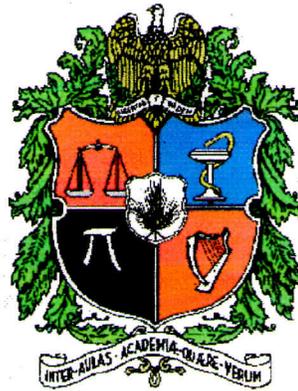


UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
FACULTAD DE INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS
GUÍA PRACTICA PARA DESTILACIÓN BATCH

Octubre de 1999.

OBJETIVOS

Generales

- ✓ Separar una mezcla etanol-agua mediante destilación por lotes con rectificación.
- ✓ Verificar el balance de materia para toda la operación.
- ✓ Cuantificar la energía suministrada al sistema..

Específicos

- ✓ Determinar la relación de reflujo de trabajo.
- ✓ Construir una curva de destilación para la mezcla.

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

La unidad de destilación por lotes que se utilizará en esta práctica consta principalmente de:

✓ *Calderín.*

Es un tanque cilíndrico de fondo semiesférico de 0.6m de diámetro y 0.65m de altura, con una capacidad total de 120L.

Posee un aislamiento térmico en lana de vidrio y lona. Cuenta con un tubo en posición vertical que indica el nivel en su interior, con una boquilla para el ingreso de la mezcla de trabajo.

El vapor ingresa al calderín por una tubería aislada térmicamente, en la cual se encuentra ubicado un manómetro y una válvula de seguridad. El vapor calienta la solución gracias a un serpentín ubicado en la parte interna de este.

En la parte superior del calderín se encuentra un manómetro que permite conocer la presión interna del mismo.

El calderín está hecho en cobre y cuenta con una capacidad máxima de trabajo de 100L.

✓ *Columna de rectificación.*

Es el equipo en el cual se verifica el contacto entre la fase gaseosa que asciende y la fase líquida que desciende. Su objetivo es obtener un destilado con el mayor grado posible del componente más volátil.

Es una columna de platos con caperuzas de burbujeo, de 3.6m de altura y un diámetro exterior de 0.26m. La columna se encuentra a una altura de 1.8m con respecto al piso. Consta de cuatro secciones cada una de ellas cuenta con cinco platos con caperuzas, y se encuentra aislada térmicamente con lana de vidrio y lona. Cada plato posee una válvula de bola para su drenaje. El plato de fondo cuenta con una salida de líquido hacia el calderín, una entrada para vapores procedentes del calderín, drenaje del líquido por la parte inferior y un indicador de nivel. El plato de cima posee una salida para los vapores dentro de la torre y una entrada de líquido (reflujo).

El indicador de nivel se encuentra a una distancia de 0.5m del piso. La torre cuenta con dos termómetros, uno ubicado en la parte superior y otro en su parte inferior. La mezcla gaseosa entra por la parte inferior de la torre ascendiendo por esta y luego pasa al condensador.

✓ *Condensador*

Es el equipo en el cual se condensan los vapores provenientes del plato de cima o del calderín, según sea el caso.

Es un equipo de tubos y coraza, donde los vapores circulan por la coraza y el agua de enfriamiento por entre los tubos. Tanto la coraza como los tubos y tapas están hechos en cobre.

Se encuentra instalado verticalmente y su parte inferior se encuentra a la altura de la cima de la columna. La entrada del agua de enfriamiento es por la parte inferior del equipo, y los vapores a condensar entran por la parte superior.

Para información acerca de los instrumentos, válvulas y accesorios con que cuenta la unidad, refiérase al formulario de información del equipo, que se encuentra al final de este documento.

MATERIALES

Para la ejecución de esta practica se requieren los siguientes materiales y elementos:

- ✓ Mezcla etanol agua de alimentación al calderín.
- ✓ Un alcoholímetro con termómetro.
- ✓ Dos baldes.
- ✓ Una probeta graduada de un litro.
- ✓ Cronómetro.
- ✓ Un par de guantes.
- ✓ Una llave expansiva de 16".
- ✓ Un embudo.

PROCEDIMIENTO

Iniciación

- ✓ Inspeccionar el equipo, asegurándose que se encuentre apagado y sus válvulas cerradas. Identificar las partes e instrumentos constituyentes de la unidad, las válvulas, ductos y servicios que manejan y transportan.
- ✓ Verificar que no haya ningún contenido en el rehervidor y que los platos se encuentren drenados.
- ✓ Solicitar los elementos necesarios para la practica (Solución alcohólica de alimento, alcoholímetro, cronometro, probeta etc.).
- ✓ Determinar el volumen, composición y temperatura de la mezcla alcohólica de alimentación al calderín, utilizando los recipientes solicitados y el alcoholímetro.
- ✓ Cargar la solución alimento en el calderín utilizando el embudo e inmediatamente cerrarlo y apretar la tapa con la llave expansiva de 16", para garantizar que quede convenientemente cerrado.
- ✓ Abrir las válvulas que permiten el paso del vapor generado en el calderín hacia la columna y el reintegro de liquido desde la columna hacia el calderín.
- ✓ Abrir la válvula que permite el paso de los vapores de la columna hacia el condensador.
- ✓ Abrir la válvula que permite el paso del condensado hacia la columna.

Puesta en Marcha del Equipo

- ✓ Abrir las válvulas correspondientes al suministro y salida de agua del condensador. Ajustar el caudal de agua teniendo en cuenta de que la diferencia entre las ramas del manómetro sea de aproximadamente 5 cm.
- ✓ Purgar la línea de vapor, abriendo las válvulas correspondientes a la entrada de vapor y a la salida de condensado hasta que no salga líquido por la tubería.
- ✓ Ajustar la presión del vapor de calefacción, al rehervidor, en 5 psi.

NOTA: Según lo mencionado en el protocolo de iniciación, la columna se encuentra configurada para operación a reflujo total.

Toma de datos

- ✓ Una vez iniciado el suministro de vapor al sistema, observar la temperatura tanto en la base como en la cima de la columna. Cuando se logre 92 °C y 72°C respectivamente se habrá logrado estabilizar la columna. Registrar el tiempo transcurrido durante esta operación.
- ✓ Utilizando una probeta graduada y un cronometro, determinar el tiempo necesario para completar un volumen definido sin reintegrar condensado a la columna. Este flujo corresponde a la operación a reflujo total.
- ✓ Con asesoría del encargado de dirigir la practica establecer un flujo de destilado que permita obtener una cantidad adecuada de datos; ya que si este flujo se ajusta muy alto el etanol presente en el sistema se agotará rápidamente y la rectificación no se hará convenientemente. Si se ajusta muy bajo sucederá lo contrario.
- ✓ Una vez se ha establecido el flujo de destilado, medir el tiempo necesario para completar un volumen definido, al cual se le medirá su temperatura y composición alcohólica mediante un alcoholímetro. Simultáneamente registrar las temperaturas de cima y fondos, presión del vapor de calefacción al calderín, presión del calderín, temperatura del condensado de vapor vivo y masa del condensado de vapor vivo.
- ✓ Continuar con el procedimiento anterior hasta que la concentración del destilado disminuya a un valor especificado por los practicantes.

Finalización

- ✓ Suspender el suministro de vapor al calderín.
- ✓ Cuantificar el volumen y composición del destilado final.
- ✓ Cuantificar el volumen y composición de los fondos.
- ✓ Cuantificar el volumen y composición del líquido retenido en la columna.

CÁLCULOS*Determinación de la Relación de Reflujo de Trabajo*

El flujo en la columna, cuando se opera a reflujo total, se obtiene cuantificando el tiempo necesario para completar un volumen de 1L, cerrando completamente la válvula de ingreso de líquido (reflujo) a la columna en la parte superior y abriendo totalmente la de destilado.

$$V_1 = \frac{1L}{t}$$

donde :

V_1 = Flujo volumétrico de destilado, en operación a reflujo total. (L/s)

t= tiempo necesario para completar un volumen de un litro, en operación a reflujo total. (s)

Una vez se ha establecido el flujo de destilado apropiado para la práctica, se cuantifica, nuevamente, el tiempo necesario para completar un litro de producto.

$$V_2 = \frac{1L}{t}$$

V_2 = Flujo volumétrico de destilado, con la relación de reflujo de trabajo. (L/s)

t= tiempo necesario para completar un volumen de un litro, con la relación de reflujo de trabajo.

La relación molar entre la corriente que se reintegra a la columna (reflujo) y la corriente que se obtiene como producto (destilado) se denomina relación de reflujo.

La relación de reflujo de trabajo será:

$$R = \frac{(V_1 - V_2)}{V_2}$$

*Balances de Materia**Balance Global de Materia:*

Masa.de.alimento.en.el.calderin = Masa.de.destilado + Masa.de.los.fondos + Perdidas

$$V_A * \rho_A = V_D * \rho_D + V_F * \rho_F + V_R * \rho_R + P$$

donde:

V_A = Volumen de la solución cargada en el calderín (L)

ρ_A = Densidad de la solución cargada en el calderín (L/kg)

V_D = Volumen de la solución obtenida como destilado final.(L)

ρ_D = Densidad de la solución obtenida como destilado final. (L/kg)

V_F = Volumen de la solución final en el calderín (L)

ρ_F = Densidad de la solución final en el calderín (L/kg)

V_R = Volumen de la solución retenida en la torre (L)

ρ_R = Densidad de la solución retenida en la torre (L/kg)

P = Perdidas globales del sistema. (kg)

NOTA: La determinación de las densidades de las diferentes soluciones puede hacerse experimentalmente, utilizando un picnómetro. O bien pueden consultarse en la bibliografía², previa determinación de la composición y la temperatura con ayuda de un alcoholímetro.

*Balance por Componente**Balance para el Etanol*

$$V_A * X_A * \rho_{EtOH} = V_D * X_D * \rho_{EtOH} + V_F * X_F * \rho_{EtOH} + V_R * X_R * \rho_{EtOH} + P_{EtOH}$$

Balance para el Agua

$$V_A * (1 - X_A) * \rho_{H_2O} = V_D * (1 - X_D) * \rho_{H_2O} + V_F * (1 - X_F) * \rho_{H_2O} + V_R * (1 - X_R) * \rho_{H_2O} + P_{H_2O}$$

donde:

V_A = Volumen de la solución cargada en el calderín (L)

X_A = Composición volumétrica de la solución cargada en el calderín (°GL)

V_D = Volumen de la solución obtenida como destilado final.(L)

X_D = Composición volumétrica de la solución obtenida como destilado final. (°GL)

V_F = Volumen de la solución final en el calderín (L)

X_F = Composición volumétrica de la solución final en el calderín (L/kg)

V_R = Volumen de la solución retenida en la torre (L)

X_F = Composición volumétrica de la solución retenida en la torre (L/kg)

P = Perdidas del sistema (kg)

ρ_{EtOH} = Densidad del etanol a la temperatura que corresponda.

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ = Densidad del agua a la temperatura que corresponda.

Energía Suministrada Al Calderín

La energía suministrada al calderín mediante el vapor de calefacción será:

$$Q = m * (H_V - H_L)$$

donde:

Q = Calor suministrado mediante el vapor.

M = Masa de Condensado del vapor vivo.

H_V = Entalpía del vapor saturado a la temperatura de salida del condensado.

H_L = Entalpía del líquido saturado a la temperatura de salida del condensado.

Elaboración de la Curva de Destilación.

Una columna de destilación intermitente puede operarse, dentro del esquema más general, de dos formas:

- ✓ A relación de reflujo constante.
- ✓ A composición de cima constante.

Por simplicidad, en la presente práctica se operará a relación de reflujo constante; razón por la cual la composición del destilado variara con el tiempo.

Es por esto que una vez establecida la relación de reflujo de trabajo y para un volumen y composición determinada del alimento resulta útil conocer como varia en forma instantánea la composición del destilado. Para obtener esta curva simplemente se gráfica, en las abscisas, el tiempo desde que se inicia la recolección de destilado y, en las ordenadas, la composición del destilado una vez se ha recolectado un volumen de un litro.

BIBLIOGRAFÍA

MacCabe, Warren & Otros. " *Operaciones Unitarias en Ingeniería Química* " Ed. Mc Graw Hill. Cuarta edición. Madrid. 1991

PERRY, Robert. " *Manual del Ingeniero Químico* ". Ed. Mc Graw Hill. Sexta Edición tomos I y V. Ciudad de México. 1992

TREYBAL, Robert E., " *Operaciones de Transferencia de Masa* ". Ed. Mc Graw Hill. Segunda Edición. Ciudad de México. 1995.