

PRÁCTICA TM-DDI-CyTA
Destilación discontinua

ÍNDICE

1. OBJETIVO	1
2. FUNDAMENTO TEÓRICO	1
2.1 Factores que intervienen en la separación	3
2.1.1 Volatilidad relativa	3
2.1.2 Razón de reflujo	3
2.1.3 Método de contacto	4
2.2 Rectificación discontinua	5
2.2.1 Cálculo del número de pisos teóricos	6
3. INSTALACIÓN EXPERIMENTAL	8
3.1 Descripción del equipo	8
3.2 Funcionamiento del equipo	9
3.2.1 Verificación del equipo	9
3.2.2 Operación de la columna de destilación discontinua	9
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	10
5. APÉNDICE	11
6. BIBLIOGRAFÍA	11

1. OBJETIVO.

El objetivo de la práctica consiste en realizar una rectificación discontinua de una mezcla binaria etanol - agua. Con dicha mezcla, se llevarán a cabo ensayos de rectificación a temperatura de destilado y razón de reflujo constante.

2. FUNDAMENTO TEÓRICO.

Se define la destilación en general como la separación de una mezcla líquida en fracciones por vaporización parcial de la misma, sobreentendiéndose que la fracción vaporizada se condensa y se recupera como líquido.

En la industria alimentaria la destilación se utiliza principalmente en la concentración de aceites esenciales, aromas y bebidas alcohólicas, y en la desodorización de grasas y aceites.

La destilación se puede efectuar en general de dos formas (Figura 1):

- Destilación simple (Figura 1a y 1b): cuando el vapor producido se extrae directamente, sin que haya enriquecimiento del mismo en el componente volátil por contacto con el líquido.
- Destilación con enriquecimiento de vapor (Figura 1c y 1d): el vapor producido se enriquece en componente volátil por contacto con el líquido procedente de la propia condensación antes de ser extraído.

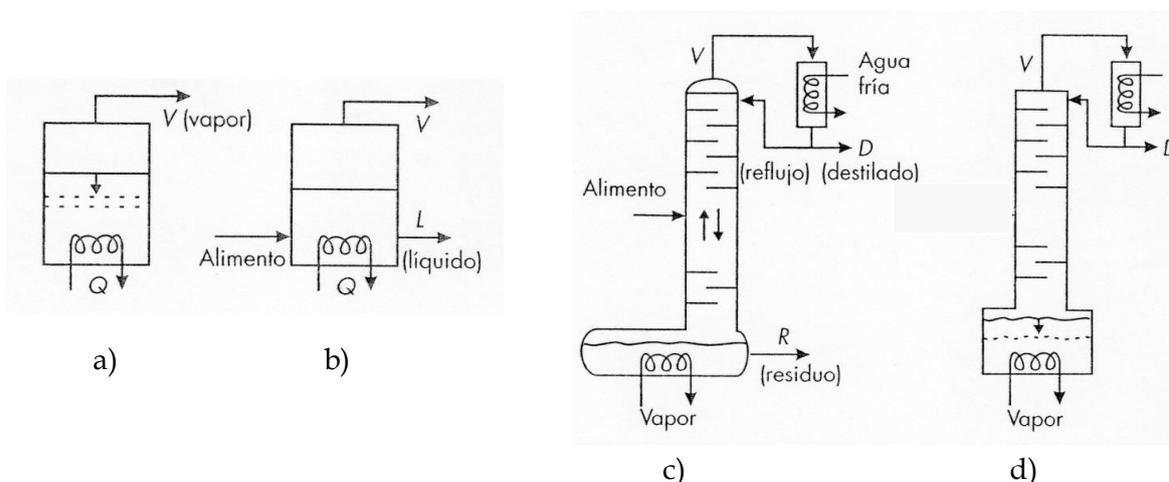


Figura 1. Diferentes tipos de destilación: a) simple discontinua, b) simple continua, c) rectificación continua, d) rectificación discontinua.

Ambos tipos de destilación pueden realizarse de forma continua (Figura 1b y 1c) o por cargas (discontinua) (Figura 1a y 1d). Ejemplos de destilación simple los constituyen la destilación en un matraz de laboratorio, la destilación súbita etc. La destilación con enriquecimiento de vapor realizada en la industria, conocida como rectificación, consiste en la separación de los componentes de una mezcla líquida mediante vaporizaciones y condensaciones sucesivas de la misma a lo largo de una columna (columna de rectificación) en la que se ponen en contacto el vapor ascendente y el líquido descendente, procedentes de la mezcla inicial, con objeto de favorecer la transferencia de los componentes más volátiles del segundo al primero.

En la operación de rectificación, la fuerza impulsora que determina la transferencia de los componentes de una fase a otra es la diferencia de concentración de los componentes en ambas fases, determinada por el valor del cociente (y/x). Siendo x e y las fracciones molares del compuesto más volátil en las fases líquido y vapor, respectivamente. La transferencia de materia por vaporización o condensación de los componentes proseguirá, si el contacto entre las fases es suficientemente bueno, hasta que se alcanza el equilibrio a esa temperatura ($K(T) = y_e/x_e$), anulándose en ese momento la fuerza impulsora.

Se toma una sección de una columna de pisos (Figura 2). En el piso 2 se ponen en contacto un vapor V_1 de composición y_1 que viene del piso primero, y un líquido L_3 de composición x_3 que procede del piso tercero. Evidentemente x_3 es mayor que x_1 , por lo que no puede estar en equilibrio con y_1 . El conjunto de vapor V_1 y del líquido L_3 da en el piso 2 una mezcla de composición x_2 que se desdobra en un vapor V_2 y un líquido L_2 , ambos en equilibrio.

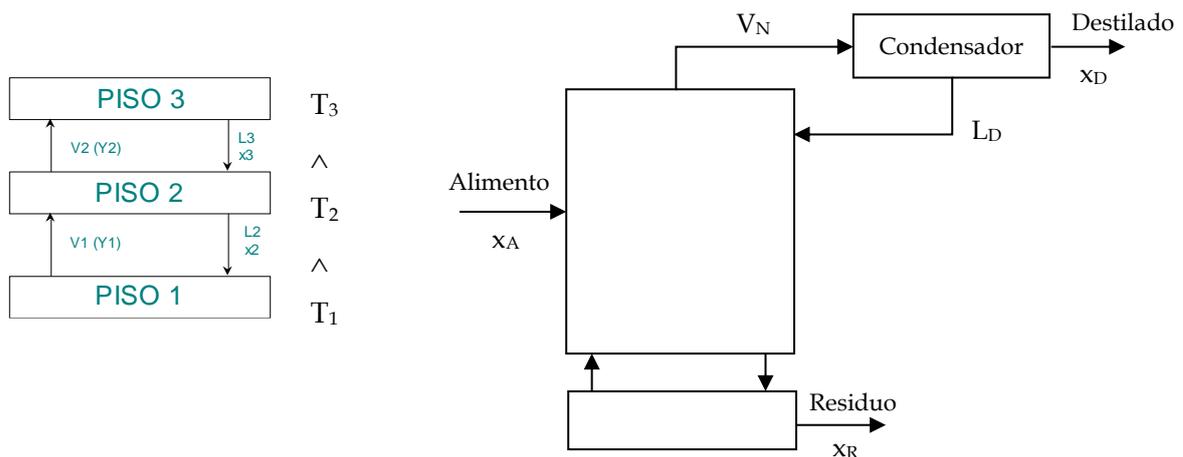


Figura 2. Sección de una columna de pisos

En el diagrama T-x-y puede seguirse la evolución de composiciones de los distintos pisos, cuyas temperaturas disminuyen, como es natural, a medida que se asciende desde la caldera al condensador.

2.1 Factores que intervienen en la separación.

2.1.1 Volatilidad relativa.

La volatilidad relativa de un componente respecto a otro se define como el cociente entre las fracciones molares de los compuestos a separar en cada una de las fases :

$$\alpha_{i,j} = \frac{y_i / x_i}{y_j / x_j} \quad [1]$$

donde:

(x_i, x_j) son las fracciones molares de los compuestos i y j en la fase líquida.

(y_i, y_j) son las fracciones molares de los compuestos i y j en la fase vapor.

Cuanto más alejado esté el valor de α_{ij} de la unidad, mejor será el grado de separación.

2.1.2 Razón de reflujo.

Se llama razón de reflujo a la relación entre el caudal de líquido que se devuelve a la columna como reflujo y el que se extrae como destilado, pudiendo expresarse de dos formas:

- Razón de reflujo interna:

$$\frac{L_D}{V_N} = \frac{L_D}{L_D + D} = \frac{L_D/D}{(L_D/D)+1} \quad [2]$$

- Razón de reflujo externa:

$$\frac{L_D}{D} = \frac{L_D/V_N}{1 - (L_D/V_N)} \quad [3]$$

La columna rectifica gracias al reflujo, el cual hace posible el enriquecimiento del vapor que asciende. Al aumentar la razón de reflujo disminuye el número de etapas necesario para una separación dada, aunque obteniéndose una menor producción de destilado. Un valor mínimo de la razón de reflujo dará lugar al máximo número de pisos teóricos necesarios para llevar a cabo la separación (número de pisos infinito) mientras que una razón de reflujo máxima (reflujo total) implicará el mínimo número de pisos necesario para la separación.

Así pues, al aumentar la razón de reflujo mejora la calidad de la separación. Sin embargo, para un mismo caudal de destilado, una razón de reflujo alta supone una mayor cantidad de líquido que debe vaporizarse en la caldera, lo cual aumenta el coste de energía para la calefacción. Un balance económico nos dará, en cada caso, la razón de reflujo óptima.

2.1.3 Método de contacto.

La separación depende del tipo de contacto líquido-vapor que se produzca en la columna: pisos de burbujeo (campanas, perforados, válvulas, etc.) o relleno.

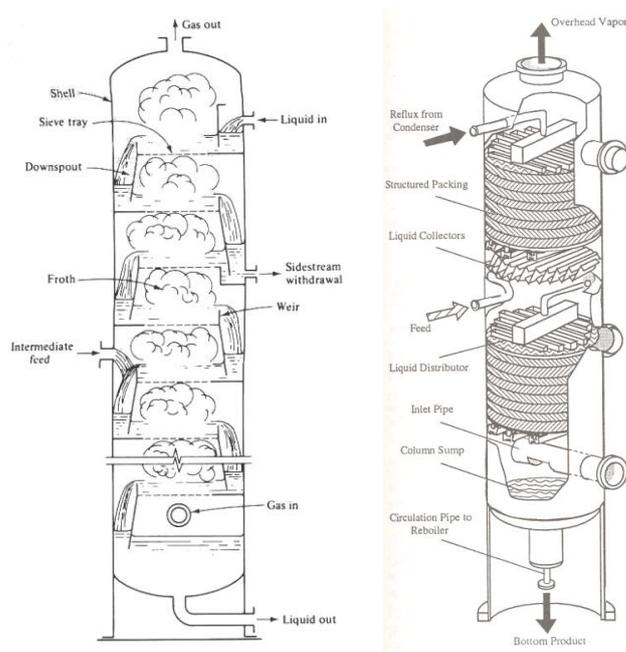


Figura 3. (a) Columna de pisos, (b) Columna de relleno.

Si se trata de una columna de pisos (Figura 3.a), cuanto mayor sea la altura de líquido en cada piso, mejor será el contacto, pero también será mayor la pérdida de carga del gas al atravesar la columna. Así, el diseño del piso en una columna de rectificación se basará en establecer un compromiso entre la calidad del contacto y la pérdida de carga a lo largo de la columna.

En el caso de columnas de relleno (Figura 3.b), el objetivo de éste es favorecer la turbulencia de los fluidos, y por tanto mejorar la transferencia de materia. Con el fin de que el relleno se disponga lo más aleatoriamente posible, se diseña con formas tales que se adosen los materiales de relleno unos a otros dejando pequeños huecos entre ellos (Figura 4). Antes de 1915 se utilizaba como relleno trozos de coque, vidrio o cerámica con formas al azar. El desarrollo de los anillos Rasching dio algo de normalización a esta industria, siendo el relleno más ampliamente utilizado hasta 1965, en que se empezaron a desarrollar los anillos Pall, junto con formas más elaborados.

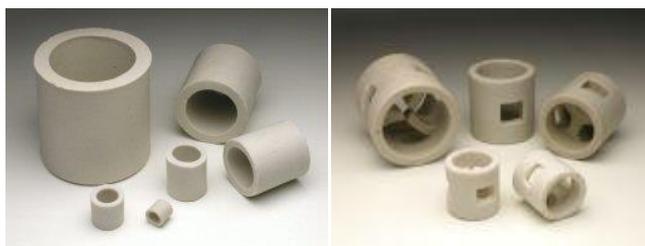


Figura 4. Anillos Rasching y anillos Pall

2.2 Rectificación discontinua

Generalmente, el proceso de rectificación se realiza de forma continua. Sin embargo, para operaciones a pequeña escala, se puede emplear la rectificación discontinua o por cargas. En este tipo de rectificación, el alimento se introduce una sola vez en el calderín del equipo y durante la operación se retira de forma continua el destilado.

El esquema general de una columna de rectificación discontinua se indica en la Figura 5.

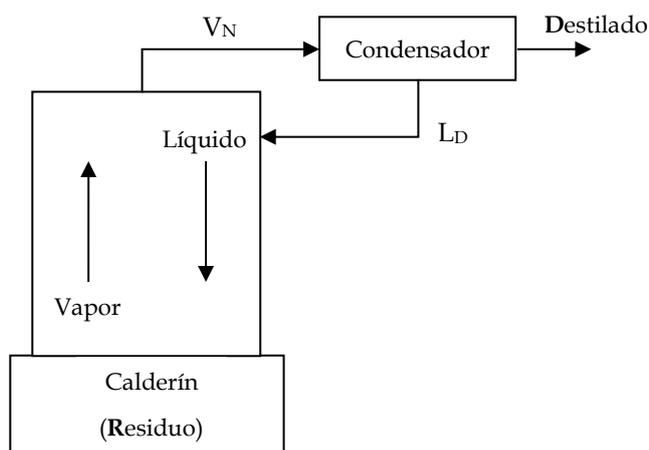


Figura 5. Esquema de una columna de rectificación discontinua.

El calor necesario para que la mezcla alcance su temperatura de burbuja y se genere la fase vapor se suministra en el calderín. La fase vapor (V_N) asciende a lo largo de la columna, hasta alcanzar el condensador. Parte de ese vapor condensado se extrae continuamente de la columna como producto Destilado (D), mientras que la otra parte es devuelta a la columna como una corriente de reflujo (L_D). El reflujo líquido, rico en componente más volátil, entrará en contacto con el vapor ascendente, provocando la transferencia de materia de este componente a la corriente vapor.

En las separaciones discontinuas no se alcanza el estado estacionario y la composición de la carga inicial varía con el tiempo, ya que se elimina preferentemente el componente más volátil. Esto da lugar a un aumento de la temperatura del sistema y a un progresivo empobrecimiento del producto Destilado en dicho componente.

Existen dos modos de operación en una columna de destilación discontinua:

- *Recuperación de destilado de composición constante:* La relación de reflujo se va aumentando progresivamente según el residuo se empobrece en el componente más volátil, para lograr mantener constante la composición del destilado obtenido. Este tipo de operaciones exige una programación de la razón de reflujo, lo que las convierte en poco habituales.
- *Relación de reflujo constante:* El líquido del calderín se va empobreciendo en el componente más volátil a medida que se obtiene el producto. Por lo tanto, la riqueza del destilado disminuye, pudiendo continuar la rectificación hasta alcanzar una composición media (resultante de la mezcla de todas las fracciones recogidas) cuyo valor vendrá determinado por las especificaciones del producto que se desea conseguir

2.2.1 Cálculo del número de pisos teóricos

El método de McCabe- Thiele es un método gráfico, aproximado, en el que se suponen constantes los caudales molares. Por tanto, un balance de materia global y para el componente más volátil entre los pisos n y $n+1$ y el condensador de la columna de la Figura 5 conduce a:

$$V_{n-1} = L_n + D \quad [4]$$

$$V_{n-1} \cdot y_{n-1} = L_n \cdot x_n + D \cdot x_D \quad [5]$$

De donde se obtiene:

$$y_{n-1} = \frac{L_n}{L_n + D} x_n + \frac{D \cdot x_D}{L_n + D} \quad [6]$$

Asumiendo que los caudales molares son constantes:

$$L_n = \text{cte} = L_D$$

$$V_{n-1} = \text{cte} = V_N = L_D + D$$

la ecuación [8] queda:

$$y_{n-1} = \frac{L_D}{V_N} x_n + \frac{D \cdot x_D}{V_N} \quad [7]$$

expresión de la ecuación de la recta operativa del único sector de una columna como la representada en la Figura 5.

En una columna adiabática, para un valor determinado de reflujo, se puede obtener gráficamente el número de pisos aplicando el método de McCabe-Thiele, tal y como se ilustra en la Figura 6, partiendo de la primera etapa de la columna, con $y_1 = x_D$, y dibujando tramos verticales para determinar la composición del líquido que se cruza con el vapor en cada sector interetapas (sobre la recta operativa) y tramos horizontales para calcular la composición del vapor en equilibrio con el líquido que sale de cada etapa (sobre la curva de equilibrio).

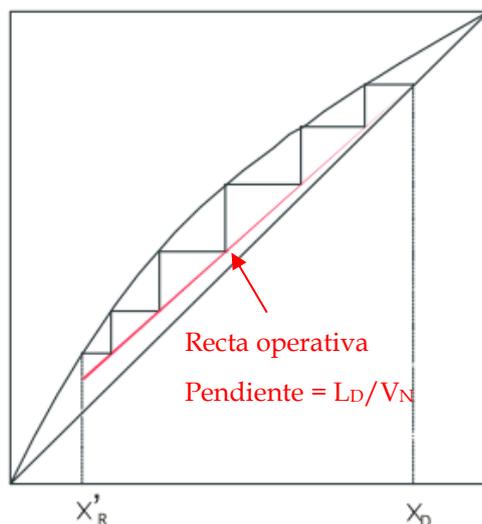


Figura 6. Diagrama esquemático del cálculo del número de etapas teóricas por el método de McCabe-Thiele.

La recta operativa, en un diagrama $y-x$, tiene de pendiente L_D/V_N y corta a la diagonal en x_D . Si se trabaja a reflujo constante, es evidente que la pendiente de la recta operativa se ha de mantener constante a lo largo de todo el proceso de rectificación discontinua, si bien x_D y x_R irán modificándose conforme transcurre el proceso. Si se conoce la pendiente de esta recta operativa, para cada valor de x_D se debe alcanzar x_R exactamente con el número de pisos especificado, lo que permite relacionar, en cada instante, el valor de x_D con el de x_R . También se puede dar el caso de que x_D y x_R sean conocidos y haya que determinar el número de pisos.

Cuando todo el destilado se devuelve como reflujo (columna funcionando a reflujo total) el número de pisos es mínimo ya que la recta de operación coincide con la diagonal ($L_D/V_N = 1$).

3. INSTALACIÓN EXPERIMENTAL.

3.1 Descripción del equipo.

El equipo representado en la Figura 7, consiste en una columna de rectificación de relleno provista de un matraz de fondo redondo en la parte inferior, que actúa como calderín y que es donde se carga la mezcla líquida. Dicho matraz está colocado sobre una manta calefactora situada sobre un agitador magnético, de forma que la alimentación puede ser agitada de forma continua durante la operación, gracias al imán situado en el interior del matraz. Un sistema de gato manual permite ajustar la manta calefactora y el calderín a la columna de rectificación.



Figura 7. Instalación experimental

La columna está rellena de acero sinterizado, y los vapores que ascienden por ella condensan en un primer refrigerante. En la cabeza de la columna se encuentra una electroválvula con el que se puede regular la cantidad de líquido que se extrae como destilado y la que se devuelve a la columna como reflujo. La columna puede operar a reflujo total, a trasiego total, o bien, se puede fijar una razón de reflujo externa determinada. El destilado extraído pasa por un segundo refrigerante y se recoge en un primer compartimento volumétrico, donde se puede medir el volumen de líquido obtenido. Conseguido el volumen de destilado deseado se puede trasvasar inmediatamente a un recipiente situado inmediatamente después del primero, en espera de ser extraído para su correspondiente análisis. Tanto en la primera etapa de condensación como en la segunda, se trabaja con agua como líquido de refrigeración.

La potencia de calefacción que se aplica al calderín se regula gracias a dos lazos de control, uno que mide la temperatura en la cabeza de la columna y otro que mide la diferencia de presión a lo largo de ésta. La instalación permite trabajar a presión atmosférica o inferior mediante una bomba de vacío y dispone de varios medidores y controladores de presión y temperatura.

3.2 Funcionamiento del equipo.

Antes de comenzar a operar con el equipo hay que verificar que el equipo está en las condiciones adecuadas para su puesta en marcha.

3.2.1 Verificación del equipo.

- Cerrar las válvulas de toma de muestra y vaciado del equipo.
- Asegurar la tubería de agua de salida de refrigeración en la rejilla de desagüe.
- Abrir la válvula del agua de refrigeración e imponer un caudal superior a 200 l h⁻¹.
- Conectar el equipo de calefacción.
- Poner el armario de control bajo tensión eléctrica.
- Arrancar el programa de control en el ordenador y conectar el interruptor general.

3.2.2 Operación de la columna de destilación discontinua.

a) Carga del calderín de alimentación.

- Añadir los compuestos al matraz de fondo redondo lentamente.
- Colocar correctamente el matraz en la columna y sujetarlo adecuadamente con las pinzas.
- Ajustar la manta eléctrica al matraz mediante el sistema de gato manual. Hacerlo lentamente y con cuidado, hasta hacer tope.
- Colocar el termopar en la boquilla del matraz dispuesta al efecto, asegurándose de que no hay fugas.
- Poner en funcionamiento el motor del agitador para lograr una mezcla de alimentación homogénea.

b) Razón de reflujo.

- Inicialmente la columna se pone a régimen seleccionando la operación a reflujo total, *Refl.*, en el cuadro de control.
- Posteriormente, la razón de reflujo se fijará en el valor deseado o en trasiego total seleccionando *ciclo* o *trasi* en este mismo controlador, y se indicará el valor del reflujo deseado en el controlador CICLO EV-1 de la pantalla general.

c) Calentamiento del calderín.

- Comenzar la calefacción del calderín fijando la salida (OP) del lazo de control que determina la potencia de calefacción en un 80% hasta que la temperatura alcance los 60-70°C, momento en el que se fija el valor de la OP en un 40% hasta conseguir llegar a la temperatura de trabajo.

- Conectar el sistema eléctrico de la manta calefactora (compensador de pérdidas de calor).
- Esperar hasta que se alcanza el equilibrio térmico y químico en el sistema, lo que equivale a una composición constante tanto en el condensador como en el calderín.
- Alcanzado el equilibrio térmico y químico, se fija una razón de reflujo constante en el sistema, marcando la opción de *ciclo* en el cuadro de control y estableciendo la razón de reflujo deseada en la pantalla general del programa de control.
- Tomar este momento como tiempo cero para la primera muestra de destilado.

d) Toma de muestras.

- Tomar muestras de destilado en el primer depósito volumétrico.
- Descargar la muestra de destilado al depósito inferior, tomando este momento como tiempo cero para la siguiente muestra.
- Vaciar este último depósito vertiendo su contenido en una probeta preparada al efecto.
- Tomar muestra del residuo en el calderín.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

Se llevará a cabo el estudio de la rectificación discontinua de una mezcla de etanol en agua, manteniendo la temperatura de destilado y la razón de reflujo constantes. Los pasos que se deben seguir, teniendo en cuenta el procedimiento de operación de la instalación descrito en detalle en el apartado anterior, son los siguientes:

- Verificación del equipo.
- Cargar el matraz de fondo redondo con la mezcla etanol - agua (3 L aproximadamente).
- Determinar la composición de la mezcla de alimentación a partir del índice de refracción.
- Fijar la forma de operación de la columna de destilación en reflujo total.
- Esperar hasta que se alcance el equilibrio térmico y químico en el sistema.
- Establecer una relación de reflujo externa (L_D/D) constante de 1/4. Tomar tiempo cero.
- Extraer muestras periódicas de destilado cuando se disponga de un volumen de 300 mL, y tomar tiempo cero para la siguiente extracción.
- Anotar el tiempo, el volumen de destilado y los valores de los diferentes indicadores.
- Determinar la composición de cada muestra mediante el índice de refracción.
- Tomar una muestra del residuo cada vez que se extraiga una muestra de destilado y determinar su composición mediante el índice de refracción.

El apagado de la agitación y del cuadro de la instalación no se realizará hasta que la temperatura del calderín haya bajado por debajo de 40°C. Alcanzada esta temperatura, se llevará a cabo el vaciado del calderín en un bidón de residuos para su gestión. Asimismo, se desconectarán el sistema de control del ordenador, el cuadro eléctrico, y se cerrará la válvula del circuito de refrigeración.

5. APÉNDICE

Datos: $\rho_{\text{etanol}} = \text{densidad del etanol} = 789 \text{ kg/m}^3$
 $\rho_{\text{agua}} = \text{densidad del agua} = 1000 \text{ kg/m}^3$
 $M_{\text{etanol}} = \text{peso molecular del etanol} = 46 \text{ kg/kmol}$
 $M_{\text{agua}} = \text{peso molecular del agua} = 18 \text{ kg/kmol}$

Tabla 1. Datos de equilibrio L-V del sistema etanol-agua.

T (°C)	Fracciones molares	
	X _{EtOH}	Y _{EtOH}
98,10	0,00	0,00
95,90	0,02	0,11
93,90	0,03	0,18
91,90	0,05	0,25
89,90	0,07	0,32
86,90	0,09	0,40
84,00	0,12	0,44
83,90	0,21	0,52
81,90	0,33	0,56
80,90	0,42	0,59
79,90	0,55	0,64
79,50	0,62	0,66
79,10	0,70	0,70
78,90	0,74	0,72
78,50	0,84	0,78
78,20	0,93	0,85
76,57	1,00	1,00

6. BIBLIOGRAFÍA

- F. Rodríguez y col. Ingeniería de la Industria Alimentaria. Volumen 2. Operaciones de Procesado de Alimentos. Ed. Síntesis (2002).
- Z. Berk. Food Process Engineering and Technology. Ed. Elsevier (2009).
- W. L. McCabe y col. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química. Ed. Mc Graw-Hill (2002).