

GUÍA DESTILACIÓN INTERMITENTE



ALEJANDRO ANTOLINES
MARCELO GUANCHA
DIANA ROMERO
ALEJANDRA MUÑOZ
ANDREA GONZALEZ
ANDREA MARCELA ARIAS
CAMILO ANDRÉS CRUZ
EDWIN RODOLFO MATEUS
HÉCTOR FABIO LOZANO
ANGELA TATIANA LUENGAS

INGENIERO
MILTON FORERO

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
FACULTAD DE INGENIERÍA
LABORATORIO UNITARIAS III
BOGOTÁ
2003

OBJETIVOS

Objetivo General

- El objetivo de esta guía es dar a conocer el equipo de destilación intermitente que se encuentra en los laboratorio de Ingeniería Química (LIQ), Universidad Nacional de Colombia

Objetivos Específicos

- Familiarizarse con el equipo utilizado para realizar la destilación intermitente
- Comprender el funcionamiento de las diferentes partes que lo conforman
- Conocer la forma correcta de ponerlo en marcha.

MARCO TEÓRICO

Las separaciones en las cuales el alimento y ambos productos se cargan y se retiran por lotes casi siempre involucran dos fases hacia el equilibrio. Si se logra el equilibrio entre los productos, el análisis de la separación es enteramente análogo a la correspondiente separación en flujo continuo, estado estable y equilibrio simple. De hecho, se logra una separación idéntica. La destilación intermitente es utilizada en algunas plantas pequeñas para recuperar productos volátiles a partir de soluciones líquidas. La solución se alimenta en un calderín al cual se suministra calor hasta que el líquido comienza a ebullición y se vaporiza parte de la solución alimentada. El vapor producido en el calderín puede condensarse inmediatamente o puede rectificarse por medio de una columna, ya sea de platos o empacada, para luego si condensarse y recoger el producto rico en el componente más volátil.

La destilación discontinua utiliza una columna de rectificación con reflujo para mejorar la eficacia del destilador en las situaciones en las que la volatilidad relativa no es lo suficientemente grande como para obtener una buena separación. De esta manera, la columna puede ser operada de diferentes maneras: a reflujo constante y composición variable de destilado o a reflujo variable y composición del destilado constante.

En cualquiera de los casos anteriores, el vapor producido en el calderín en un determinado momento está en equilibrio con el líquido del mismo; sin embargo, debido a la disminución del componente más volátil en el calderín, la composición del vapor varía de acuerdo con el equilibrio, haciendo que, además de la variación de la composición a través de las etapas, se presente también variación en el tiempo. Rayleigh desarrolló una ecuación que permite calcular el cambio en las composiciones a través del tiempo.

Si V son los moles de vapor y M los moles de líquido en el calderín, x la fracción molar del componente más volátil en el líquido y y la fracción molar del mismo componente en el vapor, un balance de materiales dará:

$$-y dV = d(Mx)$$

Puesto que $dV = -dM$, la sustitución y la expansión dan:

$$y dM = Mdx + xdM$$

Al reacomodar e integrar se obtiene:

$$\ln \frac{M_i}{M_f} = \int_{x_i}^{x_f} \frac{dx}{y-x} \quad (1)$$

En donde el subíndice i representa la composición inicial y f , la final del calderín; y es la composición del destilado.

Por otra parte, vale la pena recordar la aproximación de McCabe Thiele para el cálculo de una columna de destilación en multietapa. Para muchos sistemas, la variación del calor molar de

vaporización es aproximadamente constante de manera que si se condensa un mol de vapor se proporcionará la energía para evaporar un mol de líquido, lo cual resulta en una relación entre el flujo de líquido y vapor constante en cada sección de la columna, y en una línea de operación recta, de manera que esta puede determinarse conociendo solamente dos puntos de la misma. Además, el método supone que no hay pérdidas de calor y que no hay efectos de calor de solución ni calor sensible.

El balance de materia de componente para las etapas es:

$$y_n = (L/V)x_{n+1} + (Dx_D / V)$$

En donde las composiciones y y x tienen los subíndices que corresponden a las etapas, pero L y V deben identificarse solo como los flujos molares de la sección de enriquecimiento o, bien, de la de despojamiento.

La relación de reflujo mínimo se calcula gráficamente sobre la curva de equilibrio, en la cual, partiendo de la composición del destilado deseada sobre la línea de 45° se traza una línea recta hasta la composición de la mezcla inicial, pero en condiciones de equilibrio. La pendiente de esta línea recta corresponde al $(L/V)_{\min}$, condición en la cual se requerirían infinitas etapas para la operación.

Haciendo el balance alrededor del condensador se obtiene la relación de reflujo mínimo:

$$V = L + D$$

$$R = L/D$$

$$L/V = R/(R+1)$$

$$R_{\min} = \frac{(L/V)_{\min}}{1 - (L/V)_{\min}}$$

La operación se realiza esencialmente entre 1.5 y 10 veces la relación de reflujo mínima.

Ahora, es necesario establecer un balance general de componente para determinar la composición acumulada promedio del destilado, que es sin lugar a dudas la razón de ser de la operación de separación:

$$x_D = \frac{M_i x_{pi} - M_f x_{pf}}{M_i - M_f}$$

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

• Calderín

Es un tanque cilíndrico de fondo semiesférico, de 0.60 m de diámetro y 0.65 m de altura, con una capacidad aproximada de 100 litros. Su material es de cobre recubierto de lana de vidrio y lona. En su parte exterior se encuentra ubicado un tubo medidor de nivel. El vapor vivo ingresa al calderín por medio de una tubería aislada con fibra de vidrio y forrada con un material plateado, en esta tubería se encuentra ubicado un manómetro y una válvula de seguridad. En la parte superior se encuentra una boquilla con tapa de rosca por la cual se introduce el alimento. También se encuentra un tubo que comunica el condensador con el calderín por el cual fluye vapor condensado de la torre.

En la parte inferior se encuentra una válvula para desalojar el contenido del tanque; así mismo se tiene una tubería que comunica con una trampa de vapor y posteriormente con un tubo por medio del cual se recoge el vapor condensado en un recipiente, para así cuantificar su consumo durante la operación. En la parte superior del rehervidor se encuentra un manómetro el cual permite conocer la presión en el interior.

• Columna de destilación

Es una columna de platos de 4.66 m de longitud, con caperuzas de burbujeo de 3.6m de altura y diámetro exterior de 26 cm, se encuentra a 1.80m del piso. Cuenta con tres secciones de 0.80m y una de 1.20m, cada una de estas secciones tiene 5 platos completando un total de 20. En cada uno de estos se localiza una válvula que permite la toma de muestras.

Características de los platos:

1. Diámetro: 20 cm.
2. Altura de vertedero: 4.96 cm.
3. Nivel de líquido en el plato: 2.47 cm.
4. Separación entre platos: 15.40 cm.
5. Número de caperuzas: 3.
6. Diámetro del tubo de descenso: 2.95 cm.

A 0.45 m de la base de la torre, se encuentra un tubo indicador de nivel y un termómetro cuya escala va de 0 °C hasta 50 °C. En la parte superior se encuentra otro termómetro cuya escala va de 0 °C hasta 300 °C.

• Condensador

Localizado en la cima de la columna de Destilación, es un intercambiador de Tubos y Coraza de cobre en contracorriente 1-1, un paso por la coraza (agua de enfriamiento) y uno por los tubos (vapor). En la parte inferior se encuentra la válvula de entrada de agua.

• Trampa de Vapor

Es una trampa de vaso invertido ubicada en una línea que sale de la parte inferior del calderín y dirige el paso del vapor condensado en éste, a una tubería que posteriormente termina en un recipiente de recolección colocado sobre una báscula para determinar el consumo de vapor a lo largo de la práctica.

✓

- **Manómetro en "U"**

Se encuentra localizado en la pared y mide la caída de presión en el medidor de orificio, el cual permite graduar y verificar el caudal de agua que fluye al condensador. Tiene una altura de 35 cm y sus unidades son cm Hg.

- **Manómetros de Carátula**

El equipo posee dos de estos manómetros. Uno registra la presión del vapor proveniente de la caldera a la entrada del calderín y el otro la presión dentro de éste. El intervalo de medida es de 0 a 60 psi. con una precisión de 1 psi.

- **Termómetros de Carátula**

Se dispone de 3 termómetros. Uno localizado en la parte inferior de la torre y posee un intervalo de medida de 0 a 50 °C con una precisión de 1°C; el siguiente está ubicado en la cima de la columna y registra de 0 a 300 °C con una precisión de 5°C; el último se encuentra en la parte inferior del calderín en la línea que conduce el vapor condensado y características similares al anterior.

- **Descripción de las Válvulas**

Las válvulas existentes en el equipo de destilación intermitente son 18, sin tener en cuenta las encontradas en cada uno de los 20 platos para realizar la toma de muestras y el drenado. Un breve inventario se encuentra a continuación:

Entrada de agua para el lavado del calderín.

Desalojo del calderín.

Salida del residuo del calderín.

Desagüe del calderín.

Desagüe de la torre.

Paso del vapor de la columna al condensador.

Entrada de vapor al condensador proveniente del calderín.

Salida del destilado proveniente del condensador.

Reflujo hacia la torre.

Alimentación a la torre.

Paso del líquido de la torre hacia el calderín.

Entrada de vapor al calderín.

Salida del vapor del calderín.

Nivel de carga del calderín.

Nivel de carga de la torre.

Controla la entrada de agua al condensador.

Toma de muestra en cada plato. (Realmente son 20 válvulas, una por cada plato de la torre).

MATERIALES

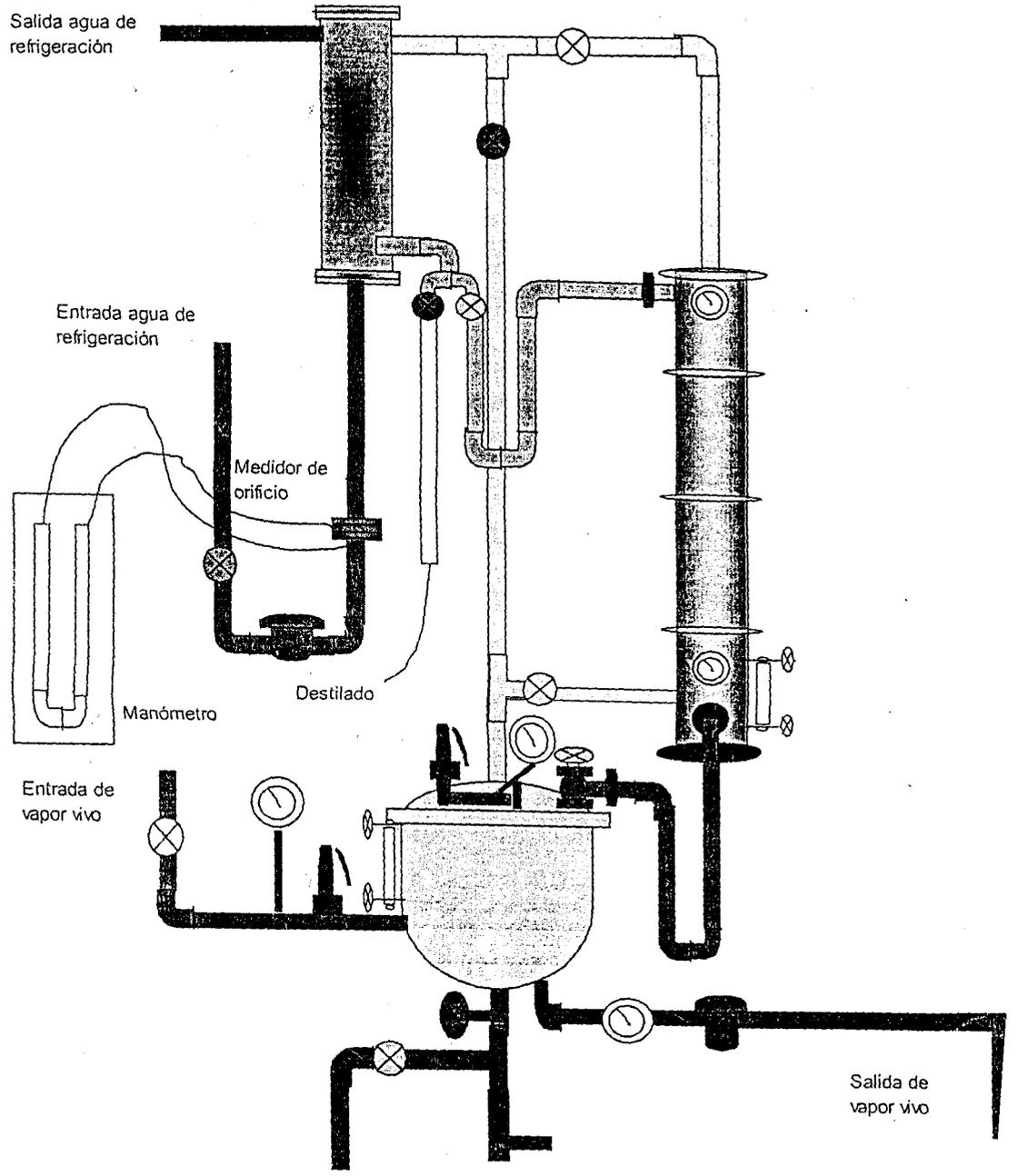
- Alimento al calderín: una solución de etanol-agua de concentración conocida.
- 4 baldes
- 31 probeta de 1000 mL.
- 2 Cronómetros

- 2 Termómetros
- Guantes *
- Llave expansiva de 16"
- 1 Alcoholímetro
- 1 Refractómetro (Lab. Termodinámica)
- 20 envases con tapa para recoger muestras
- Cinta de enmascarar y marcador para la rotulación de las muestras.
- Embudo
- Báscula
- Caneca
- Picnómetro
- Balanza Analítica

Servicios Auxiliares

- Vapor de Agua
- Agua de enfriamiento

DIAGRAMA DEL EQUIPO



PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Preparación

- Inspeccionar el equipo, asegurándose que se encuentre apagado y sus válvulas cerradas. Identificar las partes e instrumentos descritos constituyentes de la unidad, las válvula, ductos y servicios que manejan y transportan.
- Desocupar el calderín, y de ser necesario lavarlo. De igual manera desocupar el líquido que se encuentre dentro de la columna y drenar el líquido presente en los platos.
- Solicitar los elementos necesarios para la práctica. Determinar el volumen, composición y temperatura de la mezcla alcohólica de alimentación al calderín, utilizando el equipo proporcionado.
- Cargar la mezcla al calderín utilizando un embudo colocado en la boca de alimentación. Cerrar el calderín y apretar la tapa con la llave expansiva de 16" , si es posible sellar con aislante.
- Al final de la línea de recolección de condensado de vapor vivo colocar una báscula y una caneca. Si es necesario, se debe tarar la báscula.

Arranque: Operación a Reflujo Total

- Abrir las siguientes válvulas: válvula de entrada del vapor proveniente del calderín a la torre de platos, válvula de entrada del líquido proveniente de la torre al calderín; válvulas de suministro y salida de agua al condensador, válvulas de nivel en el calderín y en la torre.
- Purgar la línea de vapor vivo abriendo la válvula de salida del condensado del vapor vivo y la válvula que permite la entrada del vapor al calderín, hacerlo lentamente para que el manómetro no se desestabilice.
- La presión en el suministro de vapor recomendada es entre 5 - 10 psig, y la caída de presión en el condensador debe estar alrededor de 5 cm de Hg.
- Inicialmente, se trabajará a reflujo total. Para ello es necesario cerrar la válvula de salida del destilado proveniente del condensador y abrir la válvula que permite el paso del reflujo a la torre. Se debe verificar que el equipo esté destilando, para esto es necesario dejar caer unas gotas de destilado antes poner reflujo total.
- Una vez iniciado el suministro de vapor al sistema, observar la temperatura tanto de la base como en la cima de la columna. Cuando se logre que las temperaturas de la columna sean constantes manteniendo en la parte inferior 92°C y en la superior 72°C se habrá logrado estabilizar la columna. Se procede a tomar muestras de cada plato en frascos plásticos con tapa marcados sobre cinta de enmascarar; con el número de plato del cual se recolecta la muestra. Determinar densidad e índice de refracción.

- Abrir la válvula de destilado y cerrar la de reflujo, leer el volumen recogido por unidad de tiempo para calcular el valor del reflujo total de operación.

Operación a Reflujo Constante

- Con asesoría del encargado de dirigir la práctica 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.
- Para realizar la medición de la relación de reflujo establecida se sigue el siguiente procedimiento:
- En forma rápida se cierra la válvula del reflujo hacia la torre y se abre la válvula de salida del destilado proveniente del condensador completamente, es decir trabajando a reflujo cero, se recoge el destilado en un determinado tiempo (R_T). Luego se abre la válvula de reflujo a la torre y se recoge el destilado proveniente del condensador en un intervalo de tiempo igual al utilizado en el paso anterior (R_8). De acuerdo a esto, la relación de reflujo será:

$$R_T = R + R_8 \longrightarrow R = R_T - R_8$$

- Una vez se ha establecido el flujo de destilado, tomar datos cada 20 minutos aproximadamente:
 - Muestra de destilado.
 - Muestra de líquido en el calderín.
 - Peso de la báscula con vapor condensado.
 - Determinar el índice de refracción y la densidad a cada muestra.
- Tomar muestras de cada uno de los platos una vez estabilizado el sistema al reflujo de operación, determinando densidad e índice refracción, para así establecer un perfil de cada uno de ellos.
- La operación se finaliza en el momento en que la concentración del destilado disminuya a un valor especificado por los practicantes.

Parada

- Cerrar la válvula de suministro de vapor, la de alimentación a la torre y la de destilado.
- Medir el volumen del destilado final, de los fondos y del líquido retenido en la columna. Tomar una muestra de destilado y de fondos para determinar el índice de refracción y densidad.
- De igual manera medir la concentración de destilado final, fondos y líquido retenido en la columna. De acuerdo con estas realizar el balance de materiales. Necesariamente estas mediciones serán realizadas en frío, puesto que el alcoholímetro esta calibrado para sumergirlo en soluciones que estén a 20 C.

- Pesar el volumen de condensado y cerrar por último la válvula de suministro de agua al condensador.

Precauciones

- Abrir lentamente y muy poco la válvula que da paso al vapor al calderín, porque el manómetro comienza a oscilar rápidamente.
- El nivel del calderín no debe ser superior a 80 litros ni inferior a 40 litros, para lograr buenos resultados y para evitar daños en el equipo ya que se recomienda utilizar un volumen mayor al 40 % del volumen total del recipiente que se está calentando por medio de una chaqueta.

BIBLIOGRAFÍA

- ❖ TREYBAL, R. Mass Transfer Operations. 3rd ed. McGraw-Hill, NY, NY, USA. 1981.
- ❖ McCABE, W. et al. Operaciones Básicas en Ingeniería Química. 4ª ed. McGraw-Hill, Madrid, España, 1999.
- ❖ PERRY R., et al. Manual del Ingeniero Químico. México D.F., 5º ed., edit. McGraw-Hill, 1984. Vol. 2, p. 13-54 a 13-60
- ❖ RODRÍGUEZ Gustavo, ROSAS Juan Carlos. Destilación guía tutorial. Proyecto de grado para obtener el título de Ingeniero Químico. Universidad Nacional. 1999