

## LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS

### APUNTES TEÓRICOS

#### EXPERIENCIAS: DESTILACIÓN BATCH, PUESTA A RÉGIMEN Y ALIMENTACIÓN LATERAL

La operación unitaria de destilación es un método que se usa para separar los componentes de una solución líquida, el cual depende de la distribución de componentes entre fases (líquida-vapor) y sus diferencias de volatilidades.

#### VOLATILIDAD RELATIVA

Es una medida numérica que representa la facilidad con la que una separación entre compuestos puede desarrollarse. Esta expresión se define bajo la siguiente expresión (Ec. 1):

$$\alpha_{ij} = \frac{y_i/x_i}{y_j/x_j} = \frac{y_i/x_i}{(1 - y_i)/(1 - x_i)} \quad \text{Ec. 1}$$

Donde  $\alpha_{ij}$  es la volatilidad relativa de i con respecto a j en el sistema binario.

Si el sistema obedece la ley de Raoult, adicionalmente la volatilidad se puede calcular por medio de la presión de vapor (Ec. 2):

$$\alpha_{ij} = \frac{P_i^v}{P_j^v} \quad \text{Ec. 2}$$

Donde la presión de cada componente puede obtenerse con la ecuación de Antoine (Ec. 3):

$$\log(P_i^v) = A_i - \frac{B_i}{T + C_i} \quad \text{Ec. 3}$$

Una de las variables más importantes cuando se habla de destilación es la composición del destilado (producto). Una forma sencilla de determinarla es mediante el uso de un refractómetro, que se basa en que la mezcla líquida refracta la luz de una manera distinta a la del agua pura. El índice de refracción luego se contrasta con una curva calibrada para el sistema en cuestión.

#### DESTILACIÓN FLASH

La destilación flash es uno de los procesos de separación más simples y comunes. En este proceso, parte de una corriente de alimentación se evapora en una cámara de evaporación instantánea (evaporador) para separar vapor y líquido en equilibrio mutuo. Por acción del vapor que fluye por un serpentín la mezcla se calienta hasta alcanzar la temperatura de ebullición, momento en que los vapores se elevan y pasan a un condensador que los devuelve al estado líquido y finalmente son recolectados normalmente en un estanque acumulador de productos. El componente más volátil se concentrará más en el vapor.

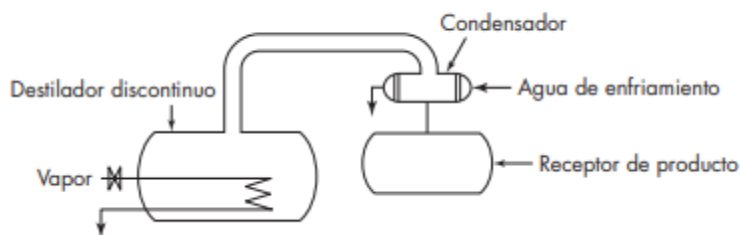


Figura 1. Diagrama destilación batch

Una forma sencilla de evaluar operacionalmente la destilación batch es mediante la Ecuación de Rayleigh (Ec. 4)

$$\ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = \frac{1}{\alpha_{ij} - 1} \ln\left(\frac{x_i[1 - x_{io}]}{x_{io}[1 - x_i]}\right) + \ln\left(\frac{1 - x_{io}}{1 - x_i}\right) \quad \text{Ec. 4}$$

Donde,  $L$  y  $L_0$  son la cantidad de líquido en el rehervidor al finalizar y comenzar la destilación, respectivamente;  $\alpha_{ij}$  es la volatilidad relativa promedio de las mezclas inicial y final que hay en el rehervidor;  $x_i$  es la fracción molar del componente de interés al finalizar la operación, así mismo,  $x_{io}$  es la fracción molar al inicio de la operación.

Durante la operación de destilación, el vapor que condensa en el rehervidor se pesa para poder determinar el gasto energético de la operación, sin embargo, cuando el condensado cae en el recipiente en que se colecta, parte de este se evapora (flashea), haciendo que al final de la operación el peso de condensado no sea el correcto debido a la pérdida de masa ocurrida por la evaporación. Es por eso que la masa de vapor condensado se multiplica con un factor de corrección que considera la masa de agua evaporada. Esto según la Ec. 5.

$$W_{real} = W_{pesada}(1 + V) \quad \text{Ec. 5}$$

Donde  $W$  es la masa de condensado y  $V$  es la masa de flasheo.

El flasheo se calcula haciendo un balance de energía sobre el recipiente de recepción de condensado (Ec. 6):

$$V = \frac{h^f - h^L}{H^v - h^L} \quad \text{Ec. 6}$$

Donde  $h^f$  es la entalpía de líquido a la presión de operación,  $h^L$  la entalpía de líquido a presión atmosférica y  $H^v$  la entalpía del vapor a presión atmosférica.

## COLUMNA DE DESTILACIÓN: PUESTA A RÉGIMEN

La destilación por etapas con reflujo se puede considerar desde un punto de vista simplificado como un proceso en el cual se lleva a cabo una serie de etapas de vaporización instantánea, de manera que los productos gaseosos y líquidos de cada etapa fluyen a contracorriente.

El líquido de una etapa se conduce o fluye a la etapa inferior y el vapor de una etapa fluye hacia arriba, a la etapa superior. Por consiguiente, en cada etapa entra una corriente de vapor,  $Y$ , y una corriente líquida,  $L$ , que se mezclan y alcanzan su equilibrio, y de dicha etapa sale una corriente de vapor y una corriente de líquido en equilibrio.

Para lograr hacer el análisis de Equilibrio Líquido Vapor, se aplica a Ley de Raoult (Ec. 7) y la Ley de Henry (Ec. 8):

$$y_i \cdot P = x_i \cdot P_i^v \quad \text{Ec. 7}$$

$$y_i P = x_i H_i \quad \text{Ec. 8}$$

Donde  $x_i$  es una fracción mol de fase líquida,  $y_i$  es una fracción mol de la fase vapor,  $P_i^v$  es la presión de vapor de las especies puras  $i$  a la temperatura del sistema y  $H_i$  es la constante de Henry.

Si el producto valioso es el más volátil, se obtendrá por el tope de la columna, si dicha operación se lleva a cabo a temperaturas relativamente altas (más cercana al punto de ebullición del menos volátil) el producto de tope no será de la mejor calidad debido al arrastre del componente más pesado (menos volátil). Se dice entonces que una columna de destilación está en régimen cuando el plato 1 (tope de la columna) está un poco por encima de la temperatura de ebullición del componente clave, ya que todos los platos inferiores estarán a mayor temperatura, como se muestra en la Figura 2.

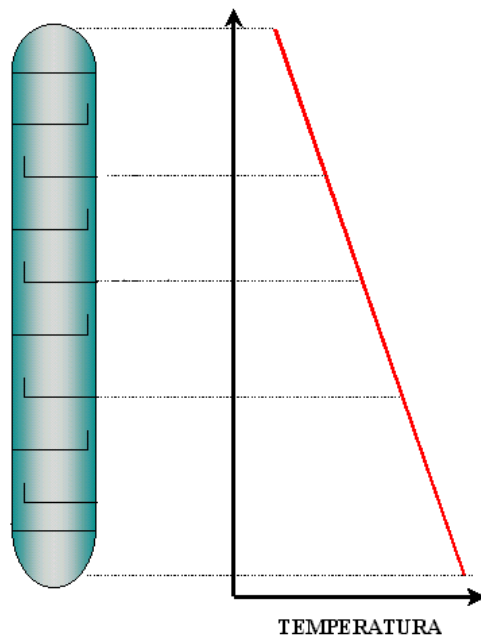


Figura 2. Perfil de Temperatura en torre de destilación

Respecto a la presión de vapor, es recomendable que sea suficiente para no generar una ebullición violenta en el rehervidor que podría elevar de golpe la temperatura de la columna, haciendo más difícil luego bajarla, mientras, forma de manipular la temperatura del producto a circular es mediante el flujo de agua que se alimenta a los condensadores: un mayor flujo de agua condensará un producto más frío.

### ALIMENTACIÓN LATERAL

En este régimen de operación, la mezcla de alimentación se introduce en un plato central dentro de la cascada vertical de etapas.

Uno de los métodos más comunes para calcular una torre de destilación es el método gráfico de McCabe-Thiele (ver Fig. 3), que permite calcular la cantidad ideal de platos para llevar a cabo la operación de destilación. Para aplicar el método es necesaria la construcción de distintas curvas que se basan en las condiciones de operación de la torre:

- Curva diagonal: se construye en base a una proporción 1:1 entre las fracciones de los componentes.
- Curva de equilibrio: se genera con los valores de equilibrio del sistema binario que se esté analizando
- Curva de operación superior: se traza desde la composición de destilado  $X_D$ . La pendiente de la curva está dada por (Ec. 9):

$$m = \frac{R}{R + 1} \quad \text{Ec. 9}$$

- Curva de alimentación: para la construcción de esta curva se debe considerar la siguiente expresión (Ec. 10):

$$y = \frac{q}{q-1} \cdot x - \frac{z_f}{q-1} \tag{Ec. 10}$$

Donde  $q$  es la calidad térmica de la alimentación y  $z_f$  es la fracción de metanol en la mezcla de alimentación. Se tendrá que  $q > 1$  si la alimentación es líquido sub enfriado,  $q = 1$  si es líquido saturado,  $0 < q < 1$  si es una mezcla líquido-vapor,  $q = 0$  si es vapor saturado y  $q < 0$  si es vapor sobre calentado.

Para los casos de líquido sub enfriado y vapor sobre calentado,  $q$  se calcula según las Ec. 11 y Ec. 12 respectivamente.

$$q = 1 + \frac{c_{pL}(T_b - T_f)}{\lambda} \tag{Ec. 11}$$

$$q = - \frac{c_{pV}(T_f - T_b)}{\lambda} \tag{Ec. 12}$$

Donde  $c_{pL}$  es el calor específico del líquido,  $c_{pV}$  es el calor específico del vapor,  $T_b$  la temperatura del punto de burbuja,  $T_f$  la temperatura de alimentación y  $\lambda$  el calor de vaporización.

- Curva de operación inferior: es una proyección desde  $x_w$  sobre la diagonal hasta la intersección de la curva de alimentación con la curva de operación superior.  $x_w$  corresponde a la composición residual del líquido.

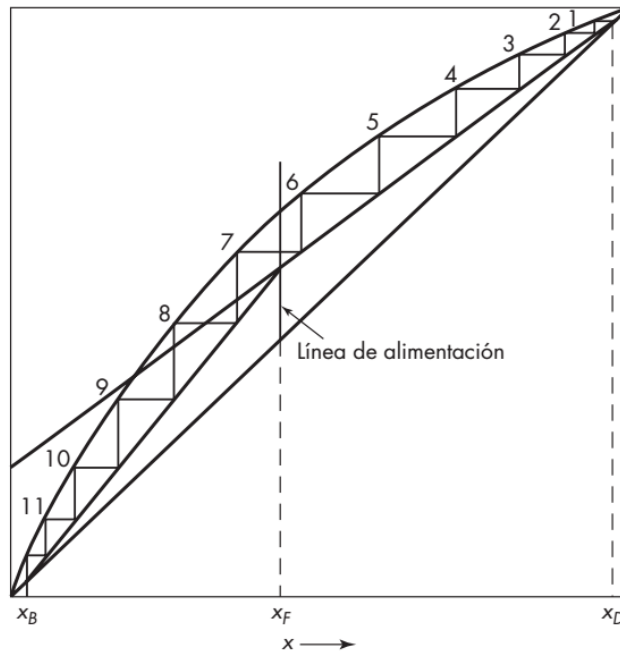


Figura 3. gráfico McCabe-Thiele

Este método permite obtener el número ideal de platos, por lo que el número real se obtiene mediante la eficiencia de los platos, como muestra la Ec. 13.

$$N_R = \frac{N_i}{\eta} \quad \text{Ec. 13}$$

Donde  $N_R$  es el número real de platos,  $N_i$  es el número ideal de platos y  $\eta$  es la eficiencia de los platos.

## ANÁLISIS ENERGÉTICOS

El condensador de un sistema de destilación utiliza agua como medio de refrigeración y este sufre un cambio de temperatura durante la operación, es decir, absorbe energía de los vapores condensados. En general, podemos decir que el calor absorbido por el condensador puede calcularse según la Ec. 14.

$$Q_c = m_{agua} \cdot c_{p_{agua}} \cdot \Delta T \quad \text{Ec. 14}$$

Donde  $Q_c$  es el calor absorbido por el condensador,  $\dot{m}$  es caudal masico de agua que circula por el condensador,  $c_p$  es la capacidad calorífica del agua y  $\Delta T$  es la diferencia en la temperatura de entrada y salida del agua en el condensador.

Es importante señalar que los cálculos de energías dentro de la operación de destilación pueden incurrir errores ya que, para medir en este caso la masa de agua y las temperaturas, se utilizan instrumentos que tienen cierto grado de incertidumbre. Es por lo anterior que se debe hacer un análisis del error del resultado. Entonces, derivamos la Ec. 8 quedando la Ec.15.

$$dQ_c = d(m_{agua} \cdot c_{p_{agua}} \cdot (T_2 - T_1)) = dm_{agua} \cdot c_{p_{agua}} \cdot (T_2 - T_1) \quad \text{Ec. 15}$$

Finalmente, el calor absorbido por el condensador queda de la siguiente manera:

$$Q_{c,TOTAL} = Q_c \pm dQ_c$$

En el caso del rehervidor, esta entrega calor a través del vapor que circula por el serpentín. La energía entregada por el rehervidor se calcula considerando el calor de condensación del vapor a la presión de vapor:

$$Q_R = W_{condensado} \cdot \lambda$$

$$dQ_R = dW \cdot \lambda + W \cdot d\lambda$$

$$Q_{R,TOTAL} = Q_R \pm dQ_R$$

Para el caso particular de  $d\lambda$ , este se obtiene por la diferencia de valores que se encuentran en las tablas de vapor. Por ejemplo, supongamos que la presión de vapor de operación fue de 24.7 [psi] el cual tiene asociado un calor de condensación de 952.6 [BTU/lb], el valor anterior de presión de la misma tabla de vapor es de 22.7 [psi] y tiene asociado un calor de condensación de 955.55 [BTU/lb], luego se restan ambos valores obteniendo que  $d\lambda = 2.95$  [BTU/lb].

## REFERENCIAS

1. *Mecánica de fluidos*. **Robert Mott**. 7ma Ed.
2. *Unit Operations in Chemical Engineering*. **Warren McCabe**. 5ta Ed.
3. *Perry's Chemical Engineers Handbook*. **Robert Perry**. 7ma Ed.
4. *Procesos de transporte y operaciones unitarias*, **Christie Geankoplis**, 3ra Ed.
5. *Mecánica de fluidos*. **Yunus Cengel**. 1ra Ed.
6. *Fluid Mechanic for Chemical Engineers*, **Noel de Nevers**, 2da Ed.

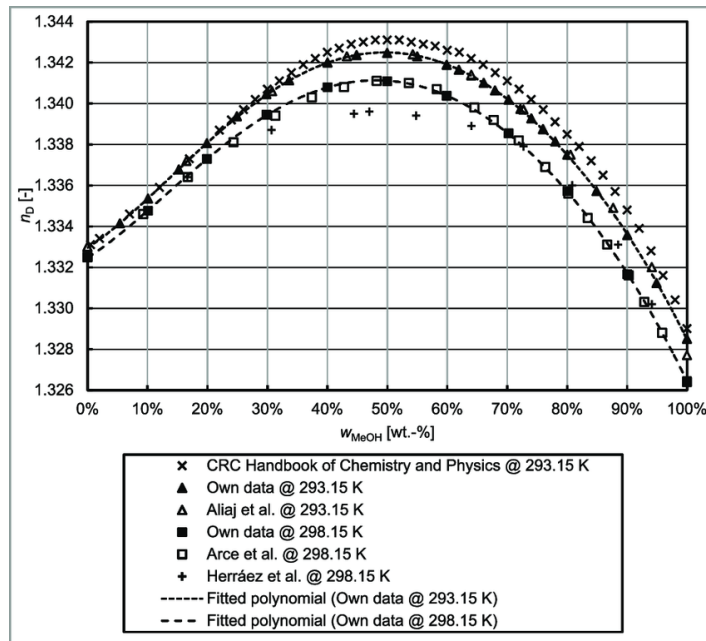
## ANEXO 1

Equilibrio Líquido-Vapor Sistema binario Metanol-Agua. Fuente: *Distillation Equilibrium Data*, **Ju Chin Chu & Robert Getty**.

SYSTEM 90-A		References 20, 25, 101	
(A) Methanol CH <sub>4</sub> O		(B) Water H <sub>2</sub> O	
Liquid (A)	Mole % in Vapor (A)	Temp. °C	Pressure mm. Hg
0.0	0.0	100.0	760
2.0	13.4	96.4	
4.0	23.0	93.5	
6.0	30.4	91.2	
8.0	36.5	89.3	
10.0	41.8	87.7	
15.0	51.7	84.4	
20.0	57.9	81.7	
30.0	66.5	78.0	
40.0	72.9	75.3	
50.0	77.9	73.1	
60.0	82.5	71.2	
70.0	87.0	69.3	
80.0	91.5	67.6	
90.0	95.8	66.0	
95.0	97.9	65.0	
100.0	100.0	64.5	

**ANEXO 2**

Índice de refracción de mezcla metanol-agua. Fuente: <https://www.researchgate.net/>



**ANEXO 3**

Diagrama de proceso de destilación típico. Fuente [2].

