

Trabajo Práctico

Destilación Fraccionada Batch

Laboratorio de Operaciones Unitarias

Departamento de Ciencia de los Alimentos y Tecnología Química

Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas

Universidad de Chile

1. Objetivos

- Operar una columna de fraccionamiento batch a relación de reflujo constante
- Estimar la composiciones en equilibrio (x) e (y) a partir de las mediciones de temperatura del líquido y el vapor.
- Representar en un diagrama de equilibrio la evolución de la destilación en el tiempo.
- Estimar el número de platos teóricos (NPT) y la altura equivalente de plato teórico (HETP), aplicando el método de McCabe-Thiele.

2. Introducción

La destilación con fraccionamiento es la forma de destilación más eficiente para separar mezclas que tienen componentes con valores de volatilidad cercanos. La aplicación industrial más importante es la rectificación del petróleo, en este proceso a partir de petróleo crudo se obtienen diferentes fracciones de gran importancia económica (combustibles, lubricantes y solventes). La rectificación se realiza en columnas que funcionan bajo condiciones de estado estacionario, en ellas la alimentación del crudo se hace directamente en la columna, parte de la columna denominada como zona de alimentación. Por sobre esta zona la mezcla se enriquece en los componentes más volátiles, por lo que esta parte superior de la columna se denomina zona de rectificación o enriquecimiento. Bajo la zona de alimentación, la mezcla se empobrece en los componentes más volátiles y se designa como zona de agotamiento. Para el funcionamiento de la columna se requiere que haya una continua transferencia de masa y calor entre una fase vapor, con una mayor composición de componentes más pesados, y una fase líquida de una mayor composición de los componentes volátiles. Es por ello que se requiere un condensador en la parte superior de la columna que proporciona una corriente descendente de líquido de reflujo, rica en los componentes más volátiles, y cuyo flujo depende de la relación de reflujo de la columna. Además, para la generación del vapor se requiere un rehervidor o calderín, que se alimenta con el líquido proveniente del fondo de columna y a partir del cual se genera un vapor ascendente empobrecido en los componentes más volátiles (1-3), ver figura 1.

La variable operacional más significativa en la destilación con fraccionamiento es la relación de reflujo. La relación de reflujo puede ser de tipo interna (L/V) o externa (L/D o R). La primera representa la razón entre el líquido de reflujo que retorna a la columna y el vapor que llega al condensador y la segunda representa la razón entre el líquido de reflujo que retorna a la columna y el líquido que sale de la columna como destilado. La relación entre ambas es la siguiente:

$$\frac{L}{V} = \frac{R}{R+1}$$

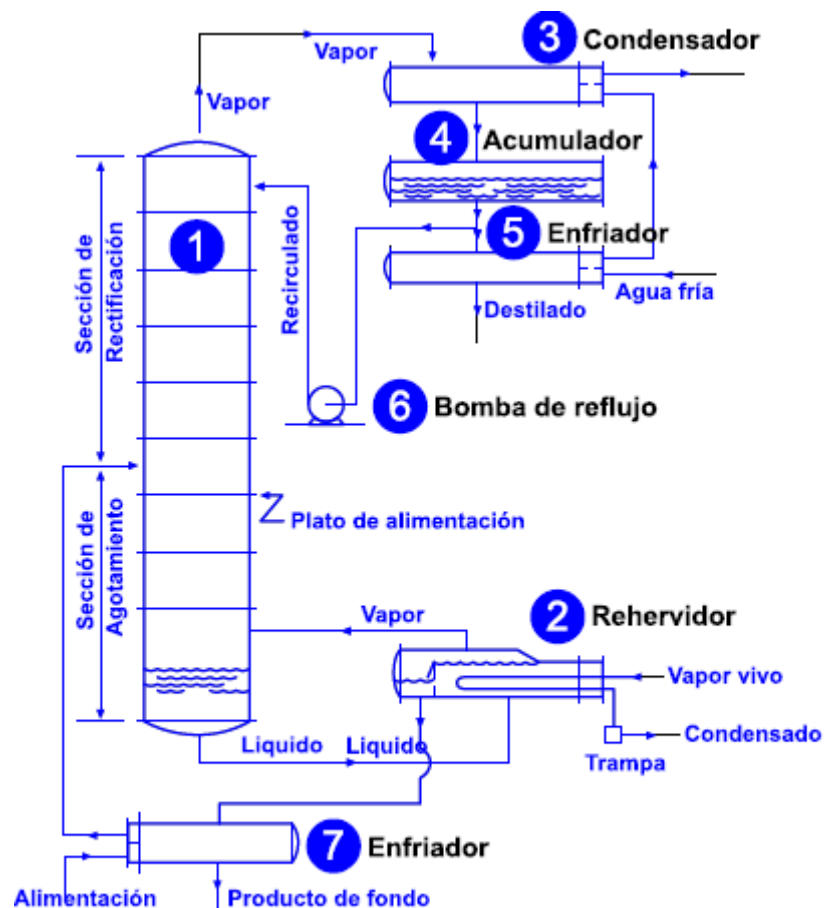


Figura 1: Columna de Fraccionamiento continuo (2,3)

La relación de reflujo permite modular la eficiencia de separación de la columna, es decir el número de platos teóricos, porque representa la pendiente de la línea operacional de rectificación. Es así que para una determinada columna se puede aumentar su capacidad de separación o el número de platos teóricos si se aumenta la relación de reflujo. El costo de este aumento es un incremento en los costos variables, porque aumenta el consumo de vapor de calefacción y agua de refrigeración ya que se aumenta la tasa de recirculación. Las columnas de rectificación pueden ser de platos, siendo sus diseños más corrientes de platos perforados o de campana burbujeadora, ver figura 2, o bien columnas de relleno.

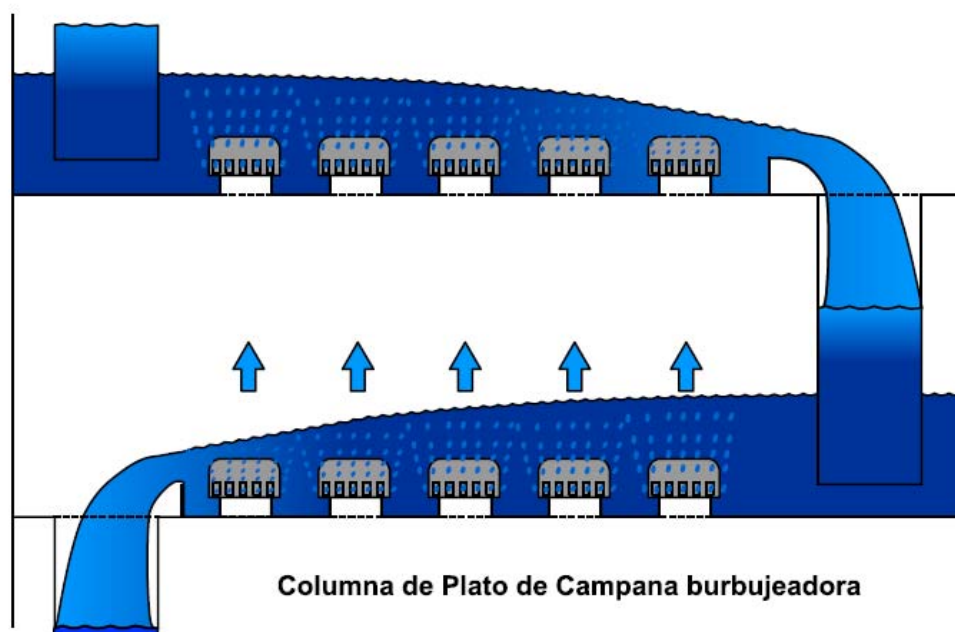


Figura 2: Funcionamiento de columna de plato de campana burbujeadora (2,3)

El método más sencillo para diseñar columnas de fraccionamiento es el método gráfico de McCabe-Thiele. Este método permite estimar el número de platos teóricos requeridos para una determinada separación. Para ello se requiere trabajar con el diagrama de composición de la mezcla binaria y con las líneas operacionales obtenidas a partir del balance de masa de la columna, ver figura 3.

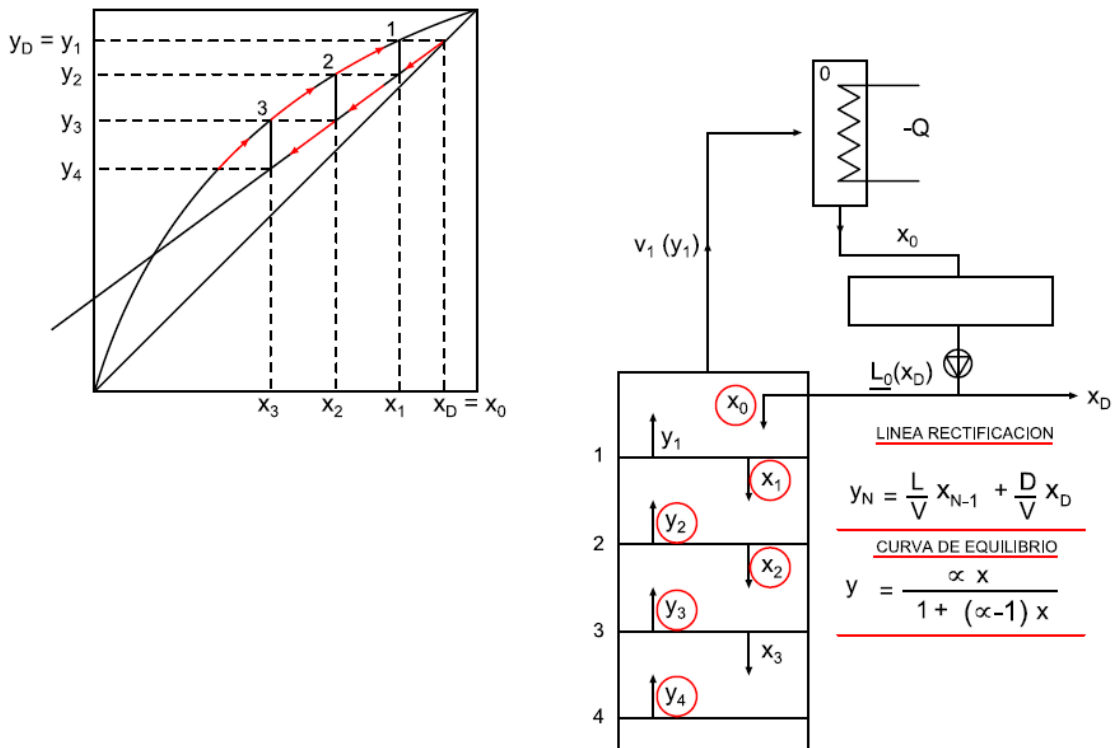


Figura 3: Método gráfico de McCabe-Thiele (2,3)

La destilación con fraccionamiento también tiene importancia a una escala menor como procedimiento de recuperación de solventes y rectificación de aceites esenciales. En estos casos la destilación se realiza por lotes de manera que el proceso de separación ocurre en estado no estacionario o transiente. En estas condiciones la columna completa actúa como zona de rectificación y la alimentación se ingresa a un balón conectado a la columna. Bajo estas condiciones, la composición de la alimentación y del destilado va cambiando en el tiempo. Hay dos maneras de trabajar: (1) relación de reflujo constante y por ende la composición del producto es variable y (2) composición del producto constante y relación de reflujo variable. Normalmente, en la destilación fraccionada batch se usan columnas de relleno y la eficiencia de separación se expresa como altura equivalente de plato teórico, ver figura 4 (4).

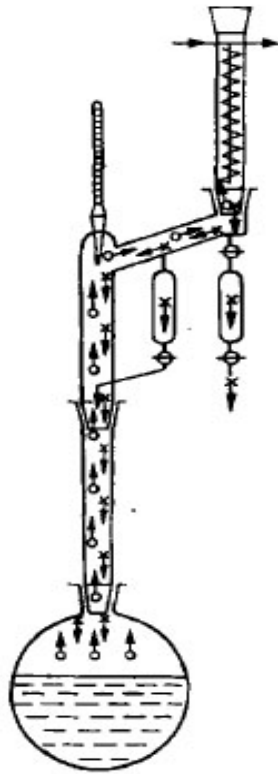


Figura 4: Destilación con fraccionamiento batch (4)

3. Equipo de destilación con columna de rectificación de laboratorio

Armar un equipo de destilación de laboratorio con columna de fraccionamiento de relleno como el descrito en la figura 4.

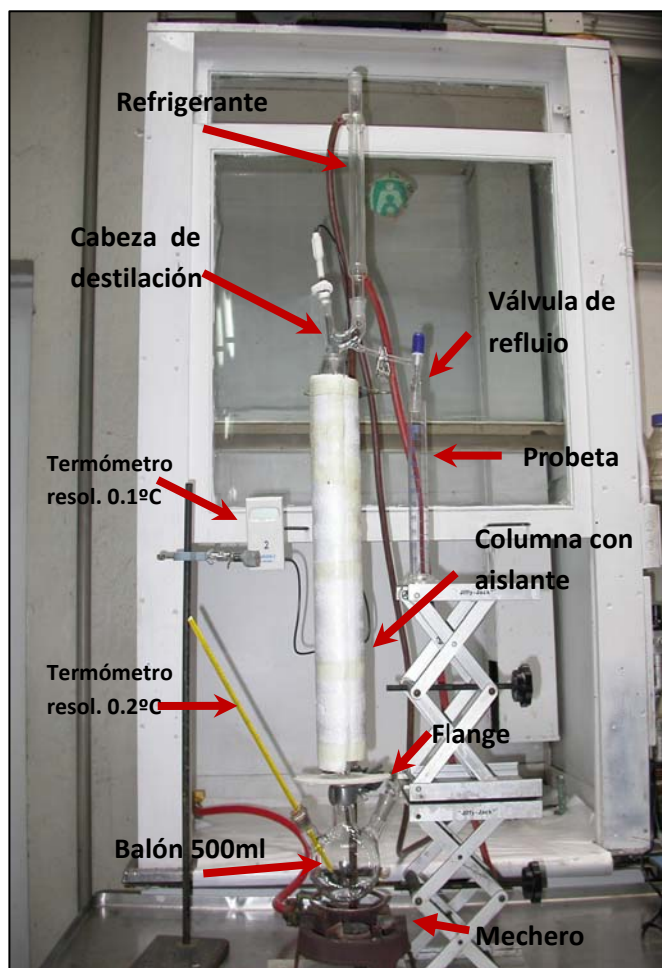


Figura 4: Equipo de destilación de laboratorio con columna de fraccionamiento de relleno

4. Procedimientos

4.1. Procedimiento de preparación de la mezcla

- a. Medir en probeta de 100ml 54 ml de etanol anhidro.
- b. Medir en probeta de 500ml 446 ml de agua. Agregar el etanol y el agua en un vaso precipitado de 600ml y mezclar con agitador magnético por 2 minutos. Colocar 150 ml de la mezcla en probeta de 250ml y medir su contenido alcohólico usando un alcoholímetro(rango 10-20°GL).

4.2. Procedimiento de Trabajo (ver figura 4)

- 1.- En una columna de vidrio altura 60cm con un diámetro de 3cm. Rellenar con anillos Fenske hasta una altura de 32 cm.
- 2.- Colocar en el balón de vidrio 500ml la mezcla, agregar perlas de ebullición al balón, conectar al balón con la columna con relleno y aislar la columna con un tubo de plumavit y un flange. Conectar en la parte superior de la columna la cabeza de destilación que conecta el condensador y la válvula de reflujo, en ésta colocar un termómetro digital con una resolución de 0.1°C. A la salida de la válvula de reflujo conectar una probeta de 100ml.
- 3.- Instalar en el balón de destilación un termómetro de vidrio con una resolución de 0.2°C.
- 4.- Conectar mechero, fijar llama, e iniciar proceso de destilación (tiempo 0).
- 5.- Medir cada 5 minutos la temperatura en el balón, la temperatura del vapor, y el volumen colectado por un período de 150 minutos.
- 6.- Una vez iniciado el proceso de destilación fijar la relación de reflujo de trabajo, moviendo la llave de teflón de manera que la relación (número de gotas/min que va hacia la columna, L)/(número de gotas/min que cae en la probeta, D) sea aproximadamente de 2.
- 7.- Tomar muestras cada 10 minutos a partir del tiempo en que se disponga de volumen de destilado, colocar en picnómetro, dejar que el líquido alcance la temperatura ambiente (20°C) y pesar en balanza analítica. Registrar el tiempo y la densidad del líquido.
- 8.- Finalizado el proceso de destilación, cortar el mechero, dejar enfriar a temperatura ambiente el contenido del balón.
- 9.- Medir el volumen de líquido residual usando probeta de 250 ml y medir la densidad del líquido residual usando picnómetro.

5. Manejo de los datos experimentales

4.1. Recolección de datos

Recolectar datos experimentales en las siguientes tablas

Volumen de mezcla	
Volumen de etanol	
Volumen de agua	
Grados alcohólicos, °GL	
Presión atmosférica	

Tiempo (minutos)	Temperatura Líquido (°C)	Temperatura Vapor (°C)	Volumen destilado (ml)	Densidad del Destilado a 20°C

6. Actividades

- 1. Expresar la composición inicial de la mezcla en moles y en fracción molar de etanol.
- 2. Expresar la relación de reflujo externa (R=2) en relación de reflujo interna
- 3. Estimar a partir de los datos de temperatura en el líquido y en el vapor, la composición en fracción molar en el líquido y en el vapor. Para ello usar los datos de equilibrio líquido-vapor para la mezcla etanol-agua y optimizar el valor usando una función como SOLVER de EXCEL. Expresar los resultados en el siguiente formato de tabla

liquido				
XETOH		Solver	tpo dest	vol balon
inicial		f(x)	min	reman
texp	xtanteo			ml

vapor				
		Solver	tpo dest	vol dest
texp	ytanteo	f(x)	min	ml

- 4. Construya el diagrama de equilibrio etanol –agua y en él represente las composiciones de equilibrio del líquido y vapor a los 30 y 90 minutos de destilación, a partir de los valores obtenidos en el punto 3.
- 5. Dibuje en el diagrama del punto 4 la línea operacional de rectificación a los 30 y 90 minutos. Con los datos de 30 minutos determine gráficamente el número de platos teóricos usando el método de McCabe-Thiele.
- 6. Estime la altura equivalente de plato teórico de la columna a partir de los valores obtenidos en el punto 5.
- 7. A partir de los datos de densidad del destilado, represente la evolución del contenido alcohólico del destilado y además la fracción de volumen destilado durante el tiempo de destilación.
- 8. Usando la ecuación de Rayleigh. a) Calcule el valor de la integral a partir de los datos de densidad de la mezcla inicial y de la mezcla residual b) Estime los moles de destilado y la composición del destilado.

7. Datos

Datos de equilibrio mezcla etanol-agua (5)

<u>Tº</u>	<u>Xetanol</u>	<u>Yetanol</u>	<u>%vol/vol</u>
100.2	0.00	0.00	0.00
100.0	0.01	0.01	1.93
99.5	0.02	0.04	6.60
99.0	0.04	0.08	11.05
98.5	0.05	0.11	15.29
98.0	0.07	0.14	19.34
97.5	0.08	0.17	23.21
97.0	0.10	0.20	26.92
96.5	0.12	0.23	30.47
96.0	0.14	0.25	33.87
95.5	0.15	0.28	37.13
95.0	0.17	0.31	40.26
94.5	0.19	0.34	43.26
94.0	0.21	0.36	46.15
93.5	0.23	0.39	48.93
93.0	0.25	0.42	51.60
92.5	0.27	0.44	54.18
92.0	0.29	0.47	56.66
91.5	0.31	0.49	59.05
91.0	0.33	0.52	61.36
90.5	0.35	0.54	63.58
90.0	0.37	0.56	65.73
89.5	0.39	0.59	67.81
89.0	0.41	0.61	69.81
88.5	0.44	0.63	71.76
88.0	0.46	0.65	73.63
87.5	0.48	0.67	75.45
87.0	0.51	0.7	77.21
86.5	0.53	0.72	78.91
86.0	0.56	0.74	80.56
85.5	0.58	0.76	82.16
85.0	0.61	0.78	83.71
84.5	0.64	0.8	85.21
84.0	0.67	0.82	86.67
83.5	0.69	0.83	88.09
83.0	0.72	0.85	89.46
82.5	0.75	0.87	90.80
82.0	0.78	0.89	92.09
81.5	0.81	0.91	93.35
81.0	0.84	0.92	94.58
80.5	0.87	0.94	95.77
80.0	0.91	0.96	96.92
79.5	0.94	0.97	98.05
79.0	0.97	0.99	99.15
78.6	1.00	1.00	100.00

Escala de densidad relativa mezclas etanol-agua (6)

º G.L.	%v/v	d relativa 20ºC
0,0	0,0	1
0,5	0,5	0,99923
1,0	1,0	0,99849
1,5	1,5	0,99775
2,0	2,0	0,99702
2,5	2,5	0,9963
3,0	3,0	0,9956
3,5	3,5	0,9949
4,0	4,0	0,99419
4,5	4,5	0,99351
5,0	5,0	0,99284
5,5	5,5	0,99217
6,0	6,0	0,99151
6,5	6,5	0,99086
7,0	7,0	0,99022
7,5	7,5	0,98957
8,0	8,0	0,98894
8,5	8,5	0,98831
9,0	9,0	0,98769
9,5	9,5	0,98708
10,0	10,0	0,98648
10,5	10,5	0,98588
11,0	11,0	0,98529
11,5	11,5	0,98471
12,0	12,0	0,98421
12,5	12,5	0,98355
13,0	13,0	0,98297
13,5	13,5	0,9824
14,0	14,0	0,98184
14,5	14,5	0,98128
15,0	15,0	0,98073
15,5	15,5	0,98018
16,0	16,0	0,97963
16,5	16,5	0,97909
17,0	17,0	0,97855
17,5	17,5	0,97801
18,0	18,0	0,97746
18,5	18,5	0,97692
19,0	19,0	0,97638
19,5	19,5	0,97584
20,0	20,0	0,96864
20,5	20,5	0,96796
21,0	21,0	0,96729
21,5	21,5	0,96661
22,0	22,0	0,96592
22,5	22,5	0,96523
23,0	23,0	0,96453
23,5	23,5	0,96382
24,0	24,0	0,96312
24,5	24,5	0,9624
25,0	25,0	0,96168
25,5	25,5	0,96094
26,0	26,0	0,9602
26,5	26,5	0,95944
27,0	27,0	0,95867
27,5	27,5	0,95789
28,0	28,0	0,9571
28,5	28,5	0,9563
29,0	29,0	0,95548
29,5	29,5	0,95466
30,0	30,0	0,95382

Referencias

1. McCabe, Smith & Harriot. Unit Operations of Chemical Engineering. 5th Ed. Mc Graw-Hill. Singapore. 1993.
2. C.Tapia, M.Muller, J. Sapag-Hagar, F.Valenzuela, C.Basualto, L. Abugoch. Development and use of Web Site with multimedia contents as a complement to traditional Unit Operation courses, *Journal of Food Science Education* 1:41-46 2005.
3. <http://www.ciq.uchile.cl/operaciones/>
4. Krell, E. Handbook of Laboratory Distillation. 2nd Ed. Elsevier. Amsterdam. 1982.
5. Nixon & McCaw. The Compleat Distiller. The Amphora Society. Auckland. Página 100. 2001.
6. Perry & Green. Perry's Chemical Engineer's Handbook. 7th Ed. USA. Página 2-114.