mathbf{y}_{G} \approx \mathbf{y}^{*} - \mathbf{y}_{G}}$$
(12)

en estas condiciones, se tratará de modificar el coeficiente dela fase gaseosa para incrementar la rapidez de transferencia domasa.

Coeficientes globales.- Regularmente en los equipos de transferencia de masa las concentraciones de las fases en contac to varian considerablemente de un lugar a otro del equipo, en tonces se puede hablar de un coeficiente global promedio que sepucde aplicar a todo el equipo. Estos coeficientes solo tienen un significado práctico, cuando m = m'= cte, es decir cuando lacurva de distribución en el equilibrio es recta. Por lo generalen la operación de destilación, la curva de equilibrio para cual quier sección de la columna experimenta en la pendiente el cam bio suficiente para que no puedan utilizarse los coeficientes de transferencia de masa globales ni las alturas de las unidades de transferencia. Sin embargo, si solo se toma un intervalo deconcentraciones de la curva de equilibrio, de tal manera que lalinea sea básicamente recta, se pueda obtener este coeficientea partir de los coeficientes para cada fase individual mediantelas ecuaciones desarrolladas anteriormente. Es obvio que debe existir el mismo régimen hidrodinámico en todo el equipo.

1.2.- Equipo de Destilación.

La separación de los componentes de una solución, dependien do de la distribución de éstos en la fase líquida y gaseosa, mediante la ebullición de dicha solución y recuperación de los vapores por condensación, se conoce como destilación.

El equipo empleado a nivel industrial para esta operaciónes de dos tipos: a) Equipo de contacto continuo y b) Equipo de contacto por etapas. Estamos interesados en el primer tipo de equipo por ser el seleccionado para llevar a cabo la destilaciónexperimental.

Las columnas empacadas representan a una operación de con-: tacto continuo, que se caracteriza por mantener la interfase líquido-gas en todo el equipo.

La columna empacada es un dispositivo simple en comparación con las columnas de platos, consiste en una estructura rígida ci líndrica colocada sobre una cimentación adecuada, que contiene un plato soporte para el material de empaque, un dispositivo dedistribución de líquido, diseñado para proporcionar la irrigación efactiva del empaque. La columna empacada funciona de modo característico con las fases a contracorriente, el líquido es distribuido sobre el empaque fluyendo en forma descendente sobre las piezas de éste, formando polículas delgadas, mientras que el gas fluye en forma ascendente entre los espacios libres del empaque.

1.3.- Diseño y Operación de columnas empacadas.

Las columnas empacadas constituyen uno de los equipos másempleados en las operaciones de transferencia de masa por presen tar una área de contacto grande. El equipo depende de muchos fag tores como son la eficiencia, grado de separación deseado, cos tos, etc., todos estos factores deben ser tomados en cuenta porel diseñador para la evaluación del equipo. En ocasiones la expa riencia resulta ser la mejor arma con la que cuenta el diseñador pues se puede predecir el comportamiento del equipo de una manera cualitativa, con lo que resulta más sencilla la evaluación cuantitativa.

Los factores más importantes para una buena evaluación enel diseño de la columna son: los datos de equilibrio; la selec ción del empaque, que nos determina en cierta forma la eficien cia del sistema; el diámetro de la columna, que nos proporcionala capacidad de la misma; la altura de la columna; la caída de presión, la cual determina en ocasiones el factor económico de la columna; la distribución de las corrientes, el soporte del em paque, asi como los distribuidores de líquido, son tambien factores que deben tomarse en consideración; finalmente la evalua ción de los coeficientes de transferencia de masa, lo cual afecta la eficiencia de la columna.

La evaluación de los factores anteriores es generalmente experimental, por lo que el diseñador deberá tener cuidado al evaluarlas, de tal manera que nos permitan obtener correlacionesgeneralizadas para diferentes condiciones de operación.

Empaques.- Existe actualmente una gran variedad de empaques construidos en acero, porcelana química, carbón y plásticos. Se darán a continuación algunos aspectos sobre las características a considerar en la elección del empaque para un servicio dado.

Resistencia química

Esfuerso estructural admisible

Gran superficie de contacto por unidad de volumen

Propiedades que favorescan la conducción de fluidos Baja retención

Eficiencia

Baja caída de presión

Bajo costo

En el curso de las investigaciones en torres empacadas dedestilación se ha encontrado que para este tipo de procesos losempaques más eficientes son los de tela de alambre como el tipo-Stedman o MoMahon. Heinlen y colaboradores (2), efectuaron estudios intensivos en columnas empacadas de 2, 4 y 5.75 pulgadas de diámetro, empacadas con empaque corrugado y McMahon; el empaquecorrugado fué el que mostró mayor eficiencia en las columnas, además de tener baja caída de presión; también el empaque hecho de malla de latón da buenos resultados en destilación, (6).

Los empaques al azar son ampliamente usados en destilación, se ha observado que el arreglo del empaque dentro de la columnano es igual en el centro que en las paredes, lo que afectará ladistribución del líquido. Para tratar de disminuir este efecto se recomienda que la velocidad del flujo del líquido aumente cuando se tenga alta relación diámetro de la columna/diámetro del empaque,(DT/DE); en columnas con relación DT/DE menores de-7 habrá tendencia del líquido a fluir hacia las paredes provocan do canalizaciones que disminuyen el área de transferencia y porlo tanto la eficiencia.

La capacidad de conducción de los fluidos se incrementa en el siguiente orden: Anillos Raschig, Monturas Berl, Monturas Intalox, Anillos perforados, Anillos Pall y Anillos Hy-Pack; la ca

pacidad de conducción de cada tipo de empaque aumenta con el tamaño nominal del mismo; el factor de empaque cf es precisamenteuna medida de la capacidad de conducción, si disminuye este factor aumenta la conducción del fluido.

La eficiencia para la transferencia de masa se incrementaen el siguiente orden: Anillos Raschig, Monturas Berl, Monturas-Intalox, Anillos Pall y Anillos Ey-Pack; la eficiencia de cada tipo de empaque aumenta al disminuir el tamaño nominal del mismo, a escala industrial no se logran incrementos substanciales en la eficiencia usando empaques menores de 3/4". Para evitar "el e focto do pared" o canalizaciones. que disminuyen sensiblementela eficiencia y las relaciones de caída de presión e inundación, deberca tener cuidado que la relación DT/DE sea mayor de 7 y menor de 30.

Caída de Presión.- La caída de presión es un factor económico válido sólo si una substancial parte del costo es asignadaal ventilador o compresor en el proceso. La caída de presión máxi ma permisible será aquella en la que las condiciones de flujo pa ra un empaque dado sean estables. En la mayoría de los empaquesal azar, la caída de presión que sufre el gas es modificada porel flujo del gas y del líquido en forma mimilar a la que se mue<u>s</u> tra en la fig. 3.

A una velocidad fija del gas, la caída de presión aumenta proporcionalmente al aumentar el flujo del líquido y tendrá una pendiente constante hasta un punto denominado punto de carga, que en realidad es una zona de carga que puede apreciarse por un liga

ro aumento de la retención del líquido en el empacue, las caídasde presión son aún comparativamente bajas y el empaque se encuentra bien mojado: las torres diseñadas para operar en la zona de carga permitirán una sobrecapacidad importante llegada la necesidad de utilizarla. Cuando se pasa de la región de carga, la obser vación mostrará una mayor cantidad del líquido secuestrado, el lí quido habrá así llenado todo el lecho y el gas burbujeará a tra vés de él. esta condición se llama "inundación visual". Para un gasto mayor al correspondiente a la inundación visual tiene lugar un segundo cambio en la pendiente de la curva, ver fig. 3., a esta región se le denomina zona de inundación, donde la caída de pre sión se eleva con rapider, conforme se produce la inversión de fa ses, esto es un capbio de gas disperso-liquido continuo a líquido disperso-gas continuo. La operación de la columna en esta regiónno es conveniente por las siguientes razones: a) es difícil con trolar la estabilidad de la operación: b) las caídas de presión son demasiado altas para ser prácticas; c) habrá arrastre conside rable del líquido por el gas.

Para destilaciónes a reflujo total efectuadas en columnas empacadas, se identifican regiones de carga e inundación por susefectos sobre la eficiencia en la transferencia de masa como se muestra en la figura 4. El flujo del gas y del líquido aumentan juntos y se llega a un punto en que el líquido se acumula con rapidez (punto A) y disminuye la superficie efectiva para la transferencia de masa, iniciandose la inundación, (8).

Puesto que la inundación, o la inversión de fases represen-





Log G (flujo del gas)

ta normalmente la condición de capacidad máxima para una columnaempacada, es conveniente predecir su valor para nuevos diseños. -La primera correlación generalizada la obtuvieron Sherwood, Shi pley y Helloway (Ind. Eng. Chem., 30, 1938). Otros trabajos hachos con aire y diversos líquidos distintos de agua condujeron a modificaciones de la correlación de Sherwood, primeramente por Leva y después por Eckert. La modificación mas reciente se muestra en la figura 5, y es presentada por Eckert.

Otro factor importante es a_V , definido como cantidad de superficie activa por unidad de volumen empacado; como el grado demojado varía de punto a punto dentro de la columna, a_V es un va lor promedio no proporcional a la superficie específica total del empaque seco, **a**, esta falta de proporcionalidad se debe a las si-



Figura 4. Características de eficiencia de columnas-

Flujo de gas G

guientes causas: a) desigualdad en la distribución del líquido so bre la sección transversal de la columna; b) incapacidad del liquido para mojar cada una de las piezas del empaque; c) superficie inactiva en puntos de contacto en los cuales el líquido permanece estancado y ha sido saturado con soluto.

Altura del lecho empacado.- Para obtener una determinada separación es necesario una determinada altura de lecho empacado de la columna. La solución a este problema puede ser por dos vias, una utilizando el concepto de etapa de equilibrio y la otrabasada en las velocidades del proceso difusional; cualquiera de las dos vias implica el conocimiento de las condiciones de equi-



Figura 5. Correlación generalizada de inundación y caida de presión [Eckert, Chem. Eng. Prog., 66 (3), 39 (1970)].

librio del sistema líquido-gas involucrado.

1.4.- Determinación de los coeficientes de transferencia a partir de las condiciones experimentales.

Las ecuaciones de diseño para la destilación estarán relacionadascon las velocidades de los procesos difusionales definidos en secciones anteriores.

Consideremos la columna empacada que se aprecia esquematicamente en la fig. 6, para las operaciones en estado estable, un balance en la sección diferencial de la columna nos proporcionala siguiente ecuación:



21

un balance del componente que se quiere separar para la misma sección,

$$\mathbf{d}(\mathbf{G}\mathbf{y}) = \mathbf{d}(\mathbf{L}\mathbf{x}) \tag{15}$$

(14)

esta ecuación nos relaciona las composiciones en conjunto de las dos fases en contacto en cualquier punto a lo largo de la columna. Suponiendo G y L constantes en base molar de acuerdo al princi pio de flujo equimolal y vaporización, la ecuación anterior la podemos expresar de la siguiente manera:

$$Gdy = Ldx$$
 (16)

Si se cumple la contradifusión equimolal obtendremos las siguien tes expresiones:

$$Gdy = K_y(y^* - y_G)dA \qquad (17)$$

Ldx = $K_x(x_L - x^*)dA \qquad (18)$

en donde dA es la diferencial del área de transferencia interfa-

cial asociada con la sección transversal de la columna que se puede expresar como:

$$\mathbf{IA} = \mathbf{a_v} d\mathbf{H}$$
(19)

El término a_v de la ecuación anterior es el área interfacial por unidad de volumen empacado y es función de una combinación de las características del empaque y del líquido retenido, por lo que depende también de los flujos de la fase líquida y gaseosa. El á rea interfacial para columnas empacadas es dificil de obtener ygeneralmente se le combina con el coeficiente global de transferencia de masa para obtener un coeficiente volumétrico. Substitu yendo la ecuación (19) en la (17) y (18) tenemos:

$$Gdy = K_{p}e_{v}(y^{p}-y_{G})dH \qquad (20)$$

Ldx = K_{p}e_{v}(x_{L}-x^{*})dH \qquad (21)

estas dos últimas expresiones se emplean para obtener la alturadel lecho empacado integrando sobre el cambio total de concentra ción en las corrientes de la torre y también se emplearán para determinar los coeficientes volumétricos globales.

- Harden and States and

$$\frac{K_{y}a_{y}}{H} = \frac{G}{H} \int_{y_{i}}^{y_{i}} \frac{dy}{y^{*}-y_{G}}$$
(22)

$$K_{\mathbf{x}^{\mathbf{a}_{\mathbf{v}}}} = \frac{\mathbf{L}}{\mathbf{H}} \int_{\mathbf{x}_{1}}^{\mathbf{x}_{2}} \frac{d\mathbf{x}}{\mathbf{x}_{L} - \mathbf{x}^{*}}$$
 (23)

Para la evaluación de la integrales o número de unidades de transferencia de las ecuaciones anteriores, se procederá en forma gráfica. Para ello, es necesario conocer las concentracio nes y * y x^{*} las cuales obtendremos de la curva de equilibrio y y las concentraciones promedio en ambas fases y_G y x_L , que deter minarán la curva de operación. Figura 7. Flujo a través de la parte superior del empaque, cuando el reflujo es un líquido subenfriado.



La destilación experimental se llevó a reflujo total, entonces el balance de materia se reduce a la siguiente expresión: Lo = Go (24)

un balance para el componente más volatil:

Lox_L = Goy_G

(25)

donde Go y Lo son el vapor y el reflujo externo. En nuestro caso experimental el reflujo externo es un líquido subenfriado, ver figura 7. La cantidad de vapor Go que asciende por la parte superior de la columna será menor que para el resto de la sec ción empacada, ya que para calentar el reflujo hasta la temperatura de ebullición se tiene que condensar algo de vapor que pasa a formar parte de L, el flujo del líquido en la sección empaca da; el balance de materia es el siguiente:

$$L = Lo + Gcond$$
 (26)

El calor necesario para calentar el reflujo será proporcionado por el vapor que se condensa:

$$\mathbf{Q} = \mathrm{LoCpM}_{\mathbf{pr}}(\mathbf{T}_{\mathbf{ob}} - \mathbf{T}_{\mathrm{R}})$$
(27)

entonces el flujo de vapor condensado se expresará de la siguien



te forma:

 $G_{cond} = LoCpM_{pr}(T_{eb}-T_R)/(\lambda M)pr$ (28) El término $(\lambda M)_{pr}$ de la ecuación anterior es el promedio ponderade de los calores latentes molares. En el caso del etanol y del a gua los calores latentes son casi iguales, de modo que no es nece sario promediar.

Substituyendo la ecuación anterior en la ecuación n**úme**ro (26) queda:

$$L = Lo + LoCpM_{pr}(T_{eb}-T_{\underline{n}})/(\lambda M)_{pr} = G$$
(29)

El muestreo de las concentraciones en la parte inferior dela columna nos proporciona x_p , ver figura 8a, las concentraciones x_1 y y₁ las obtendremos gráficamente, ver figura 8b.

Una vez que se tiene la curva de equilibrio, se graficará en el mismo sistema de ejes coordenados que la linea de operación y se procederá a determinar en forma gráfica y* y x*, ver fig. 9.



Figura 9. Concentraciones en el equilibrio con la concentración principal de la otra fase.

2. DESCRIPCION DEL EQUIPO Y TECNICA EXPERIMENTAL

2.1.- Equipo.

El equipo se encuentra localizado en la nave 1000 del Laboratorio Experimental Multidisciplinario (LEM).

Listado de partes principales del equipo .

Columna.- El trabajo experimental se realisó en una columna empacada atmosférica con las siguientes características: Material: Acero al carbón cédula 40 Diámetro exterior: 0.0825 m Diámetro interior: 0.0760 m Altura total de la columna: 2.75 m Altura total del lecho empacado: 1.33 m Altura del lecho de la sección de enriquecimiento: 0.63 m Altura del lecho de la sección de agotamiento: 0.70 m Empaque: Silletas Intalox de 0.019 m (3/4") en cerámica Soporte: Tipo placas perforadas Distribuidores: Alimentación, tipo tubo perforado Reflujo, tipo regadera

Servicio: Destilación de mezcla etanol-agua

(en las fig. 10, 11, 12 y 13 se muestra esquematicamente esta columna, así como los detalles del soporte y los distribuidores).









Bombas .

Bomba de Alimentación Tipo: Centrífuga Succión: Descarga: 0.0127 m Potencia: 1/4 HP

Bomba de Reflujo Tipo: Desplazamiento positivo de engrane de neopreno Succión: 0.00635m Descarga: 0.00635 m Gasto: 2 lt/min Cerga: 3 mt

31

Rotametros .-

Alimentación Tipo: Gilmont No:5 Escala: 0-100% Flujo: 0-1.1 Lt/min de agua

Reflujo

Tipo: Fisher

Escala: 0-100 %

Flujo: 5 -1.2 lt/min

El rotámetro esta calibrado para soluciones de baja concentra ción de etanol -agua (aprox. 25% en peso de etanol)

Agua de enfriamiento Tipo: Fisher Escala: lt/min Flujo: 0 - 21 lt/min de egua



32



TANQUE DE ALIMENTACION T - 1

DIAMETRO: 0.46 m

ALTURA: 0.77 m

CAPACIDAD: 128 1:

Fabricado en lámina de acero al corbón No 18 3/16" (Q0047 m), fondo plano.



0.77



Tamano Uso m SALIDA DE 0.0127 ALIMENTACION 0.0127 TOMA DE NIVEL 0.0127 TOMA DE NIVEL 0.0/27 RETORNO DE STILADO RETORNO DE 0.0127 ENTACION 0.0635 DE AF N'TACIO


Figura. 16. Dimensiones y localización de Boquillas del tanque de Fondos o Residuos atmosférico.



Intercambiadores de calor .-

Condensador.(clave diagrama de flujo, EA-3) Material: Acero al carbón cédula 40 Tipo: Serpentín Número de vueltas: 14 Diámetro del tubo del serpentín: 0.0127 m (1/2") Diámetro del tubo exterior: 0.0762 m (3") Longitud del condensador: 0.84 m Fluido de enfriamiento: Agua

Rehervidor.(clave diagrama de flujo, EA-1) Material: Acero al carbón cédula 40 Tipo: Serpentín Número de vueltas: 10 Diámetro del tubo interior: 0.0127 m (1/2") Diámetro del tubo exterior: 0.0762 m (3") Fluido de enfriamiento: Agua Longitud del rehervidor: 0.57 m

Precalentador de alimentación: (clave diagrama de flujo EA-2). Naterial: Acero al carbón Tipo: Doble tubo Diámetro del tubo interior: 0.00635 m (1/4") Diámetro del tubo exterior: 0.01905 m (3/4") Longitud: 1.06 m Fluido de enfriamiento: Agua

Condensador atmosférico. (clave del diagrama de flujo-EA-4). Material: Acero al carbón cédula Tipo: Doble tubo Diámetro del tubo interior: 0.031m (1'/4") Diámetro del tubo exterior: 0.063 m(2¹/2") Longitud: 0.45 m Fluido de enfriemiento: agua

(Las figuras esquemáticas y detalles de estos intercambia dores no se muestran porque no se obtuvo la información suficiente).

2.2.- Diagrama de flujo

El diagrama de flujo del proceso se muestra en la figura-17.



T-1	Tanque	de	al:	imen	tac	10	n
-----	--------	----	-----	------	-----	----	---

- T-2 Tanque de condensados
- T-3 Tanque de almacenamiento
- T-4 Tanque de residuos atmosférico
- G-1 Bomba centrifuga de alimentación
- G-2 Bomba de desplazamiento positivo de reflujo
- C-1 Columna de destilación empacada
- EA-1 Rehervidor
- EA-2 Precalentador de Alimentación
- EA-3 Condensador
- EA-4 Condensador atmosférico
- IP-1 Indicador de presión de 0 2 kg/cm²
- IP-2 Indicador de presión de $0 4 \text{ Kg/cm}^2$
- IF-1 Rotámetro de alimentación
- IF-2 Rotámetro Reflujo
- IF-3 Rotámetro agua de enfriamiento
- IT-1 Termémetro alimentación de 0-150°C
- IT-2 Termómetro domo de 0-150°C
- IT-3 Termómetro Reflujo de o-100°C
- IT-4 Termómetro Rehervidor de O-150°C
- IT-5 Termómetro Residuo o fondos de 0-200°C
- IT-6 Termómetro retorno de agua de enfriamiento 0-100°C
- 1T-7 Termómetro agua de enfriamiento de o-150°C
- LG-1 Vidrio de nivel
- LG-2 Vidrio de nivel
- LG-3 Vidrio de nivel
- LG-4 Vidrio de nivel
- LG-5 Vidrio de nivel
- V-1 Valvula de paso
- V-2 Válvula de globo
- V-3 Válvula de globo

V-4	Válvula de paso
V-5	Válvula de paso
V- 6	Válvula de globo
V-7	Válvula de globo
V- 8	Válvula de globo
V- 9	Válvula de globo
V-1 0	Válvula de paso
V-11	Válvula de paso
V-12	Válvula de globo
V-13	Válvula de globo
V-14	Válvula de paso
V-1 5	Válvula de paso
V-1 6	Válvula de globo
V-17	Válvula de globo
V18	Válvula de globo
V-19	Válvula de globo
V-2 0.	Válvula de globo
V21	Válvula de globo
V- 22	Válvula de paso
V-23	Válvula de paso
V-24	Válvula de globo
VN-1	Válvula de nivel
T /M -1	Trampa de vapor
T/M -2	Trampa de vapor
V-25	Válvula de globo
V-26	Válvula de globo

1. 2.1 (1.1.)

2.3.- Técnica Experimental.

Se trabajó experimentalmente con soluciones de alimentación de baja concentración, 20-23 % en volumen de etanol, con la finalidad de que la pendiente de la curva de equilibrio no tuvie ra cambios considerables que impidiera utilizar el coeficiente global volumétrico.

La curva de equilibrio correspondiente al sistema etanol agua se determinó experimentalmente, ya que el sistema no presen ta comportamiento de mezclas ideales imposibilitando el uso de la Ley de Racult, por lo que se decidió determinar la curva de a quilibrio a la presión de operación para obtener datos reales yy confiables para la determinación de los coeficientes de transferencia de masa.

2.3.1.- Calibración de Rotámetros.

El rotámetro que mide el gasto de la solución de alimenta ción ya está calibrado, (ver anexo No 2); respecto al rotámetro de agua de enfriamiento, éste determina los gastos directamente ya que su escala esta dada en litros/min; por último el rotámetro que mide el gasto del líquido reflujado fue calibrado de la sigui ente manera: se fijó un gasto del líquido manteniendo la posición del rotámetro, se recibe el líquido a la salida de éste en una probeta midiendo el tiempo para un cierto volumen, se repitió laoperación varias veces para cada punto de su escala, expresada en porciento, obteniéndose una serie de gastos expresados en ml/mincon sus correspondientes posiciones. Los datos se ajustaron me

diante el método de mínimos cuadrados a la mejor recta que losrepresentara, (ver anexo No 3).

2.3.2.- Análisis Cuantitativo.

El análisis de las muestras del líquido alimentado, delreflujo y del residuo se obtuvieron en un refractómetro de Abbe. Para poder utilizar este aparato y determinar las concentracio nes de las muestras se procedió a trazar una curva de calibra ción de la siguiente manera: se prepararon soluciones de etanolen agua en composiciones conocidas desde el 10 hasta el 90 % envolumen, se midio el índice de refracción de cada mezcla y de los componentes puros, alcohol del 96 % y agua pura, posterior mente se graficó el porciento en volumen contra el índice de refracción; lo anterior se repitió varias veces con la finalidad de obtener la mejor curva que determinará las composiciones de los flujos de operación, posteriormente se hicieron las conver siones a fracción mol. (ver anexo No 4).

2.3.3.- Curva de Equilibrio Etanol-agua.

La determinación experimental de la curva de equilibriose realizó en el Laboratorio de Fisicoquímica de la Facultad de-Estudios Superiores Cuautitlán.

Como se mencionó anteriormente, la curva estará especifi cada a la presión atmosférica que es la presión de operación del del equipo, utilizando para ello el dispositivo que se muestra en la figura 18, implementado en el laboratorio. Se trazó tam -



bién una curva de calibración para determinar las con centraciones de las mezclas de equilibrio, graficando porciento en volumen contra índice de refracción de <u>i</u> gual manera como se determinó la curva de celibración anterior, los componentes fueron alcohol etilico al -96% y agua destilada. Posteriormente se hicieron las conversiones correspondientes para cambiar las concen traciones a fracción mol, (ver Anexo No 5).

El procedimiento pera obtener la curva de enuilibrio fue el siguiente:

a) Se determinaron los puntos de ebullición delos componentes puros en el sistema que se muestra en la figura 19, tomande la precaución de cubrir el ma traz con fibra de vidrio para mantener la temperatura constante.

b) Se prepara una mezcla de bajo contenido de alcohol (5% en volumen) y se coloca en un matraz de-3 bocas, instalando el sistema que se muestra en lafigura 16, haciendo las siguientes observaciones: usar perlas de ebullición, cubrir perfectamente el matraz con fibra de vidrio, colocar los termómetros que indi can la temperatura del vapor y del líquido como se muestra en la figura, observar que las jeringas para la toma de muestras del líquido y del vapor estén en la posición correcta.

c) Una vez montado todo el sistema, la mescla secalienta y se deja que alcance el equilibrio (aproxim<u>a</u> damente 25 min), esto sucede cuando la temperatura del vapor y del líquido se iguelan y ésta será la tem-



peratura de ebullición de la mezcla.

d) Ya establecido el equilibrio se extraen muestras a diferentes tiempos del líquido y del vapor.

e) Las muestras se llevan al refractómetro y seobtiene el índice de refracción para cada una de ellas. Las diferencias en el índice de refracción para las muestras en ambas fases no debe ser mayor del 0.05%.

f) El procedimiento anterior se repite agregando una cantidad conocida mayor de alcohol a la mezcla or<u>i</u> ginel.

La curva de equilibrio solo se determinó en el intervalo de composiciones de cero a 0.136 fracción mol del componente más volatil de la fase líquida, elcuel 35 el intervalo de concentraciones seleccionado para le investigación.

2.3.4.- Operación de la columna.

La columna se opera a reflujo total y en estado estacio nario, se considera una eperación adiabática ya que las pérdidas de calor no fueron significativas debido al aislamiento térmico de la torre.

Se alimentó la columna con solución de etanol-agua caliente, con la finalidad de evitar el choque térmicoentre la solución y el empaque; el reflujo entra a lacolumna como líquido subenfriado. A continuación se expone la secuencia de pasos para operar la columna:

I.- Verificar que la columna no contenga líquido, descargando éste, si lo hay, al tanque T-4 abriendo laválvula V-12 y cerrendo V-11 y V-13; después retornar - este residuo al tanque 1-1 abriendo las válvulas V-15 y V-4, cerrando V-1,V-2, V-3 y encendiendo la bomba -G-1; si no interesa el líquido residual descargarlo al drenaje abriendo la válvula V-23.

II.- Verificar que el tanque de condensados T-2 tampoco contenga líquido, si contiene, desalojarlo al tanque T-1 cerrando las válvulas V-7, V-6, V-9, abrien do V-21, V-10, V-24 y encendiendo la bomba G-2

Ya que el líquido residual y el destilado esténen el tanque T-l se pueden utilizar como alimentación.

III.- Pare alimentar con una nueva solución, sellenará el tanque T-l por la parte superior, con unamezcla de etanol-agua de baja concentración, mantenien do cerradas V-l y V-2.

IV.- Tomer una muestra de la solución de alimentación por la válvula V-1 en un tubo de ensaye y tapar lo.

V.- Abrir las válvulas V.16, V-17, V-18, V-14 y -V-8 de entrada de vapor y salida de condensados, purgar las lineas; mantemerlas abiertas hasta que se especifique lo contrario.

VI.- Abrir las válvulas V-19 y V-20 de entrada y retorno de agua de enfriamiento, manteniéndolas abier tas hasta que termine la operación.

V11.- Mantener cerradas las siguientes válvulas: V-1, V-4, V-6, V-7, V-9, V-10, V-12, V-13, V-15, V-21, V-22 y V-23.

VIII.- Ajustar la presión del manómetro IP-1 entre 0.8 y 1.0 Kg/cm² con la válvula V-8 para precalentar la alimentación . IX.- Alimentar la solución a la columna encendien do la bomba G-1 y abriendo las válvulas V-2, V-3, V-5 y V-11.

X.- Ajustar el manómetro IP-2 a una presión ma yor de 0.8 Kg/cm² mediante la válvula V-18.

XI.- Observar en el vidrio de nivel LG-5 que el líquido alimentado llene el rehervidor.

XII.- Apagar la bomba G-l y cerrar las válvulas -V-5 y V-8.

XIII.- Esperar a que la solución del rehervidor se evapore observando por el vidrio de nivel LG-5.

XIV.- Repetir los pasos VIII, IX, X, XI, XII y XIII hasta que se observe el nivel deseado por el vidrio -UI-2 del tanque T-2; verificar que VN-1 esté cerrade.

4V.- Para empezar a operar a reflujo total verifi car que las válvulas V-8 y V-5 estén cerradas, la bomba G-1 esté apagada y que haya líquido en el rehervidor ob servando por LG-5.

XVI.- Ajustar la presión del manómetro IP-2 a lapresión de trabajo deseada.

XVII.- Abrir las válvulas V-6 y V-7, encender labomba G-2.

XVIII.- Regular el gasto del líquido reflujado con las válvulas V-6 y V-7, observando por el vidrio LG-2que el nivel permanezce constante.

XIX.- Regular el agua de enfriamiento con la vélvu la V-19 en función del vapor de calentamiento del rehervidor.

XX.- Esperar a que la operación se estabilice térmicamente (aproximadamente 35 min).

XXI.- Anotar las condiciones de operación: tempera

tura en el rehervidor (IT-4), temperatura en el domo de la columna (IT-2), temperatura del reflujo (IT-3), gesto delreflujo (IF-2), temperatura de agua de enfriamiento (IT-6) temperatura de retorno de agua de enfriamiento (IT-7), temperatura del líquido residual o de fondo (IT-5).

XXII.- Tomar muestras a diferentes tiempos (por e ejemplo cada 10 min) del líquido destilado, tanque T-2, por la válvula de nivel VN-1 en tubos de ensaye, tomandola precausión de taparlos, asi como muestras del líquidoresidual por la válvula V-13.

XXIII.- Llevar las muestras por separado del líquido reflujado y del residual al refractómetro y obtener el <u>in</u> dice de refrección (IR) para cada una de elles. Se tomárán muestras hasta que el (IR) para el líquido reflujado deltanque T-2 no varíe más del 0.05%, la misma observaciónse aplicará para el líquido residual.

XXIV.- Ajustar nuevamente la presión del monómetro -IP-2 y repetir los pasos desde el XVII al XXIII.

Para finalizar la operación se procede de la siguien te manera:

XXV.- Apagar la bomba G-2 y cerrar la Válvula V-6.

XXVI.- Esperar que se evapore toda la solución del rehervidor, observando por el vidrio LG-5.

XXVII.- Cerrar las válvulas V-16 y V-17 menteniendo abiertas V-18 y V-14.

XXVIII.- Cerrar las válvulas de entrada y retorno de agua de enfriamiento V-19 y V-20.

XXIX .- Repetir los pasos I y II.

XXX .- Verificar que las bombas estén apagadas cuandono haya líquido. Especificaremos que del primero al décimo paso sorresponde al arranque del equipo y al llenado del tanque de destilado o condensados T - 2; del décimo quinto al vigésimo cuarto corresponde propiamente a la operación a reflujo total; del vi gésimo quinto al trigésimo paso se determina el paro del equipo. Tanto el arranque como el paro son útiles para cualquier tipo de operación.

3. RESULTADOS

3.1.- Datos experimentales de la curva de equilibrio etanol-agua.

De la experimentación se obtuvieron los puntos de ebulli ción del etanol y del agua a 585 mm de Hg, 75,5 y 93 °C respecti vamente, así como las temperaturas de ebullición de las mezclasy sus correspondientes composiciones en el equilibric en las fases líquida y vapor en el intervalo de concentraciones de trabajo. A continuación se exponen los resultados:

T (°C)	X	J
93.0	Ο.	0
89,0	0.007	0,120
85.5	0.014	0.205
83.0	0 .020	0.280
81.5	0.042	0,330
80.0	0 .052	0,380
78,5	0.082	0,450
77.0	0.136	0 .50 5

Los datos anteriores se ajustaron e las mejores curvas que se observan en las figuras 20 y 21, (x vs. y) y (T vs. x,y) respectivamente, donde también se puede observar la diferencia entre la curva a una atmósfera de presión y la curva a 585 mm de Hg.

T.		E	TE																											H									
1.1	ni.		17.	I.			÷			-			-							T							-							-					
								-	7	m			٥A		C	IR	Î.A		1¥		iri	TT.	T RI	er	'n	o n	٨H	nt.	_ ^		*								
								Ĩ.,																															
Ī		Ι.																				VS.	•	y									•						
			1						1																														
									50	:::										1			21																
																			/																				
										1								Ζ	ŀ	1													•						
												1					Ζ		\mathbb{Z}												:::								
E					1				45							1	<u> </u>	1	1																				
									1.							Y		7																					
																	7		60			He																	
			ili.						1						Z		-				ľ.				-														
			14						140					Ľ	1	17																							
	-					ŀ		l			1			1		1		<u> </u>															E						
E									1						1	19			тı,									÷											
								1	- 						1			1																				:: 	
									335				1	Ĺ		••••											#	1.1			Ę				•				
		ŀ			1	i.			1.	L				17													••••	••••							L				
	Ē					Ľ,						11	ŀ				ŀ				1				•														
	1	ll'			1.1	Н,		Ŀ	ΗŢ.				L	E																									
1		Ш.		ΡĒ	11-	ij.		Ē				1	L	5			1	6			ľ								-										
Ţ	Ŧ	L	1		ŀ.		9			E		1	7	Ē	L		1.1	E	Ē																E				
E.		lĒ	IĽ	E	ΙĒ	Ē			61	Ľ		E	1.				E	Γ.	1	1						1	11												
Ē	I	1Ē	11	E.	15		ſ				Ľ.		1		1			1:	Ē																				
Ē			11					10 - 1 1- 1	a25	Ē	Ē	1	l ii					L	Ľ:									1							.=				
1	1		Ed. Lile		4	3	2	ŧ:		H	H	II	12			Ľ	11	Ē	F.														H						
	픹.	E		-					11	Ŀ	I.	1			E	F.		E	L							l.,								i.,					
E	Ŀ			Ë	11	16	E	1			li.,	1		1.	1.		Į.			Ľ						[1												
	13	Ŀ			17				-									1				1				1	1											.1	
H	1					<u> </u>					Π						•				I				1						L								
								L	1		Ľ	4			1								i.	1			<u> </u>										i		
										Ι.	11	ł											Ζ																
				<u>.</u>					gis				<u> </u>	1		Ľ				Ľ		1	1												ŀ				
ĮĮ,		Ľ							L		ШĒ			1	1		Ľ		li.		Z			١Ē					1					Ľ					
	4.					1	1		Ľ	11	1	1	Ľ		1.1		1			1	Ľ		1			L			1		L _		1			E.		E11	屾
			13		iln.		1			1	1	1-			1	1.			V			L	L	<u> </u>													Ш		Ш
H	Ш	Ľ					11	1	du	Ш				L		L		V			ŀ			L													111		
閳	1			Ш						ŧI.		Ľ		Ľ			Z						L				1												
E	Ш		H.		1	lit	1			Ш		<u> </u>			15	X	1.	1.11									L.									L		1	
	Щ.		ЦĒ			Ш									1	1	E												Ľ							L.			
	Į.		1	1				4	104	Ш				1	1														11							r i			
1			11	il.		E				₽			1												Ē													Ľ	
E	Ш							1		1		1				1	1			L		L										<u> </u>			Ľ.				
E										1	V	1.			1	1		£	1		1.																		
						1	i lii			Ľ	1			1		<u> </u> .,;			1		1.1					Ľ			Ľ										
											Γ							1				1				3		L	Ľ				hit	Ľ					
ILL		4	1								1 H		1	Ľ	Ŀ			15			12						1		1					Ш				11	
					Ш		4						L]F	R A	ĊÇ İ	Q1		Ø.	ŤΒ	ľ	1N	QL		ŧ.	4	Ų		9		Ш		4		Ļ			.	
-	Τ.	ili		Ŧ								11	11	4:1	din		1:::	1	1.	1::	de.		gra.	1:1			4"	1		E.	1	1			1	1	1.1	di li	1886

÷, T: 111 52 1..... 1... _ 11: 1 1.1 1 Ь.H 1.7 П ł 74 1 - 1 ::t: Tigura 21. OUBVA BUILIMIO 128 TANOL-AQUA 1. 4 505 PHESLOR PTER IIa THE 1.1 T 抽 x. 7 1.5 THE MONTH 4111 -..... -1.11 -121 -11 1.... i Į. -.... Ţ.,; ł -1 Ξ . ŧ 17 10 -1 1.... Į.... ΞĒ -ETT ----. nat 10 ٦ţ: : (==| -1 1. -..... . g**i** -10 . ÷:; đ. 咽口 te 1 -1 Ŀ it (ورزور 1. i. Ш **F**. -----.... 1.1.1 1 . # |--. . ÷ TE -ili u Ti ្អទ PENTINE ns e asia se 11 11 ų., ------:••[i _ Ξ T Π in: 1.1 -, T \$ 181 1.2 13 1.... 1 , **.** æi ÷ 111 11:12 ::: 16 7 61 d z . **4**5. 1111 ii: 1 2 ERACCIC: 11 STANOL 1 ΞĒ -----# Ŧ. -----. 111 teen 117 .

3.2.- Cálculo de los coeficientes de transferencia de masa.

Se expondrá la secuencia de cálculo de los coeficientes de transferencia de masa para un experimento, ilustrando el métodoseguido. Todos los resultados se encuentran en unidades SI.

De la operación a reflujo total se obtienen los siguientes datos:

Presión del vapor de calentamiento: 0.32 Kg/cm² Gasto de agua de enfriamiento: 2.0 lt/min Temperatura de entrada de agua de enfriamiento: 28 °C Temperatura de salida de agua de enfriamiento: 45 °C Gasto del Reflujo: 19.5% Indice de refracción del reflujo: 1.3518 Indice de refracción del residuo o fondo: 1.3328 Temperatura del líquido reflujado: 42 °C Temperatura del líquido de fondos: 44 °C Temperatura en la parte superior de la columna: 86 °C

Con la curva de calibración para índice de refracción vs. fracción mol, encontramos las composiciones del reflujo y del residuo o fondo.

> $x_{\rm R} = 0.134$ $x_{\rm F} = 0.004$

Con la lectura del rotámetro de reflujo y la recta de calibración-gasto, obtenemos el reflujo externo:

Lo = 114.5 ml/min

Obtenemos el área transversal de la columna con el diámetro interior de la misma:

Con la finalidad de hacer las conversiones correspondientes y obtener el gasto de L, se obtienen los siguientes datos para la mezcla reflujada:

$$\beta \begin{vmatrix} 0.134 \\ 42 & \text{cc} \end{vmatrix} = 0.94343 \text{ g / cm}^3$$

$$c_p \begin{vmatrix} 0.134 \\ 42 & \text{cc} \end{vmatrix} = 1.005 \text{ cal/g °C}$$

$$\lambda_{\text{AB}} = 9700 \text{ cal/mol}$$

(Fuente: Perry R. H., Chilton C. H., "Manual del Ing. Químico, -Vol. I, la edición en español, UTEHA, México 1966, pag 270, pag. 332, pag. 314-317).

Obtenemos el peso molecular promedio:

$$M_{\rm pr} = 19.62 \, {\rm g} / {\rm mol}$$

Del gráfico de la fig. 21 (T vs. x,y), tenemos la temperatu ra de ebullición para el reflujo.

$$T_{eb} = 76^{\circ}C$$

Con la ecuación (29) y los datos anteriores determinamos -L, el flujo interno de la columna:

L = 21.514 g mol/seg m²

En seguida, se obtiene la composición x₁ en el fondo de lacolumna como se muestra en la figura 8, graficando la curva de _ equilibrio y la linea de operación (linea de 45º) sobre el mismosistema de eles coordenados:

$$x_1 = 0.065$$

con el mismo gráfico obtendremos las composiciones en el equilibric, y* y x*, y determinaremos los valores de las integrales -(Número de unidades de transferencia), de las ecuaciones (22) y-(23), evaluando las áreas que marcan los límites por el método de Simpson.

$$\int_{x_2}^{x_2} = 0.134$$

$$\int_{x_1}^{\frac{dx}{x_1} - x^{\#}} = 0.7655$$

$$\int_{x_1}^{x_2} = 0.134$$

$$\int_{\frac{dy}{x_2 - y_6}} = 0.18739$$

$$\int_{x_1}^{x_2} = 0.065$$

Con el flujo de L que es igual al flujo de G, la altura total del lecho empacado y los valores de las integrales, determinaremos los coeficientes de transferencia de masa para las dos fases utilizando las ecuaciones (22) y (23):

 $K_v a_v = 3.03126$ gmol de etanol/seg m³(fracción mol)

K_ay = 12:3799 gmol de etanol/seg m³(fracción mol)

A continuación se exponen los datos de todos los experimentos realisados:

Exper <u>i</u> mento	Presión del vapor de ca	Agua d miento	e en	fri <u>a</u>		Reflujo		Re 0 f	eiduo ondos
No	lentamiento Kg/cm ²	Gasto lt/min	Tent	T _{sal}	Gasto \$	IR	т °С	I R	°C C
1	0.32	2.0	28	45	19.5	1.3518	42	1.3328	44
2	0.60	3.0	26	45	22.0	1.3519	43	1.3340	44
3	1.00	3.5	30	53	27.0	- 1.3518	- 52 -	1.3328	42
4	1.40	4.0	32	56	30.5	1.3510	56	1.3325	44
5	1.80	5.5	30_	52	33.0	1.3508	59	1.3325	44
6	2.50	7.0	29	49	40.0	1.3505	60	1.3328	44
7	3.00	8.5	28	4 6	44.0	1.3500	61	1.3328	44

Nota: todos los valores reportados son promedios.

3.3.- Resultados

Experimento L = G	$\mathbf{x}_{\mathrm{R}} = \mathbf{x}_{2}$	xp x1	K _v a _v K _x a _v
No			
l 21 .514	0.134	0.004 0.065	3.0312 12.3799
2 27.0 73	0.135	0.004 0.065	3.8166 15.5788
3 37.880	0.134	0.004 0.065	5.3306 21.7975
4 46.133	0.124	0.003 0.054	6.6620 30.6625
5. 51.675	0.123	0.003 0.054	7.4637 34.3464
6 67.743	0.116	0.004 0.065	7.0581 31.3760
7 76.661	0.115	0.004 0.065	7.9871 35.5064
	بواعق بالانجاج بشماشيها وال		

공유의

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El objetivo principal de la tésis se cumplió al determinar los coeficientes de transferencia de masa en estado estacionarioy a reflujo total, así como la determinación experimental de la curva de equilibrio etanol-agua a la presión de operación del pro ceso en el intervalo de concentraciones de trabajo.

Se encontró que la resistencia a la transferencia de masarecae principalmente en la fase líquida, ya que la pendiente de la curva de equilibrio m es muy grande, (ver fig.20), lo que indica que la rapidez de transferencia es independiente del flujodel gas.

Se correlacionó el K_ya_y y el K_xa_y con los valores de L enpleando los datos experimentales de los cuales se obtuvieron lassiguientes expresiones:

$$K_{x}a_{v} = 0.974 L$$
 (30)
 $K_{z}a_{v} = 0.317 L$ (31)

en la figura 22, se observarán gráficamente estas correlaciones.

No se encontraron en la literatura correlaciones en condicio nes experimentales similares es decir, con el mismo tipo de empa que, el mismo diámetro de la torre y el mismo intervalo de flujos;ya que el trabajo en columnas de destilación empacadas está princiFigura 22. Evaluación gráfica de las correlaciones experimentales.



Fase líquida

Fase gaseona

palmente desarrollado para anillos Raschig y silletas Berl (8). Regularmente la altura de la unidad de transferencia UTU, -

es el factor más común para predecir la eficiencia en la operación de columnas empacadas; por lo que el coeficiente de transferenciase relaciona con el flujo de L de acuerdo a la siguiente expresión: HTU = Flujo/Coeficiente de transferencia de masa

con lo cual determinaremos las alturas de las unidades de transfe rencia para cada experimento, obteniéndose los siguientes valores:

Experimento	G=L	HTUL	HTUG
No	nol/seg m ²	3	1
1	21.514	1.73780	7.097
	07 072	7 77701	7 007
4	21.013	T.()(OT	1.093
3	37.880	1.73781	7.106
	16 773	1 50454	6 025
	40.±.)		••)2)
5	51.675	1,50452	6.932
6	67.743	2-15907	9,597
7	76.661	2.15908	9 . 59 8

comparando estos valores con los que est a_n en la literatura (7),-

Empaque	Altura del relleno, m	Diam, de la columna m	Mezola	Gasto del líquido kg/hr m ²	HTU _G
Silletas ce-	2.75	0.305	BtOH-agua	732	0.43
0.0254 m	2.75	0.305	EtOH-agua	4680	0.34
Silletas ce-	3.05	0.305	EtOH-agua	927	0.46
0.013 m	3 .05	Ó ₊305	EtO H agua	4490	0.27

ver el siguiente cuadro:

resultan muy elevados, lo que indica una baja eficiencia de tran<u>s</u> ferencia de masa.

A continuación se expondrán las causas probables de esta ba ja eficiencia:

Como se mencionó en secciones anteriores, es posible identi ficar zonas de carga e inundación en destilaciones a reflujo to tal en columnas empacadas, por sus efectos en la eficiencia de transferencia de masa, representada por HTU. Haciendo una gráfica G vs. HTU como la que se muestra en la figura 4 con los datos, ob servemos lo siguiente, ver figura 23:

Se presenta una disminución de la HTU en un intervalo de flujos de G, que representaría la zona de carga, en esta región se mejoraría la eficiencia, pero aún persisten los valores elevados de HTU. El factor que posiblemente explique los elevados valo res de HTU es el tamaño de las particulas de empaque en relaciónal diámetro de la columna, DT/DE = 4, lo que implica que la super ficie activa del empaque disminuyó lo suficiente que impidió unabuena transferencia de masa, esto indica que el efecto de pared es muy grande.

Las soluciones viables para mejorar la eficiencia se darán a continuación:

1.- Primeramente cambiar el empaque con las siguientes opcio nes: a) variar el tamaño de las silletas Intalox de 3/4" a 1/4", ver anexo No 1, que representa el tamaño más pequeño comercialmente, aumentando con este cambio la relación DT/DE de 4 a 12. Las si lletas intalox presentan buenas características, superficie especi

A lin_ 1 -----·. † 1 **1** 1 61 1 11 i . . - H -th-- 1 ·]. n ir . 1 1 1 1.4 ••• Miguna 23. Caracteris cas de oficienzia en 1.4 t. 1a T. columna employ da operando a reflujo Tilada d ۳T Т., toth1 'щ i...i İ: ---ģ -Ī HTU 11 -1. danden frae. T Ŀ. ÷ . t E. Í. **1**17 t 1 18 i :... 12 1 t i 15 5.1 (Altura de la midad de transferencia) m Altura de la midad de transferencia) m M ł 1.11 1 8.0 .:**!** ÷ ŧŋ, T ÷ (Į. -1-..... i 🏢 in f <u>____</u> 1 157 + -1 Zona i de Frida . F **B**e . 1 ٠<u>۱</u> 1. . <u>í</u> ٠ ۱ Ē. 1 ł 2 || -7 ļ. -leip <u>:</u>[.: <u>...</u> ------ŧt. Ξ ł Į. ĘĴ. . d. 12 <u></u> 1 i::: 1 37 1 4 1.... 1: - T 1.11 ., i i i .i ł÷... ÷., E ----1 _.F 114 11.1 d. 20 70i. j... 50 60 2 1. tt 1 1 lin ----40 ł. ---------.... 111 . 1 ÷. i. h.

fica de empaque satisfactoria, volumen fraccionario grande y buena conducción de fluidos; b) cambiar el empaque por otro también al a zar, pero que presente mejores características que las silletas in talox, por ejemplo anillos Pall o Hy-Pack; c) cambiar el empaque al azar por uno regular, como telas de alambre tipo Stedman o McMa hon, cuya eficiencia se ha comprobado en destilación.

Con lo anterior, se mejorará el área superficial activa por <u>u</u> nidad de volumen y la distribución del líquido en la columna disminuyendo la canalización.

2.- Como se mencionó anteriormente, trabajar en la zona de carga representada por una disminución de la HTU en el siguiente intervalo de flujos, 37-51 guol/seg m². Aunque no se determinaroncalis: de presión, sería benéfico colocar dispositivos en la colum la que la pudieran medir, por ejemplo un manometro diferencial, pa ra verificar la zona de carga e inundación.

El trabajo experimental determinó las HTU de toda la sección empacada, la sección de agotamiento y la de enriquecimiento, por lo que se recomienda determinar las HTU para cada sección de empaque, así como en zonas intermedias con la finalidad de determinarla variación de los coeficientes de transferencia y HTU en función de la altura del relleno, (5), para lograr lo anterior se necesi tan eolocar tomas de muestras en diferentes secciones del lecho em pacado.

Recomendaciones para operar la columna.

1.- Algunos de los problemas más comunes en columnas empacadas aparecen durante el arranque, al iniciar la operación se debetomar en cuenta lo siguiente: la columna debe ser tratada a un calentamiento moderado, ya que si se calienta demasiado y la alimentación es fria, se producen situaciones de choque que pueden des truir el empaque cerámico.

2.- La columna debe vaciarse y lavarse antes de iniciar la p peración ya que puede contener substancias extrañas que afecten el sistema que se quiere destilar, porque se pueden presentar condi ciones de espuma con sus efectos correspondientes en la tensión su perficial.

3.- La operación de la columna de destilación empacada de la investigación fue manual, no hay ningum instrumento de control; por lo que las mediciones obtenida tendrán mayores márgenes de error. A continuacion se darán las variaciones en los diferentes instru mentos:

Los termómetros y manómetros presentan una variación de ± 6% y ± 3.6% respectivamente en las mediciones.

El rotámetro que mide el líquido reflujado tiene una varia ción en las mediciones del ±4%.

La variación del rotámetro que mide la cantidad de agua de enfriamiento fue de ± 20 %, ya que prácticamente las mediciones ob tenidas en él fueron en la región umbral, ver la siguiente figura

Figura 24. Región umbral de instrumentos.



la variación anterior imposibilitó comprobar la cantidad de a gua de enfriamiento requerida, que está en función del vapor que se emplea como medio de calefacción en el rehervidor, por lo que se recomienda cambiar este rotámetro por otro de menor intervalo de flujo.

Las limitaciones de la presente investigación son las si guientes:

Las correlaciones (30) y (31) determinadas experimentalmente sólo serán válidas para los flujos de L experimentales, su extrapolación a flujos mayores dependerá de las variaciones en la pendiente de la curva de equilibrio.

Básicamente la columna trabaja como una columna de agotamien to, debido al intervalo de concentraciones escogido.

La columna podrá operarse con cualquier tipo de destilación, en el ancxo No 6 se muestran los resultados de operar la columnaen una destilación diferencial o sencilla.

AMEXO No 1

Características de empaques al azar

Anillos Raschig (cerámica)

Tamañ Nomin mm (p	io al (ulg)	Espesor le pared mm	No aprox por m	Peso aprox kg/m ³		e %	°⊈	Diem. esférico eq. mm
6 (1	./4)	0.8	3107342	738	787	73	1600	5.6
8 (5	/)	1.6	1412428	899	476	64	-	7.9
9.5(3	5/8)	1.6	847457	819	440	68	1000	8.9
13 (1	./2)	2.4	370762	803	400	64	580	12.2
16 (5	(8)	2.4	197740	771	328	68	380	14.5
19 (3	5/4)	2.4	110876	706	262	73	255	16.5
25 (1)	3	47670	642	190	73	155	22.0
32 (1	.1/4)	4.8	24 011	690	148	74	125	28.0
38 (1	.1/2)	6.3	13242	674	1.15	68	130	_35.6
50 (2)	6.3	5720	594	92	74	65	44.5
76 (3)	9.5	1695	642	62	78	37	67.3
		ション・ション 大会 ちょうつねつがく	Contraction and the second states and the second states and		a second of the second of the second of the	and solve and solve the	the second second second second second second second second second second second second second second second se	and the state of t

Anillos Raschig (metal)

Tan Nor mm	naño ni nal (pulg)	Espesor No aprox. Peso a e D de pared por aprox, <u>m2</u> C _f e mm m3 kg/m3 m3 g e	jam. sférico q. mm
6	(1/4)	o.8 3107342 2406 774 69 700	5.6
13	(1/2)	0.8 416666 1235 420 84 3 00	8.8
19	(3/4)	0.8 120409 882 274 88 155	12.0
25	(1)	0.8 50847 642 206 92 115	14.5

Anillos Lessing (cerámica)

Tamaño Nominal mm.(pulg)	Espesor de No aprox Peso a e Diam. pared por aprox. <u>m²</u> esféric mam m² kg/m² m³ % eq. mm
25 (1)	3 45904 803 226 66 24
32 (1 ¹ /4)	4.8 22952 899 174 62 30.5
38 (1 ¹ /2)	6.3 12359 931 131 60 39.4
50 (2)	9.5 5297 786.5 105 68 48.2

Sillas Berl (cerámica)

Tan Nos	año linal	No aproximado por m	Peso aprox. kg/m ³	m ² /m ³ %	Diam. esférico
1010	(purg)				ed• mm
G .	(1, 4)	3990109	899	899 60	5.8
1;;	(1/2)	572033	86 7	466 63	10.7
29	(314)	176554	770	269 6 6	14.7
25	(1)	77689	722	249 69	19.3
38	(1 ¹ /2)	20480	61 0	1 44 75	28.0
50	(2)	8828	642	105 72	39.4

Sillas Intalox (cerámica)

Tar Nor mm	naño ninal (pulg)	No aproximado por m ³	Peso aprox kg/m	m2 ^a /m3	e Diam. % equivalente mm
6	(1/4)	4149007	674	984	75 5 <u>.</u> 8
13	(1/2)	730932	546	623	788.1
19	(3/4)	229520	562	33 5	77 12.2
25	(1)	84216	548	256	77.5 17.3
38	(1 ¹ /2)	25035	482	196	81 24.4
50	(2)	9357	530	118	79 35.0

Fuente: Tower Packings, U. S. stoneware Co., Akron, Ohio. (4)

Anillos Pall

Empaque	16 (5/8)	25 (1)	-32 (1 ¹ /4)	50 (2)	76 (3)	89 (3)
Plástico						
σ _f	97	52	40	25		16
e, %	87	90	91	92		92
a, m^2/m^3	341	206	128	102		85
Metal						
C _f	70	. 4 8	28	20		16
e, 💈	93	94	95	96		
a, m^{2}/m^{3}	341	206	128	102		
Flexirings					- 42 - 22	
9 ₂	78	45	28	22		-18
u , ½	92	94	96	96		97
a, u^2/m^3	345	213	131	115		92
Hy-pak				<u></u>		
° 1		45		18	15	
e, %		96 ·		97	. 97	
	والمراجع المراجع والمحمور المحمور	CONTRACTOR AND A DESCRIPTION	이 가지 않은 것이 나와 영양을 가지?			もころしん イントレード かみたい み

Fuente: Chemical Process Products Division, Norton Co.; Koch Engineering Co.; Ceilcote Co.; Chemical Engineerig Progress.(11)

ÌT. 10 -T 1 14. 68 t 1 i III t 1 :†-1. 1:---iii. ANEXO 10 2 11 1 ŧĻ., ----! 1.... h. op 1 1.... bщ h bración . ___ T 11 :j... i ta mont de Rotametro 61 нJ imani hai in ۳Ŀ.j 111 l'allia 1... 1 1 ÷., Ï 1 ŧ., Here I. -.... H. J., ١Ħ :: ' al/sin χ ----11 Ξ. 1100 Ш ġ . 1.1 1 Ì 1 1 h X 🖬 --Ť, -5 110 (iii Th -11 -4 + th. I. 11 11 Шų ΞĒ : 1 11 ЦÉ. : :i - -..... . . . i: ...l ÷ :00 T T ł 4.94 4 . ii. 4 नः 1, 1... 100 4 1..... Ŀ <u>.</u>[] 1 1 1 ÷ ΠÍ T:: ŧ Ï. φ 15 **13**0 . 1.11 şò. 60 10 20 40. Ø. ģ ф, 1 -Ľ. 1 Πh. 1 T 1. 1 -11 Ť 1 11:
1. , il iii: T, Ţ 1 ... in# :1: -69 T -ñ. 191 144 1.... 1 11 н. ----, ml/min ANI C LO 3. in: 112.1 . 4 1 μĪ Curva de calibra 1000 -¢1 ór de het ujo. 1 i. ni dohoi Rotámetra gila 1.17 1.1 1 1 1 -44 ha. 11 1111 ann 1111 111 T. . T li q 1... m ្រៅ - H-.... **E**.|. 11--111 hiil, F ado: .:: Ζ 1 :: ¹ ÷., iiii i -44 1 <u>ال</u>ت 7 . 1 H ii. (# ÷. 4 1 11. 1 1.11 1 πf T 1 . . ili -... **1** . ••• - 11 . 17 4 137 Τ.; . – – i. -÷., 12 1 ï ŧł, H., Щ. <u>1</u>. -11 1.1.1 . : HT. 1 200 ц/́ C (1) 1.53 1:11 1.... ∭¢¶ 巾 1 ; H: 1 7 111 _ 100 1.1 . i-間 T T 4 ų. ::: (iii di. . . . <u>in</u> 1. ľ # 1 -----Hitel 50 60 70 80 190 100 a 1 i

Fallas de origen

60	<u>n</u> e		<u></u>	<u> i i i</u>	T			T.	III.	1-1	L.					1		1-1	F 7					, i		T)		E Ì	le i	r 🗐	a	<u>.</u> 1					57		Ξ.,
<u> </u> -''			-,-	-	-						t-i				- 1		• • •	_						• • • •											1	7	Ť.		-
		ليم. م (: : :)		i.				H	i -	1				bai			i	1.5		Ť	0													 : ;					
ΪΞ				ti:	戂	iii)	i iii	11									1		du.	w l					-						1tم 	- -							
			iii i		t		L I	h										 	hu l	بم			4										 				È 1		
		Ī			偂											Cr	i,	ha	de	C	al	I	ire	io:	Ó	1				-			73			ř, İ			
					雦	t -	Ē											Ξ.								[]			Ċ.										[]
										間				Iz	d 1	ce	đ	e	Te	11	80	C.	.Or	E.	V	K w l	Ŧ,	rat	oc:	ι¢ι	1.2	٥Ø				1			
		Ċ.								** *		.	-	1				 								i٦							1						
				li T	1											È	1											1.1											
	d III			Π	Í.													-						Π															
				I				ſ																								Ι) 	1					
																[]			1													T:							
				ñ.	4																	Ē				0								<u> </u>					
E.													5		: :														1			Γ	i						
																1					:						÷												
																															1								
												1									1						[]							-	[1	
																															T.			[]					
			8																::1. :												L			[
	H	11	S.																								<u></u>							-					
			4	1																																			
		1	8		£.		[]]]						ij										<u></u>							1		11		È					
刞		Ľ	X	1						啣	U																			Ľ			Ľ1		<u>i</u>		1		- 11
旧			ž									١Ì															LI										11	a i	
問			3	也																					<u>.</u>										ا، اور م	j.	1	11	1.
ų,			č,]				1		12 I 14 I			11		13
1			2		 	4											ļ											1					- -		•••	. :	14	•	-
붺	41	10		ņ.		4						<u> </u>			Ē			[]					_											۱	••		ر : ب		
4	ųų	цЦ.	HI.	Ľ .,			li i						-			1.1			ليبي	 							1				<u></u>			i	; : 	÷			1
1		311	Ш.									r		i				<u> </u>		L						1	<u></u>						÷.	H	i	: f}			i.p
			44	-	L,				Liii		ĽЦ						-									Ľ.					<u></u>	÷				-		щ	
44	Щi	Щij				i	ļi i					<u> </u>								-					Z						<u>ii.</u>					1.L.		ļ.	
	Щ			4			 	-				L.					<u> </u>					Ļ.	- 1	<u>,</u> i	<u> </u>		i			凹					Щ.		<u> </u>	4	Щ
1	Ш			-				1									l, iii					-	1				-				<u> </u>		Ŀ.					[
					4		-		ļ.,	 	 		l÷.									1	-					<u> </u>			_		Ë.	_	-		<u></u>		
H.							H								li i i							F.																- I	
	111	ļ., ,	114:	Č.	<u>n</u> .,				<u>.</u>	<u> </u>	ļ				.	Ë.	÷			4	í.	μ.																	
			-									+=-							1	Ŀ.	÷-		-					<u></u>					.				_		
				-	H				H		H					-	-	14							÷											-		-	
					H	1			HH.				<u> </u>		-									111	-1-1								:	<u></u>					
-	÷.,	n ii			H		+	++			-	r H			-				بنعقا	-	-		-	÷.		<u>نې د</u>		لتعبر	4	ار میں ا		أنبذو	1	i ;= 4				-	
		t ti	H	-			H		14			-	-				Hi:			-						÷			1										
	÷,					1-		ł			-	<u> </u>	-			***	h	$\left - \right $				<u>H-</u>		-						H	+								
ΠÏ				-		H-			المنوا	Fiil		-			1	E I	-	-		-	-	i-				H					-			••••					
	H	h::		t-	<u></u>		1				l.					-#	ļ+	H	H	-	-	<u>iii</u>	÷		H-	i i				<u>iii</u>								큵	
ti i		HH			1	闣	P				Mil	t h	•	24			çi.	h.	r		1.	35	E.				[]		4	20	T					μ.			
				tii	龖	١Ħ	揃		hΗ	i III	İ.										, ii									 	÷					÷			
Шţ		hΗ		H	lΗ		tHI		ŧЩ		11 ⁻¹		tt I			78.4	.	10			Λ¢		N	×	÷						÷	÷Ŧ	Ë.		÷		##		
		r H		htt	titt		t n	h.	ii i			÷ii:													-		÷::+												144
			.	ti t	liiii	till	雦	ШĦ	tiit		iii:								ii E		:##	-			ηť	:4		i ii	in:	1					13	••••			

1---|------|---| H -T İ 1.11 Ŧ 1. 6 p 1 <u>____</u> ł 1 ÷. ı, ÷ <u>__</u>__ 71 <u>г</u>.Т. 1 Ŀ ÷ (\mathbf{t}) . . η-ANEXD NO 5 1 H Ŧ Endine de Berrigerion Ver fra Durvi de Arturion Ver fra **|---**|---fraction mo? П ж..... . H i . .tui li: C H Ť 1..... 1 **t**|., 1 i L ij. 1 1 111 1. Π. :] --. 1 1 3. ----1 Γ 1 12 E | 1.11 i đ. - 1 17 1 1.1.5 ÷ ill: inter e 4 TIONY -3 ETANOL 1 ţİİ (T) ļi i Ŧ. 1 1 1 ШШ. <u>-</u> 1 ЭÌ direct. -1. 19 ١. L i. -----..... T Η 11 - -| -.... **u** . + iF . . . (III) -Шų Ź 4.11 Ħ 1 ÷ ... ta di stata i ×-----÷ τh, 1.0 Ξ ·.... 1 1 Π Ē. ii: -1--EE Τ 調 :..: **T**h Π. ti., ÷ ĿŁ. Ti. to: 1 1.3 ήĿ milet 16155 1 2 2 3,35 111 . ĽÍ. 1 . . . :1 T 1 di Ŀ 1.36 1 1.34 £.34 au)... .35 18 شبا م Li, i ŧ. --- i -INDICE DE REFRACCION -. 11 -11

· • .

Destilación Diferencial.

Operación de la columna.- Proceder a arrancar el equipo efectuando los pasos del primero al décimo tercero de la sección-2.3.4. Conforme se vaya evaporando la solución, tomar muestras del líquido destilado por la válvula de nivel VN-1. Al finalizar la operación tomar musstras del residuo por la válvula V-13.

Para determinar los volúmenes de alimentación, destilado yresiduo, se marcarán con señales los vidrios de nivel de los tanques. Froceder a parar el equipo efectuando los pasos del vigésimo quinto al trigésimo de la sección 2.3.4. Posteriormente se determinará el índice de refracción (IR) para todas las muestras del destilado, así como la muestra del residuo y de la alimentación,determinando su composición con la curva de calibreción (IR) vs.fracción mol, ver anexo No 4.

In seguida se exponen los datos del experimento: Tiempo base de la operación: 15 min Presión del vapor del rehervidor: 3.5 kgg cm² Composicion de la alimentación (x_C) : 0.07 Composición del residuo o fondo (x_P) : 0.008 Composiciones del destilado (y_D) : 0.292, 0.274, 0.246, 0.238, 0.265 Composición del destilado compuesto experimental (y_Dpr) : 0.251 Volumen alimentado. (V_C) : 3993.7 ml Volumen destilado (V_D) : 1138.5 ml Volumen del fondo (V_D) : 2730.7 ml

Con los datos anteriores se comprobará la ecuación de Ray. leigh, ecuación característica de la destilación diferencial (11).

ANEXO No 6

$$\ln (0/F) = \int_{x_{\overline{p}}}^{x_{\overline{0}}} dx/(y^{*}x)$$
(32)

y la composición del destilado compuesto con el balance de materia $Cx_{C} = Dy_{Dnr} + Fx_{F}$ (33)

Se evaluará la integral de la ec. (32) dentro de los límites marcados, por el método de Simpson. Las composiciones y se obtienen de la curva de equilibrio de la fig. 20 y de las composiciones de la fase líquida entre x_F y x_C como se muestra en la fig. 9.

$$\int_{0.008}^{0.07} \frac{dx}{y^{\#} - x} = 0.23365$$

el valor de la integral se compa**rará** con el log, natural de la relación C/F. ln (C/F) = 0.251

la diferencia entre este valor y el de la integral es del 7.2 %, esta diferencia posiblemente se deba a errores en las medicionos de los volumenes, así como que el modelo no se ajuste cobrectamen te a las condiciones experimentales.

La composición del destilado compuesto de acuerdo a la ec.-(33) es la siguiente: y_{Der} = 0.285

la diferencia entre este valor y el experimental es de más del 10%, esta variación es acarreada por el mismo error anterior, ya que se esperaría que el valor experimental fuera mayor que el de la ec. -(33), puesto que la mezcla destilada ha pasado por un lecho empaca do que mejora la eficiencia a la transferencia de masa en comparación de la destilación diferencial, que semeja a un matraz de destilación. Se determinó tambien la integral con la curva de eq. a l atm., siendo el error de 30 5, lo que corrobora la importancia dede la curva experimental.

73

NOTACION -INCION

8	-	Area específica de empaque seco, m ² /m ³
a _T		Area transversal de la columna, m ²
8.		Area interfacial específica, m ² /m ³
A	-	Area de transferencia interfacial, m^2/m^2
c	-	Densidad molar de la solución, gmol/m ³
of	-	Factor de empaque
C	-	Alimenteción, gmol/m ² seg
Ср	-	Capacidad calorífica molar, cal/gmol °C
D	-	Destilado, gnol/seg m ²
DAB	-	Difusividad de la mezcla AB, m ² /seg
DE	~	Tamaño de empaque, m
DT	-	Diámetro de la colurna, m
đ	-	Volumen vacío fraccionario en el lecho empacado
P	-	Fondos o residuo, gmol/seg m ²
G		Velocidad molar del gas, gmol/seg m ²
Ħ	-	Altura del lecho empacado, m
р	~	Entalpia, cal/mol
HTU	-	Altura de la unidad de transferencia, m
J		Flujo molar en relación a la velocidad promedio mo
		lar, gmol/seg m ²
ĸ	~	Coeficiente global de transferencia de masa, -

gmol/seg m².fracción mol

- Kay Coeficiente global volumétrico de transferencia de masa. gmol/seg m³.fracción mol.
- k ~ Coeficiente de transferencia de masa individual, gmol/seg m².fracción mol.
- L Velocidad molar del líquido, gmol/seg m²
- M Peso molecular, g /gmol
- m Pendiente de la curva de equilibrio, dy/dx
- X Flujo molar, gmol/m² seg
- P Presión, kg/cm²
- Q Calor. cal/seg m²
- T Temperatura, °C

V - Volumen, ml

- x Concentración del componente más volátil en la fase
 líquida, frazción mol
- x* Concentración en el líquido en equilibrio con la conc
 centración principal de la fase gas, fracción mol
- y Concentración del componente más volátil en la fase gaseosa, fracción mol
- y* Concentración del gas en equilibrio con la concentración principal de la fase líquida, fracción mol
- IR Indice de refracción

 Δ - Incremento

- ρ Densidad, g / cm³
- λ Calores latentes de evaporación para cada componente, cal/g
- XI Calor latente molar de evaporación de la mezcla, cal/mol

Subindices

- A Componente más volátil
- B Componente menos volátil
- C Alimentación
- D Destilado
- eb Ebullición
- ent Entrada
- P Fondos o residuos
- G Gas o vapor
- 1 interiase
- L Líquido
- o Corriente de reflujo externo
- pr Promedio
- R Reflajo
- sal Salida
- x Fase líquida
- T Fase vapor o gaseosa
- 1 Corriente en la parte superior de la columna

76

1.

2 - Corriente en la parte inferior de la columna

- 460

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Foust A. S., Wenzel A. L., Clump W. G., Andersen L. B., "Principles of Unit Operations", Jhon Wiley/sons, Inc. New York, 1960.
- 2.- Heilein A. C., Manning R. E., Cannon M.R., Chem. Eng. -Prog., 47, No 7, pag 344-46, 1951.
- 3.- Holland C. D., "Fundamentals and Modeling of Separation-Processes, Absorption, Destillation, Evaporation and Extraction". Prentice-Hall, Inc., Englewood Cliffs, Nev -Jersey, 1975.
- 4.- Leva M., "Tower Packing and Packed Tower Desing", The U.S. Stoneware Comp., Akron, Ohio, 1953.
- 5.- Mc Cabe W. L., Smith J. C., "Operaciones Básicas de Ingeniería Química", vol. II, 3a ed., Editorial REVERTE, Barcelona, 1980.
- 6.- Nakanishy K., J. Chem. Soc. Japan, 59, pag 22-25, 1956.
- 7.- Perry R. H., Chilton C. H., "Manual del Ingeniero Químico"
 vol. I, la ed. en español, UTEHA, México, 1966.
- 8.- Perry R. H., Chilton C. H., "Manual del Ingeniero Químico" vol. II, 2a ed. en español, McGraw-Hill, México, 1982.
- 9.- Sherwood T. K., Pigford R. L., Wilke C.R., "Mass Transfer" la ed., McGraw-Hill Kogakusha, LTD, Tokio, 1975.

- Treybal R. E., "Mass Transfer Operations", 2a ed., Mc-Graw-Hill, Book Co., New York, 1955.
- 11.- Treybal R. E., "Operaciones de Transferencia de Masa",-2a ed. en español, McGraw-Hill, México, 1980.

÷.

n de la caractería de la caractería de la caractería de la caractería de la caractería de la caractería de la c

octa dan da se