

RECTIFICACION EN PLANTA PILOTO. DETERMINACION EXPERIMENTAL DEL REFLUJO OPTIMO

• Objetivos

Determinar la relación de reflujo más conveniente para la rectificación de una solución impura de alcohol etílico.

• Fundamento

La rectificación es una operación unitaria, que separa dos o más componentes de una mezcla de líquidos, dependiendo de volatilidad, al ser vaporizados por ebullición. La operación efectúa en una Columna de Rectificación. El primer componente a destilar es el más volátil de la mezcla.

Se debe calentar a ebullición la mezcla líquida en el calderín del aparato, donde se formaran los vapores que ascienden por la columna, en la que hay placas perforadas, o un relleno de vidrio o porcelana, con el fin de presentar una amplia superficie de contacto entre vapor ascendente y líquido descendente, condensado en el refrigerante de la cabeza de la columna. La separación será más efectiva cuanto mejor y más prolongado sea el contacto entre líquido y vapor en la columna.

En un proceso continuo y estacionario de rectificación, la pureza del producto de cabeza depende directamente de la efectividad del contacto líquido-vapor de la columna. Industrialmente este contacto se aumenta o disminuye regulando la cantidad de líquido condensado en el condensador de cabeza (reflujo) respecto de la cantidad de líquido que se recoge en el colector del aparato (destilado), denominado **relación de reflujo (L/D)**. Cuanto mayor es la relación de reflujo, mayor es la pureza del destilado.

Ahora bien, hay limitaciones prácticas, técnicas y sobretodo económicas a emplear grandes valores de L/D. En primer lugar se llega a un valor de composición de destilado (X_d) máximo de manera asintótica, para determinados valores de L/D, a partir de los cuales, por mucho que aumentemos L/D no aumenta X_d . Y como limitación más importante, si L/D es muy alta, quiere decir que se devuelve mucha proporción de líquido condensado a la columna respecto del que se destila con lo que se precisará mucho tiempo de trabajo de la columna para obtener una determinada cantidad de destilado.

Por lo indicado, en un proceso industrial de rectificación se hace trabajar a la columna con un valor de L/D óptimo, de modo que se obtenga la máxima pureza posible de producto valioso por litro de producto destilado, a la vez que se tarde el mínimo tiempo posible.

• INTRODUCCION TEORICA

A) Trabajo con la columna

Se trabajará en una instalación en planta piloto de una columna de rectificación de relleno, con calefacción eléctrica de calderín, condensadores refrigerados por agua corriente y programador manual y automático de la relación de reflujo mediante electroimán.

Antes de empezar la calefacción del calderín, deben conectarse los circuitos de agua de refrigeración de los condensadores.

Inicialmente se tomará una pequeña muestra del líquido del calderín mediante una llave que hay en su parte

inferior. Esta muestra se guardará en un tubo de ensayo etiquetado y corresponderá a la composición inicial.

En el calderín se llevará a ebullición la mezcla líquida, consistente en alcohol etílico y agua. El etanol forma un azeótropo con el agua, cuya composición en etanol (cerca del 96%) es la máxima que se puede obtener por Rectificación Simple. A esta composición irá tendiendo el producto de cabeza cuanto más alta sea la relación L/D. El aparato trabaja en discontinuo, con lo que la composición del calderín irá variando con el tiempo, empobreciéndose en etanol. Sin embargo, al poderse empezar la Rectificación destilando unos 35 l de producto, se puede considerar con gran aproximación constancia en la composición del calderín mientras destilan los primeros litros (de 2 a 4). Con ello se pueden extrapolar los resultados a un proceso continuo, considerando las variaciones de pureza del destilado sólo debidas a la variación L/D.

Inicialmente el mando regulador del electroimán de cabeza se situará en reflujo, con lo que cuando la mezcla hierva y el vapor llegue a la cabeza de la columna, todo el líquido retorne a esta. De este modo la columna estará lista para empezar.

El procedimiento se realizará como sigue:

En el panel de control se seleccionan las posiciones automático y relación inversa que corresponderá a la relación tiempo de reflujo: tiempo de destilado.

Se programará en automático un valor de $L/D = 1/1$ en el tablero de mandos del aparato, con lo que la mitad del líquido condensado empezará a destilar y recogerse en el colector.

Se realizará una determinación del caudal de destilado por el método directo, simplemente midiendo el tiempo que tarda en recogerse un determinado volumen de destilado.

Transcurridos 12–15 minutos desde que se ha fijado el valor de L/D, se tomará en un tubo de ensayo una muestra del producto destilado mediante una válvula que está situada en la cabeza de la columna, en la parte superior. Se etiquetará y guardará.

Se cambia el valor de L/D de la columna a los siguientes valores: (5/1), (10/1), (20/1) y (30/1).

Una vez estabilizada la columna se repetirá el proceso anterior, midiendo el caudal y tomando una muestra de cada destilado.

B) Análisis de las muestras de destilado

Se realizará mediante Índice de refracción. Se preparan cinco patrones de etanol de composición variable entre 0 y 100 %. Se realizan las medidas del índice de refracción de las mezclas y de las muestras tomadas termostalizando el instrumento a 30 °.

• SEGURIDAD Y MEDIO AMBIENTE

Las precauciones a seguir para realizar correctamente esta práctica son:

- **No dejar nunca el montaje sin vigilancia.**
- **Al hacer la practica, ir con la bata puesta y con gafas de seguridad.**
- **Mantener limpio el lugar de trabajo, para evitar posibles errores.**
- **Mirar las fichas de seguridad que se encuentran en el Anejo I.**

• MATERIAL

El rectificador discontinuo que utilizaremos consta de:

• *Tabla 1. Lista de material.*

Cantidad	Elemento	Características
1	Columna de rectificación	relleno de anillos
2	Matraz	
1	Válvula de reflujo	
2	Indicadores de temperatura	
2	Refrigerante	
1	Electroimán	
1	Manómetro	
1	Manta calefactora	
1	Tubo de seguridad para evitar sobrepresiones	

• **REACTIVOS**

• *Tabla 2. Lista de reactivos.*

Producto	Calidad	Cantidad
alcohol etílico	Cerca del 96%	
Agua Desionizada	QP	

• **PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

TRABAJO CON LA COLUMNA

ANÁLISIS DE LAS MUESTRAS DE DESTILADO:

• **resultados**

Tabla 3. Resumen de datos tomados durante la práctica del caudal

	Relación	de	reflujo
	5/1	6/1	7/1
Caudal 1 (l/min)	0.127	0.140	0.136
Caudal 2 (l/min)	0.147	0.124	0.082
Caudal 3 (l/min)	0.140	0.124	0.082
Caudal 4 (l/min)	0.148	0.124	0.082

Tabla 4. Resumen de datos tomados durante la práctica de los patrones

Patrones (ml EtOH)	T (°C)	nD
0	23.2	1.3331
20	23.2	1.3337
40	23.2	1.3535
60	23.2	1.3616
80	23.2	1.3628
100	23.2	1.3640

Tabla 5. Resumen de datos tomados durante la práctica de las muestras

	T (°C)	nD
Muestra 1 (5/1)	23.0	1.3636
Muestra 2 (6/1)	22.9	1.3677
Muestra 3 (7/1)	22.9	1.3686

CALCULOS

*** El índice de refracción nD aumenta al aumentar la concentración de EtOH, tanto en los patrones como en las muestras.**

Figura 1. Grafica de Calibrado

* Se representan gráficamente los parámetros de coste unitario de calefacción y coste unitario de la posterior purificación del producto obtenido.

El coste unitario de funcionamiento (CF) está directamente relacionado con el tiempo necesario para destilar un litro de producto, o sea en proporción inversa al caudal, y engloba el coste de la electricidad, de agua y de amortización de la instalación.

Tabla 6. Inversa del caudal

	Relación	de	reflujo
	5/1	6/1	7/1
Caudal 1	7.8740	7.1429	7.3529
Caudal 2	6.8027	8.0645	12.1951
Caudal 3	7.1429	8.0645	12.1951
Caudal 4	6.7568	8.0645	12.1951

Tabla 7. Coste unitario de funcionamiento (CF)

	Relación	de	reflujo
	5/1	6/1	7/1
Caudal 1	0,00233512	0,0021183	0,00218058
Caudal 2	0,00201741	0,00239161	0,00361658
Caudal 3	0,0021183	0,00239161	0,00361658
Caudal 4	0,0020038	0,00239161	0,00361658
CF (Media)	0,00211866	0,00232328	0,00325758

El coste unitario de posterior purificación (CPP) está en proporción opuesta con la riqueza de producto, con lo que se calculará como inversa del tanto por uno en volumen de pureza menos uno.

Tabla 8. Coste unitario de posterior purificación (CPP)

	T (°C)	nD	Co EtOH (mL)	CPP
Muestra 1 (5/1)	23.0	1.3636	58.1818	0,10781258
Muestra 2 (6/1)	22.9	1.3677	65.2231	0,07997987

Muestra 3 (7/1)	22.9	1.3686	80.1112	0,03723974
-----------------	------	--------	---------	------------

El valor de L/D correspondiente al punto dónde se corten las líneas CF y CPP corresponde al VALOR ÓPTIMO DE L/D para esta operación de rectificación.

Figura 2. Valor L/D óptimo

• DISCUSIÓN DE RESULTADOS

- Hemos tenido problemas para hacer la medición del índice de refracción, los valores que obtenemos con los patrones no se ajustan a la realidad, ya que el nD del etanol es de 1.3614, y en cambio a nosotros nos sale de 1.3640, el único índice de refracción que nos dio un valor correcto, fue el del agua, que tiene un valor de 1.3300. Por eso, aunque hemos hecho la grafica de calibrado, hemos despreciado el del 100% de etanol, ya que este valor sabíamos con seguridad que estaba mal. Los otros valores de los patrones, los hemos tenido en cuenta porque sino no hubiéramos podido hacer los cálculo de esta práctica.
- Con los índices de refracción que obtuvimos de los diferentes reflujos (5/1,6/1 y 7/1), interpolamos en la gráfica de calibrado y obtuvimos las concentraciones correspondientes.
- En la figura 2 podemos observar que las funciones no se cortan en nuestro punto óptimo, de ahí que, debido claramente a los errores sistemáticos y aleatorios que tuvimos durante esta práctica y los que hemos tenido con el tratamiento de datos, no obtenemos nuestro punto. Pero, clara está también la tendencia de ambas funciones de cortarse en un punto muy próximo al $(x,y)=(l/d,y)=(8,0.01)$.

• CONCLUSIONS

La realización de esta practica nos ha dado problemas porque los resultados que obtuvimos con el polarímetro no eran correctos, de forma que al hacer los cálculo, como es de esperar, los resultados obtenidos no nos han dado los valores de un valor óptimo, que era el objetivo fundamental. Aún así, hemos aprendido como se obtiene el valor óptimo de rectificación y suponemos, que si hubiéramos tenido más tiempo para la realización de la práctica, hubiera acabado saliéndonos bien, aunque creemos que el error principal, no se debe al rectificador sino al polarímetro.

• NOMENCLATURA

Tabla 9. Variables Físico – químicas

Variable	Magnitud	Unitats
T	Temperatura	°C
nD	Índice de refracción	adimensional
Co	Concentración de etanol	mL

• BIBLIOGRAFIA

- [1] Coulson y Richardson, INGENIERÍA QUÍMICA. OPERACIONES BÁSICAS. Ed. Reverté.
- [2] Vian y Ocón, ELEMENTOS DE INGENIERÍA QUÍMICA. Ed. Aguilar.

Programar en automático un valor de $L/D = 1/1$. en el tablero de mandos del aparato. El líquido condensado empezará a destilar y recogerse en el colector

Determinación del caudal de destilado por el método directo. Midiendo el tiempo que tarda en recogerse un determinado volumen de destilado.

Dejar pasar entre 12 y 15 minutos. Desde que se fijó el valor L/D .

Tomar en un tubo de ensayo una muestra del producto destilado, mediante una válvula que está situada en la parte superior.

En el panel de control: seleccionar las posiciones automático y relación inversa.

Colocar el mando regulador en reflujo

Conectar los circuitos de agua de refrigeración de los condensadores.

Llevar a ebullición la mezcla líquida.

La composición del calderón irá variando con el tiempo. (trabaja en discontinuo)

Empezar la Rectificación destilando unos 35l de producto.

Tomar una pequeña muestra del líquido del calderón. 8en la parte inferior)

Guardarla en un tubo de ensayo y etiquetar. Será la composición inicial.

Etiquetar y guardar.

Cambiar el valor de L/D por los siguientes valores:

(5/1), (6/1), (7/1)

Una vez estabilizada la columna, se retirará el proceso, midiendo el caudal y tomando una muestra de cada destilado.

Preparar 5 patrones de etanol de composición variable. Entre 0 y 100%

Medir el índice de refracción de las mezclas y de las muestras tomadas termotatizando el instrumento a 30°C