

UNIDAD DE DESTILACIÓN CONTINUA

mod. UDCA/EV

manual PROFESOR/ALUMNO



INDICE

1. DESTILACIÓN	1
1.1. Antecedentes	1
1.2. Introducción	1
2. NOCIONES TEÓRICAS	3
2.1. Hipótesis de condiciones ideales	3
2.2. Diagrama de las concentraciones	3
2.3. Determinación del número de estadios teóricos	4
2.3.1. Tronco de enriquecimiento	4
2.3.2. Tronco de empobrecimiento	6
2.3.3. Grado de vaporización	8
2.3.4. Recta de alimentación	10
2.3.5. Condiciones de servicio de la columna	12
2.3.6. Número de estadios teóricos	12
2.3.7. Altura y número de las unidades de intercambio	14
2.3.7.1. Cálculo del NTU	15
2.3.7.2. Cálculo del HTU	16
2.3.8. Balances de materia y de calor	18
2.3.8.1. Balance de materia	18
2.3.8.2. Balance de calor	19
2.3.9. Datos termodinámicos y curvas de equilibrio	22
2.3.9.1. Mezcla binaria, agua-ácido acético	23
2.3.9.2. Mezcla binaria, metanol-propanol	26
2.3.9.3. Mezcla binaria Benceno-Tolueno	30
2.3.9.4. Ejemplo de cálculo	34
3. COMPONENTES DEL CICLO	39
4. PUESTA EN MARCHA Y OPERACIÓN DE LA UNIDAD DE DESTILACIÓN CONTINUA EN VERSIÓN "MANUAL"	41
4.1 Servicios	41
4.2 Breve descripción del ciclo	41
4.3 Puesta a punto de la Unidad de destilación continua bajo presión atmosférica	41
4.4 Puesta en marcha	42
4.5 Parada de la instalación	43
4.6 Anomalías de operación	43
4.7 Emergencia	44
4.8 Cambio de la mezcla de alimentación	44
4.9 Puesta a punto del sistema para la utilización de la Unidad de destilación continua en versión manual con presión reducida	44
4.10 Puesta en marcha	45

5. PUESTA EN MARCHA Y OPERACIÓN DE LA UNIDAD DE DESTILACIÓN CONTINUA EN VERSIÓN "AUTOMATIZADA"	47
5.1 Servicios	47
5.2 Breve descripción del controlador de microprocesador Digitric 500	47
5.3 Puesta a punto de la Unidad de destilación continua bajo presión atmosférica	50
5.4 Puesta en marcha	51
5.5 Parada de la instalación	53
5.6 Anomalías de operación	53
5.7 Emergencia	53
5.8 Puesta a punto del sistema para la utilización de la Unidad de destilación continua en versión automatizada con presión reducida	54
5.9 Puesta en marcha	56
6. CONDUCCION DE LA INSTALACION CON EL SOFTWARE DE SUPERVISION	57
7. PRUEBA EXPERIMENTAL	61
8. SECUREDAD	68
9. DOCUMENTACION	69

1. DESTILACIÓN

1.1. ANTECEDENTES

Se desea poner de manifiesto que el presente manual, aunque presente algunos apartados dedicados a la teoría, no supe la parte didáctica ya ampliamente explicada por el profesor y perfeccionada por los libros de texto.

La parte teórica que se desarrolla en el presente manual constituye sólo una breve introducción para encaminar al alumno, a través de un recorrido lógico y orgánico, al conocimiento de la filosofía propuesta con este nuevo e innovador método didáctico.

1.2 INTRODUCCIÓN

La destilación multiestadio es una operación unitaria primordial en la industria química.

La separación líquido-vapor (L-V) es un proceso que se utiliza desde hace muchos años y muchos son también los métodos y los dispositivos que se han desarrollado en paralelo para obtener el equilibrio entre las dos fases en contacto.

La transferencia de masa aumenta proporcionalmente al área de contacto entre las fases y es por ello que los dispositivos han sido diseñados para obtener la máxima área de interfaz.

Para caudales de líquido y vapor constantes, el tiempo de contacto entre las dos fases es constante; por lo tanto, al aumentar el área de contacto aumenta también la transferencia de masa y por consiguiente la posibilidad de alcanzar el equilibrio del sistema, lo que representa el 100% del rendimiento.

La combinación de factores como la realización de dispositivos de contacto, las condiciones de operación y las características del sistema raramente permiten lograr un rendimiento del 100%.

El proceso de separación normalmente se realiza en columnas constituidas por dispositivos que permiten un contacto líquido-vapor continuo o discontinuo.

Las columnas de platos constituyen el ejemplo de estadios de equilibrio discontinuos, mientras que las columnas de relleno son el típico ejemplo de contacto líquido-vapor continuo.

Las primeras producen la variación de la concentración del líquido y del vapor en los platos, cada uno de los cuales representa un estadio de equilibrio. Naturalmente la transferencia de masa se verifica también en la zona entre los platos: entre el líquido bajo forma de gotitas y el vapor, así como entre el vapor y el líquido bajo forma de espuma.

La transferencia de masa propiamente dicha generalmente se debe al contacto entre las dos fases en el plato o cerca de él.

La columna de platos se diferencia de una columna de relleno también por el hecho de incorporar un “desaguadero” para mantener el estado líquido en el plato y un conducto descendente que transporta el líquido del plato superior al inferior.

Las columnas de relleno hacen posible la transferencia de masa continua entre las fases a lo largo de toda la altura de la columna.

La principal diferencia entre una columna de relleno y una de platos es que en la primera el líquido y el vapor tienen que circular en contracorriente a través de los mismos pasajes, mientras que en la segunda las dos fases marchan por dos caminos separados, excepto cuando están en contacto en el plato.

Además, se puede disponer de columnas de platos sin los descendentes y por lo tanto las dos fases tienen que circular a través de los mismos pasajes; estas columnas se consideran de relleno y deberán tratarse como tales.

En este manual se facilitan todas las informaciones necesarias para reproducir, en escala piloto, la operación de destilación en versión manual, automatizada y computerizada atendiendo de esta forma no sólo a una exigencia didáctica, sino también a un efectivo requerimiento cada vez más apremiante en el sector industrial: la relación entre las plantas y la informática.

2. NOCIONES TEÓRICAS

2.1 HIPÓTESIS DE CONDICIONES IDEALES

Se introducen las siguientes hipótesis ejemplificativas relativas a mezclas binarias ideales:

- cada estadio de la columna es un estadio ideal del proceso; el líquido y el vapor que salen de cada estadio están en equilibrio termodinámico entre sí;
- la columna es adiabática (no hay intercambio de calor con el exterior);
- los caudales molares del líquido y del vapor son constantes a lo largo de la columna;
- el reflujo se encuentra en el punto de ebullición;
- el calor molar específico y el calor molar de vaporización no dependen de la composición.

2.2 DIAGRAMA DE LAS CONCENTRACIONES

La construcción de este diagrama (y) v.s (x) es el primer paso que ha de llevarse a cabo para el estudio de la destilación de una mezcla binaria (fig. 1).

La construcción de este diagrama podrá realizarse de diferentes maneras (caso de mezclas ideales):

- disponiendo de los valores de equilibrio (x,y) v.s (T) de una mezcla específica;
- disponiendo de las constantes de Antoine y aplicando las razones de RAULT-DALTON (curvas de ebullición y de rocío);
- disponiendo del valor de la volatilidad relativa de la mezcla y utilizando la razón de BROWN:

$$y = \frac{\alpha x}{1 + (\alpha - 1)x} \quad (1)$$

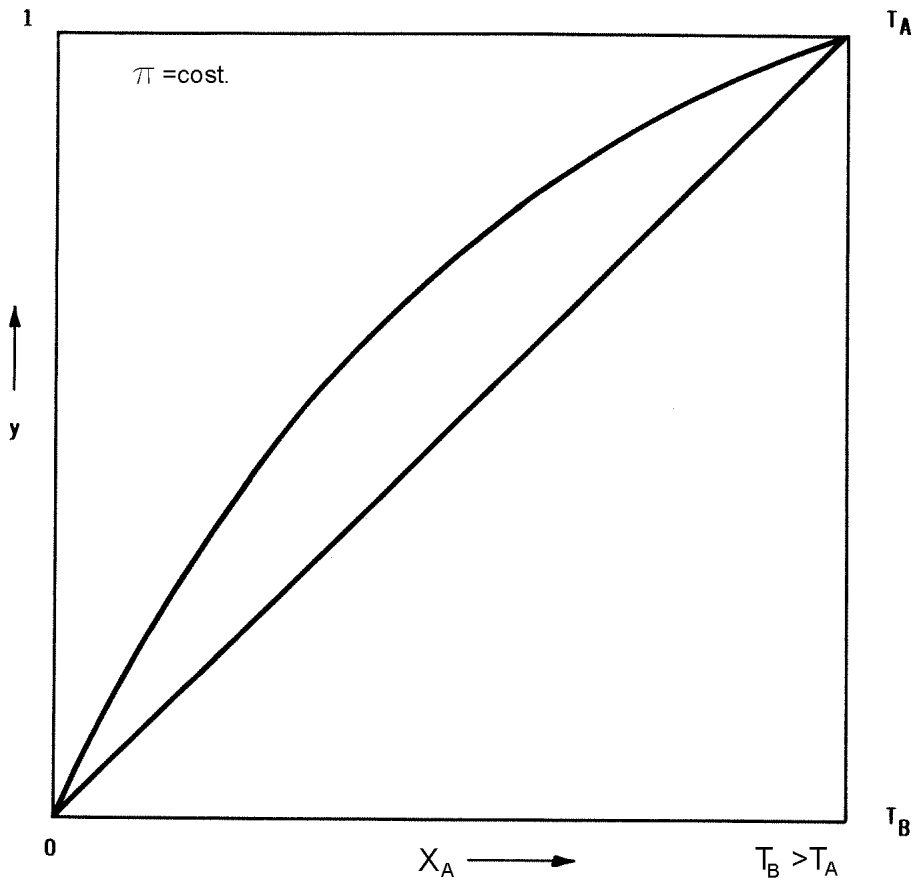


fig. 1 - Diagrama isóbaro de las concentraciones

2.3 DETERMINACIÓN DEL NÚMERO DE ESTADIOS TEÓRICOS

El número de estadios ideales (o teóricos) requerido para obtener un determinado fraccionamiento a partir de una determinada mezcla y utilizando una determinada razón de reflujo, podrá calcularse mediante la construcción gráfica de McCABE-THIELE utilizando el diagrama (y) v.s (x).

2.3.1. Tronco de enriquecimiento

En relación a la figura 2 (a), consideremos los balances siguientes:

a) Balance global entre los estadios N+1, N y el condensador:

$$V = L + D \quad (2)$$

b) Balance del componente ligero entre los estadios N+1, N y el condensador:

$$Vy_{N+1} = Lx_N + Dx_D \quad (3)$$

Omitiendo los índices de la ecuación (3) se obtiene:

$$Vy = Lx + Dx_D \quad (4)$$

o sea:

$$y = \frac{L}{V}x + \frac{D}{V}x_D \quad (5)$$

Sustituyendo la (2) en la (5) y dividiendo por D, se obtiene:

$$y = \frac{\frac{L/D}{L+D}x + \frac{D/D}{L+D}x_D}{\frac{D}{D}} \quad (6)$$

Definamos:

$$L/D = r \quad \text{razón de reflujo} \quad (7)$$

Sustituyendo la (7) en la (6), se obtiene:

$$y = \frac{r}{r+1}x + \frac{x_D}{r+1} \quad (8)$$

denominada **RECTA de SERVICIO del TRONCO de ENRIQUECIMIENTO**

Esta recta podrá trazarse con facilidad en el diagrama (y) v.s (x), ya que pasa por los dos puntos siguientes:

$$D = (y_D = x_D, x_D)$$

$$C = \left(\frac{x_D}{r+1}, 0 \right)$$

En la práctica, es suficiente conocer el valor de x_D (concentración del destilado) y la razón de reflujo r [véase fig. 2 (b)].

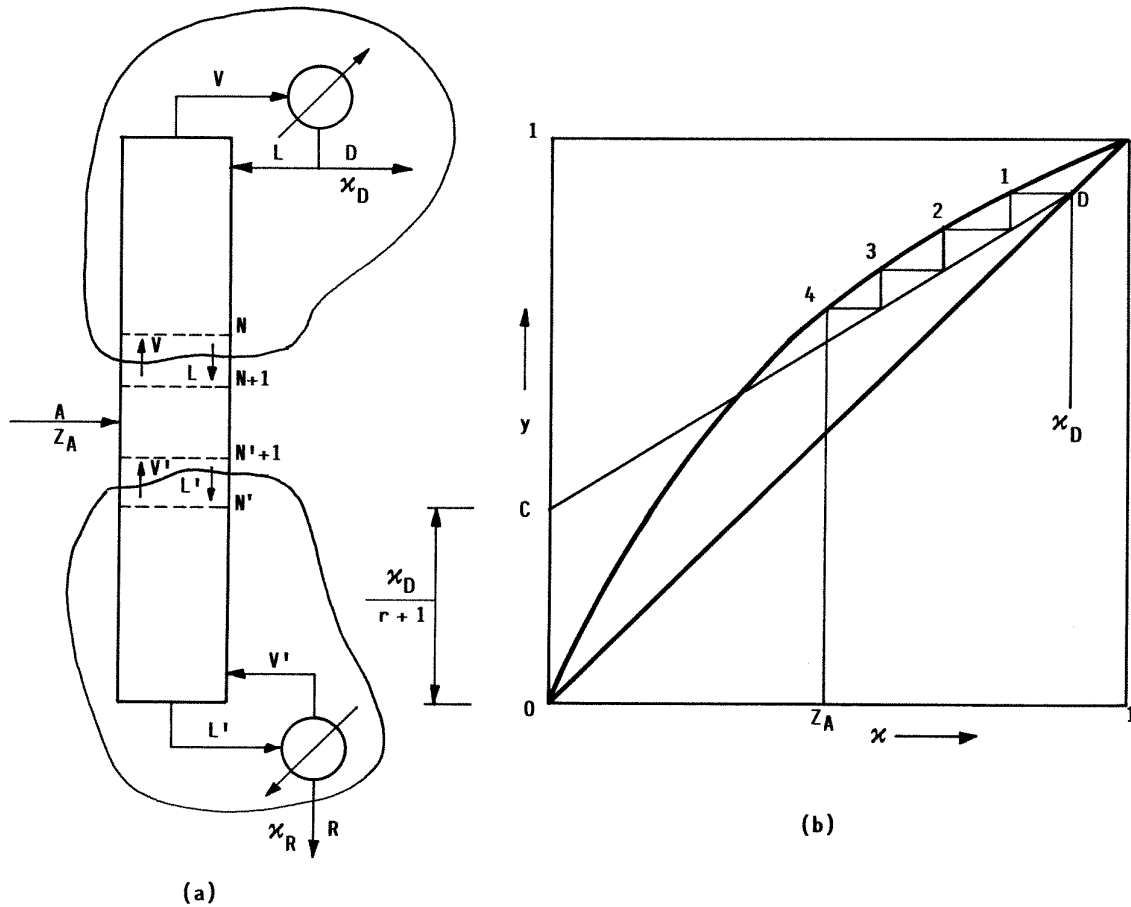


Fig. 2 - Determinación, según McCABE-THIELE, del número de estadios teóricos en el tronco de enriquecimiento; alimentación en el punto de ebullición

2.3.2. Tronco de empobrecimiento

Con respecto a la figura 2 (a), consideremos el balance total entre los estadios $N' + 1$, N' y la caldera:

$$L' = V' + R$$

y el balance en el componente ligero:

$$L' x_{N'+1} = V' y_{N'} + R x_R \quad (9')$$

Omitiendo los índices se obtiene:

$$y = \frac{L'}{V'} x - \frac{R}{V'} x_R \quad (10)$$

Esta expresión se denomina **RECTA de SERVICIO del TRONCO de EMPOBRECIMIENTO**, pasa por el punto:

$$R = (y_R = x_R, x_R)$$

y tiene una pendiente L'/V' (véase fig. 3).

N.B. Trazar la recta de servicio del tronco de empobrecimiento implica el conocimiento de los caudales L' y V' , lo cual no siempre podrá conocerse por adelantado. Sin embargo, existe otro modo para trazar la recta de servicio del tronco de empobrecimiento; es decir, utilizando la recta de alimentación a través del conocimiento del grado de vaporización.

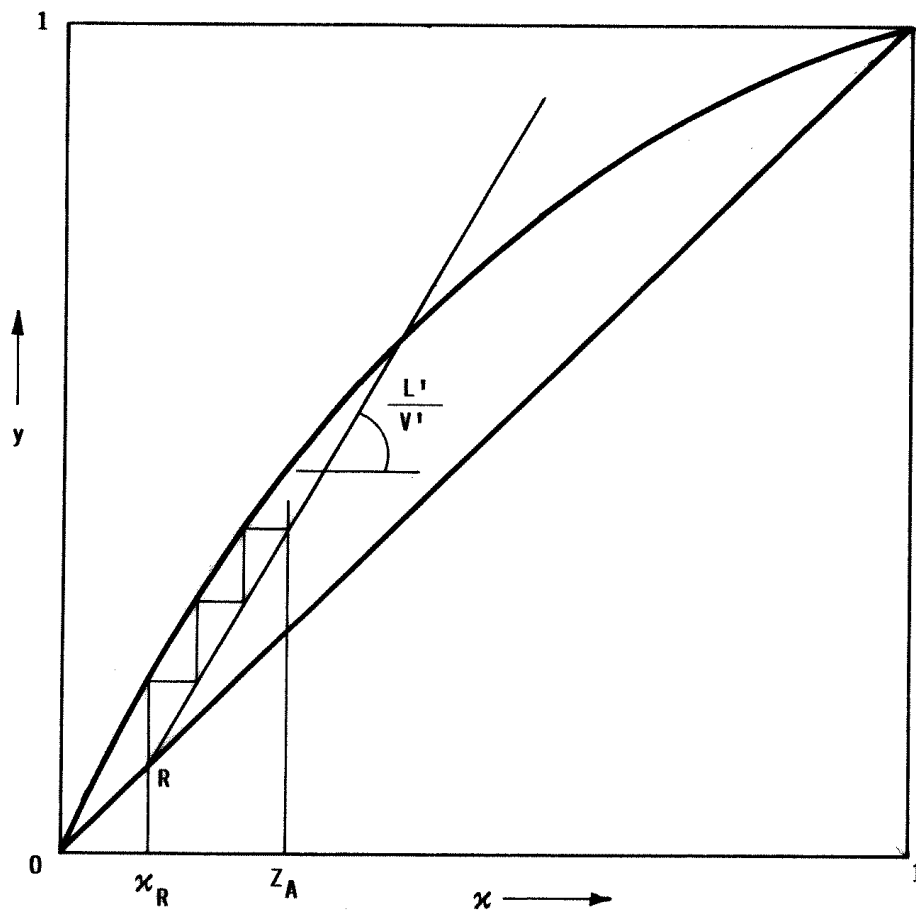


Fig. 3- *Determinación, según McCABE-THIELE, del número de estadios teóricos en el tronco de empobrecimiento; alimentación en el punto de ebullición*

2.3.3. Grado de vaporización

A este punto es importante introducir un parámetro nuevo: **El grado de Vaporización**.

Este parámetro depende de las condiciones térmicas de la alimentación, precisamente:

- a) alimentación subenfriada ($T < T_b$)
- b) alimentación en el punto de ebullición ($T = T_b$)
- c) alimentación bifásica líquido-vapor ($T_b < T < T_r$)
- d) alimentación en el punto de rocío ($T = T_r$)
- e) alimentación recalentada ($T > T_r$)

Donde:

- T = temperatura de la mezcla de alimentación
- T_b = temperatura de ebullición de la mezcla de alimentación
- T_r = temperatura de rocío de la mezcla de alimentación

El nivel de vaporización se define de la manera siguiente:

$$A = \varnothing A + (1 - \varnothing) A \quad (11)$$

donde:

- A = caudal ponderal de alimentación
- $\varnothing A$ = fracción en fase de vapor de la alimentación
- $(1 - \varnothing) A$ = fracción en fase líquida de la alimentación

En la columna, los caudales de líquido y de vapor en los dos troncos de servicio podrán expresarse de la manera siguiente:

$$V = V' + \varnothing A \quad (12)$$

$$L' = L + (1 - \varnothing) A \quad (13)$$

La repartición de la alimentación en los dos troncos se muestra en la figura 4.

Por lo tanto, el nivel de vaporización \varnothing podrá entonces expresarse de la manera siguiente:

$$\varnothing = \frac{V - V'}{A} \quad (14)$$

$$(1 - \varnothing) = \frac{L' - L}{A} \quad (15)$$

En relación a las referidas cinco condiciones térmicas de la alimentación, el grado de vaporización puede asumir los valores siguientes:

- a) $\phi < 0$: alimentación subenfriada
- b) $\phi = 0$: alimentación en el punto de ebullición
- c) $1 < \phi < 0$: alimentación bifásica líquido-vapor
- d) $\phi = 1$: alimentación en el punto de rocío
- e) $\phi > 1$: alimentación recalentada

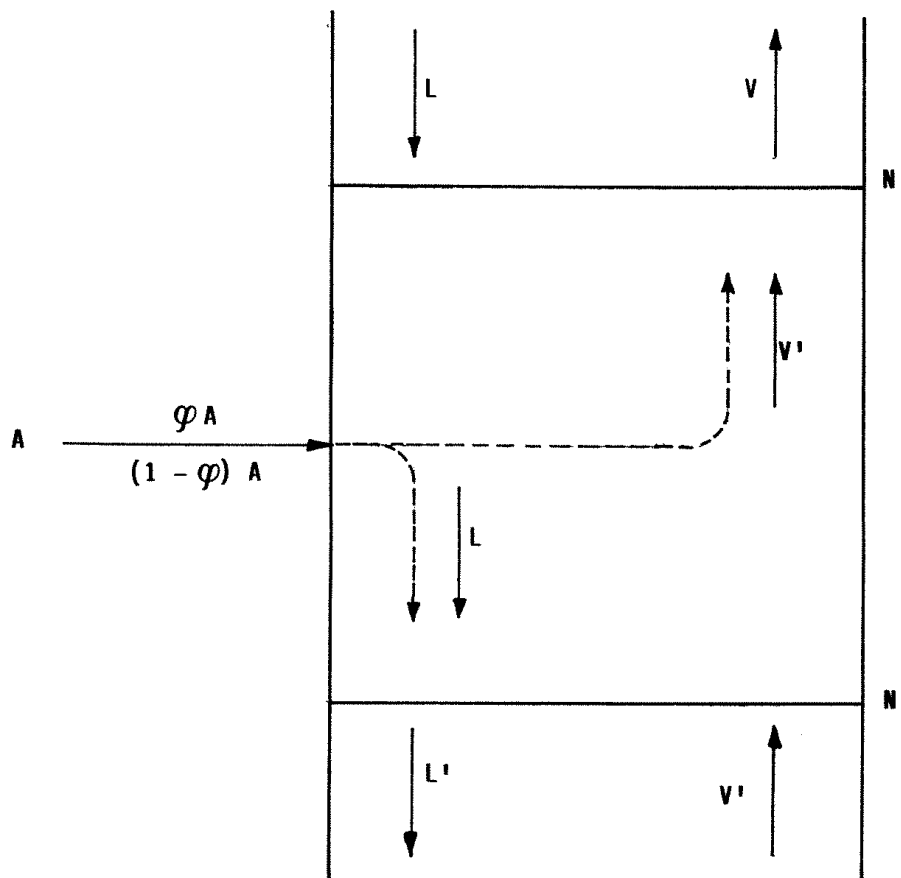


FIG. 4 - Visualización de la repartición de la alimentación en fase líquida y fase de vapor

2.3.4. Recta de alimentación

La recta de alimentación se expresa de la manera siguiente:

$$y = \frac{1-\theta}{\theta} x + \frac{Z_A}{\theta} \quad (16)$$

donde:

Z_A = composición genérica de la alimentación

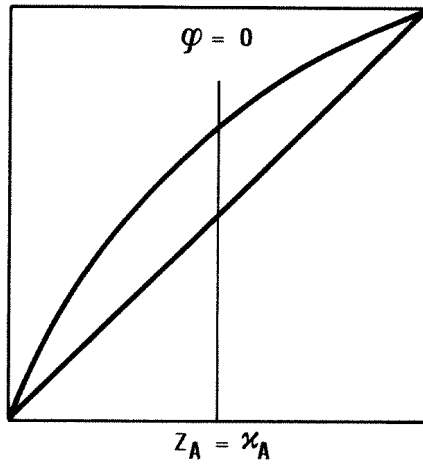
$\frac{1-\theta}{\theta}$ = pendiente de la recta de alimentación

Las tres condiciones térmicas principales de la alimentación podrán apreciarse en la figura 5 (a,b,c,), donde:

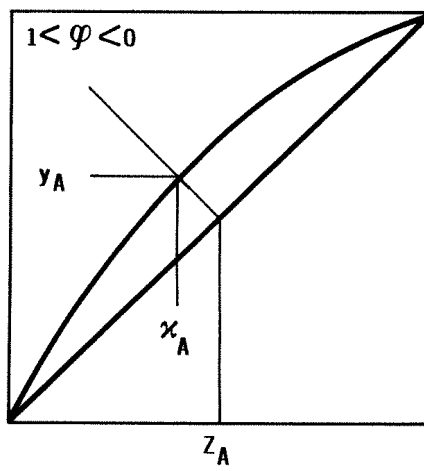
a) líquido saturado: $Z_A = x_A$

b) mezcla bifásica líquido-vapor: $Z_A = \theta y + (1 - \theta) x$

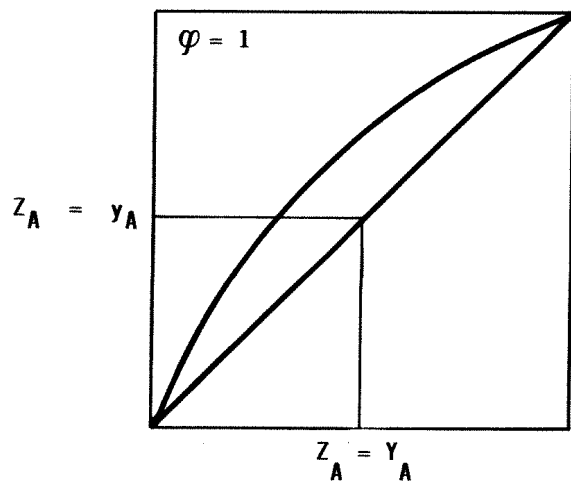
c) vapor saturado: $Z_A = y_A$



(a) líquido saturado: $Z_A = x_A$



(b) mezcla bifásica líquido-vapor:
 $Z_A = \varphi y_A + (1 - \varphi)x_A$



(c) vapor saturado: $Z_A = y_A$

fig. 5 - visualización de la recta de alimentación al variar las condiciones térmicas

2.3.5. Condiciones de servicio de la columna

Por lo dicho anteriormente, ahora resulta más fácil trazar la recta de servicio del tronco de empobrecimiento.

En efecto, esta recta pasa por el punto **I** de cruce entre la recta de servicio del tronco de enriquecimiento y la recta de alimentación, ambas definidas tras haber fijado los parámetros siguientes:

- concentración de la alimentación
- concentración del destilado
- concentración del residuo
- condición térmica de la alimentación (grado de vaporización).

En la figura 6 se muestra un ejemplo de la marcha de las tres rectas en base al conocimiento de los referidos parámetros.

2.3.6. Número de estadios teóricos

Tomando como referencia la figura 7, el número de estadios teóricos podrá calcularse gráficamente utilizando el método de McCABE-THIELE.

La construcción comienza por la parte superior, donde se conoce la composición del vapor de cabeza $y_1 = x_D$ (hipótesis de condensación total).

La composición x_1 del líquido que desciende del **primer** estadio (en equilibrio con el vapor de composición y_1), corresponde a la abscisa del punto **1** en la curva de equilibrio y cuya ordenada es y_1 .

La composición y_2 del vapor que entra en contacto con el líquido de composición x_1 es dada por la ordenada del punto de abscisa x_1 en la recta operativa.

De esta forma queda identificado el punto **2** = (y_2, x_2) en la curva de equilibrio; por consiguiente, se halla el punto (y_3, x_3) en la recta de servicio.

El número de escalones entre rectas operativas y curva de equilibrio corresponde al número de estadios teóricos (o ideales) para obtener un destilado y un residuo de composición x_D y x_R respectivamente, a partir de una mezcla de composición Z_A con un grado de vaporización ϕ y operando con una razón de reflujo r .

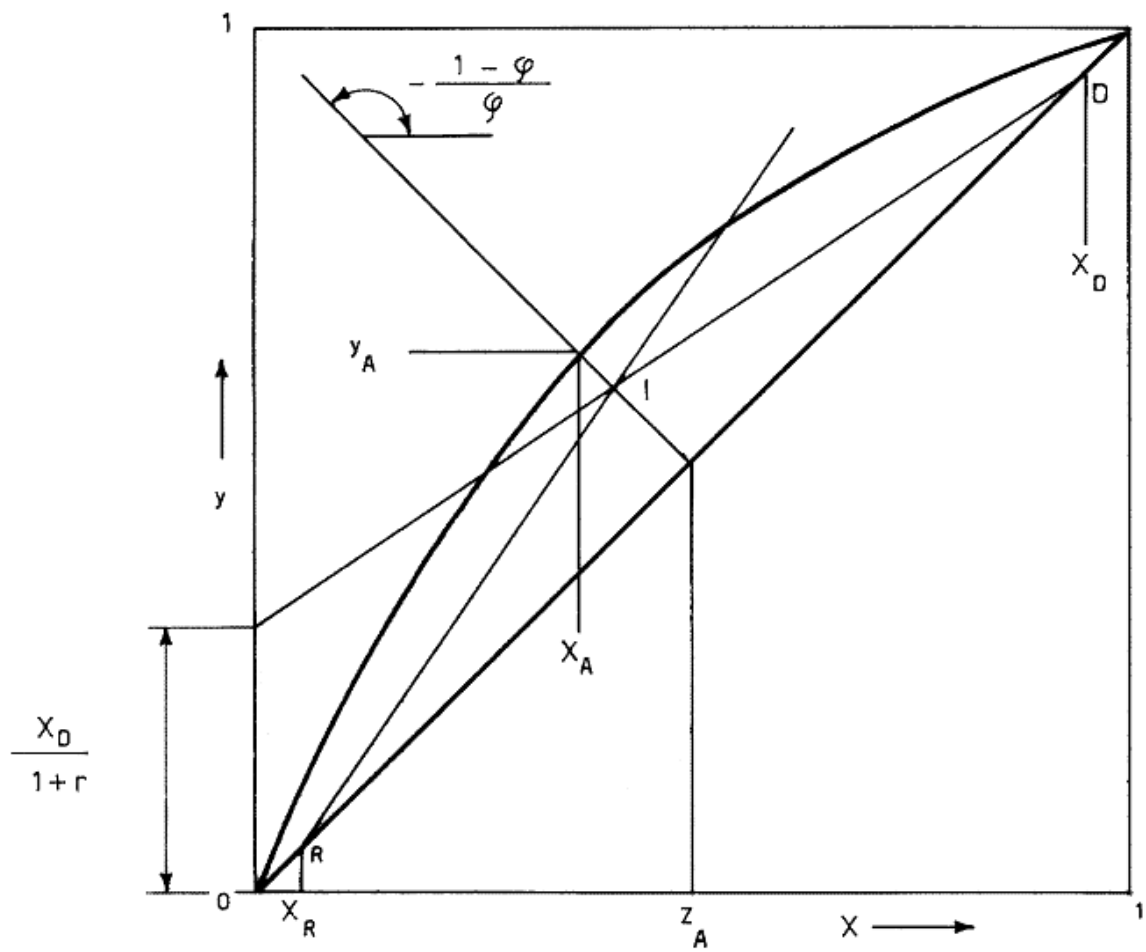


fig. 6 - Condiciones de servicio con $1 < \phi < 0$

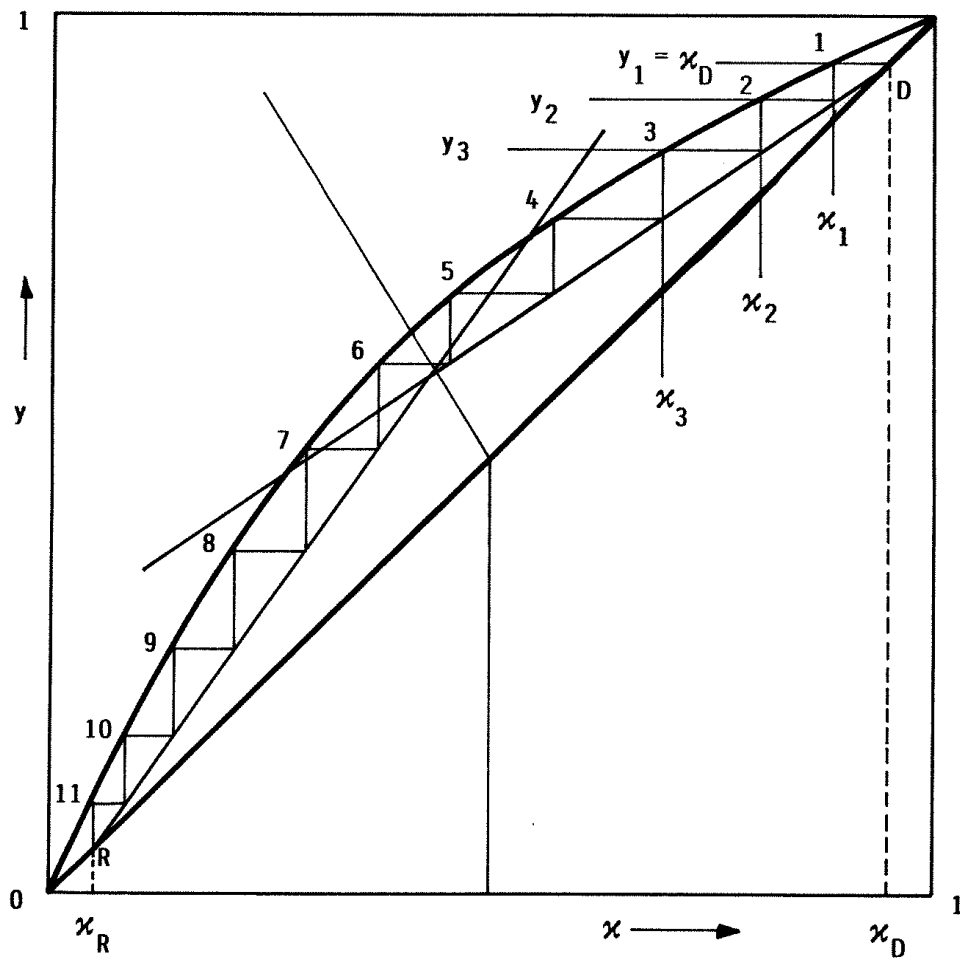


FIG. 7 - Construcción gráfica del número de estadios teóricos

2.3.7. Altura y número de las unidades de intercambio

La altura de una columna en la cual se lleva a cabo el intercambio de materia entre la fase de vapor y la fase líquida se expresa mediante la ecuación siguiente:

$$Z = (\text{HTU}) \cdot (\text{NTU}) \quad (17)$$

donde:

- HTU = altura de la unidad de intercambio
- NTU = número de las unidades de intercambio

2.3.7.1. Cálculo del NTU

Para las mezclas binarias ideales, se puede utilizar la ecuación:

$$NTU = \frac{\int_{y_R}^{y_D} dy}{\int_{y^*} y^* - y} \quad (18)$$

donde y^* es la componente del vapor en equilibrio con el líquido de composición x .

La ecuación (18) podrá despejarse de dos formas diferentes, precisamente por vía analítica o por vía gráfica.

A) solución analítica

Se utiliza la razón de BROWN:

$$y^* = \frac{\alpha x}{1 + (\alpha - 1) x} \quad (\text{curva de equilibrio})$$

$$\begin{aligned} \text{y poniendo: } & -y = x \\ & -dy = dx \end{aligned}$$

se obtiene:

$$NTU = \frac{\alpha}{\alpha - 1} \frac{\int_{x_R}^{x_D} dx}{x(1-x)} \quad (19)$$

B) solución gráfica

La ecuación (18) podrá despejarse por vía gráfica, tal como se muestra en la figura 8.

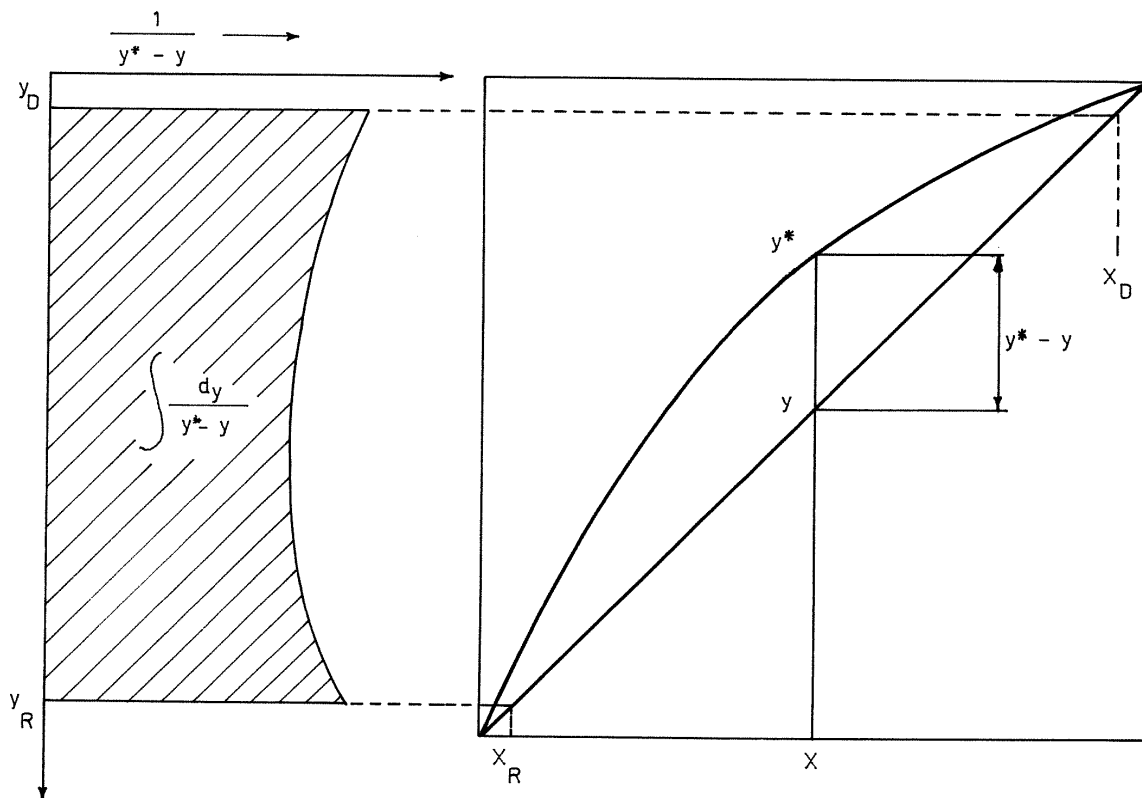


FIG. 8 - Integración gráfica de la ecuación (18)

2.3.7.2. Cálculo del HTU

La altura de la unidad de intercambio HTU generalmente se expresa de la manera siguiente:

$$(\text{HTU})_{\text{og}} = \frac{V}{K_{\text{og}} \pi a A} \quad (20)$$

o bien:

$$(\text{HTU})_{\text{ol}} = \frac{L}{K_{\text{ol}} \pi a A} \quad (21)$$

donde:

K_{og} = coeficiente de intercambio de materia en fase de vapor

K_{ol} = coeficiente de intercambio de materia en fase líquida

a = superficie específica de intercambio

A = sección de la columna

π = presión de servicio

V = caudal de la fase de vapor

L = caudal de la fase líquida

N.B. Las ecuaciones (20) y (21) podrán aplicarse donde los caudales V y L puedan considerarse constantes; por lo tanto, habrá que tener en cuenta los distintos caudales de las fases de vapor y líquida en el tronco de enriquecimiento y de empobrecimiento respectivamente.

El cálculo del HTU se realizará cuando se desee dimensionar una columna. Si la columna ya existe y está definida, el valor del HTU podrá obtenerse mediante la ecuación:

$$\text{HTU} = Z / \text{NTU} \quad (22)$$

donde el valor del NTU podrá calcularse con los métodos indicados en el apartado 2.3.3.7.1.

Cuando se conoce el valor del HTU, podrá resultar interesante calcular los valores de

$(K_{og} \cdot a)$ y $(K_{ol} \cdot a)$ de las ecuaciones (20) y (21).

2.3.8. Balances de materia y de calor

2.3.8.1. Balance de materia

Generalmente se dispone de los datos siguientes (véase figura 9):

- A = caudal de la alimentación
- Z_A = composición de la alimentación
- D = caudal del destilado
- x_D = composición del destilado
- ϕ = grado de vaporización
- R = caudal del residuo

Consideremos los dos balances globales de materia siguientes:

$$A = D + R \quad (23)$$

$$A Z_A = D \cdot x_D + R \cdot x_R \quad (24)$$

La (23) y la (24) forman un sistema de dos ecuaciones con dos incógnitas (R y x_R) fácilmente despejable.

A través de un balance de materia en el condensador, se obtiene también:

$$V = L + D \quad (25)$$

o sea:

$$V = D (L/D + 1) = D (r + 1) \quad (26)$$

Tras haber fijado la razón de reflujo r con la cual se pretende operar, se obtiene el valor de V y L, ya que es:

$$L/D = r \quad (27)$$

Conocidos V, L y el grado de vaporización, podrán desprenderse los caudales V' y L' utilizando las ecuaciones (12) y (13):

$$V' = V - \phi \cdot A \quad (28)$$

$$L' = L - (1 - \phi) \cdot A \quad (29)$$

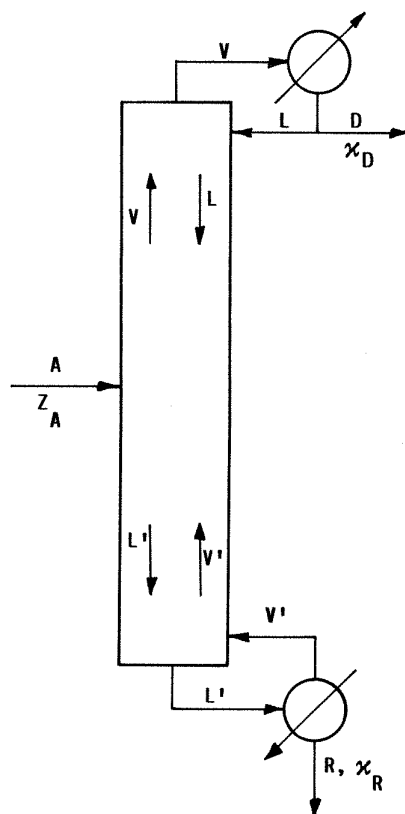


FIG. 9 - Esquema general de una columna de destilación

2.3.8.2. Balance de calor

En la figura 10 se muestra una representación simbólica de los calores considerados en el proceso de destilación continua.

La ecuación de balance impone que la suma de los flujos de calor en entrada al sistema sea igual a la suma de los flujos en salida, o sea:

$$A \times JA + Q_r = Q_c + D \times JD + R \times JR \quad (30)$$

donde:

JA = entalpía específica de la alimentación (cal/mol)

A = caudal de la alimentación (moles/h)

Q_r = calor cedido por la caldera (cal/h)

Q_c = calor absorbido por el condensador (cal/h)

JD = entalpía específica del destilado (cal/mol)

D = caudal del destilado (moles/h)

JR = entalpía específica del residuo (moles/h)

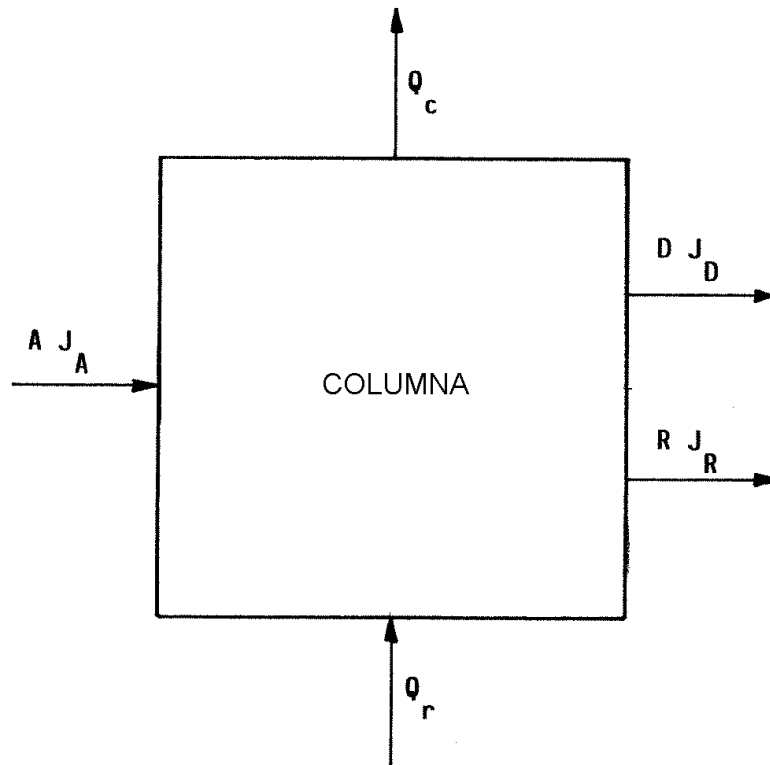


fig. 10 - Representación simbólica de los calores considerados

La expresión general del balance de calor (30) podrá escribirse bajo la forma práctica siguiente:

$$A(C_{PA,e} T_{bA} + \theta A) + Q_r = Q_c + D C_{CPD,e} T_D + R C_{PR,e} T_R \quad (31)$$

donde:

$C_{PA,e}$ = calor específico molar de la alimentación (cal/mol)

T_{bA} = temperatura de ebullición de la alimentación (° C)

$C_{CPD,e}$ = calor específico del destilado (cal/mol)

$C_{PR,e}$ = calor específico del residuo (cal/mol)

T_D = temperatura del destilado (° C)

T_R = temperatura del residuo (° C)

El valor de θ podrá determinarse fácilmente a través del diagrama (x,y) v.s (T) mediante el método de la palanca (fig. 11).

$$\phi = \frac{\text{-----}}{y - x}$$

N.B. Se asume como temperatura de referencia para las entalpías 0°C .

En los próximos apartados se explicará cómo expresar los distintos términos de la ecuación (5), en función de los datos operatorios de las condiciones de operación de la instalación.

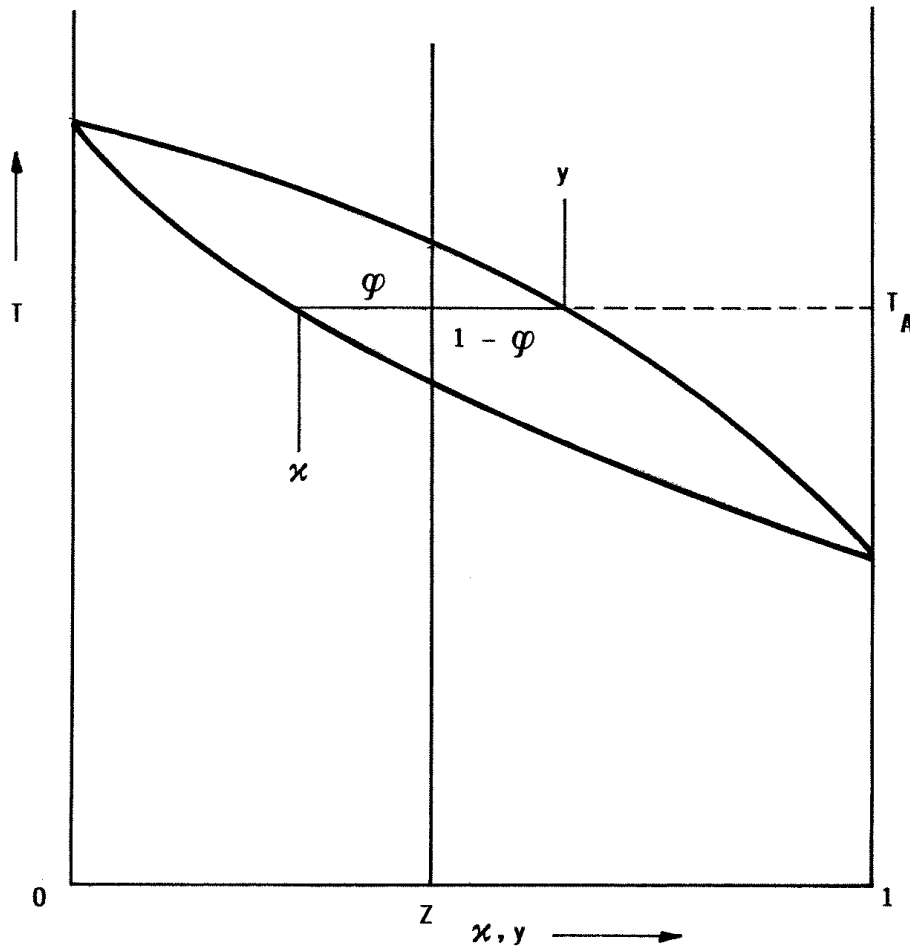


FIG. 11 - Determinación de ϕ para una temperatura T_A y una composición Z

2.3.9. Datos termodinámicos y curvas de equilibrio

A continuación se indican, para algunas mezclas binarias de comportamiento ideal, los datos necesarios para la construcción de los diagramas de equilibrio; estos últimos podrán construirse en base a las hipótesis de idealidad mediante las razones de RAOULT-DALTON.

$$x = \frac{P - P_2}{P_1 - P_2} \quad \text{curva de ebullición} \quad (32)$$

$$y = \frac{P_1}{P} \cdot x \quad \text{curva de rocío} \quad (33)$$

donde:

P = presión del sistema (mm.Hg)

P1 = tensión de vapor del componente más volátil (mm.Hg)

P2 = tensión de vapor del componente menos volátil (mm.Hg)

Las tensiones del vapor podrán calcularse mediante la ecuación siguiente:

$$\log P = A - \frac{B}{C + T} \quad (34)$$

donde A,B,C, son las constantes de ANTOINE para cada componente.

En la ecuación (34) los valores se expresan de la manera siguiente:

T = grados centígrados (° C)

P = milímetros de mercurio (mm.Hg)

Con las ecuaciones (32), (33) y (34) podrán construirse los diagramas isóbaros siguientes:

a) (x,y) v.s (T)

b) (y) v.s (x)

O bien, disponiendo del valor de la volatilidad relativa de la mezcla binaria, será más fácil trazar el diagrama (y) v.s (x) mediante la razón de BROWN (véase la ecuación n. 9' en el capítulo 2.3.2).

2.3.9.1. Mezcla binaria: Agua-Ácido Acético

a) Propiedades termodinámicas

	Agua	Acido acético
PM (g/mol)	18	60
C_V (cal/mol)	9720	9500
C_P (cal/mol °C)	18	28.08
T_b (°C)	100	118.10

b) Constantes de ANTOINE

	Agua	Acido acético
A	7.96681	7.18807
B	1668.21	1416.72
C	228.00	211.00

c) Volatilidad relativa

$$\alpha = 1.8014$$

A continuación se muestra una tabla en la cual se indican los valores de las composiciones de equilibrio. Los valores de x e y se refieren a las fracciones molares del agua, la cual es el componente más ligero de la mezcla binaria.

T (°C)	x(1)	y (2)	P1 (2)	P2 (2)	x (3)	y (3)
117.96	0.0002	0.0002	1395.84	761.14	-	-
117.92	0.0002	0.0003	1394.05	760.23	-	-
117.91	0.0002	0.0004	1393.60	753.83	-	-
117.64	0.0034	0.0069	1381.56	753.83	0.0098	0.0178
117.51	0.0055	0.0112	1375.80	750.87	0.0146	0.0264
115.03	0.0474	0.0979	1269.55	696.25	0.1112	0.1857
113.81	0.0812	0.1446	1219.80	670.57	0.1628	0.2613
111.51	0.1497	0.2382	1130.39	624.22	0.2682	0.3989
109.84	0.2198	0.3273	1069.91	592.20	0.3519	0.4950
108.16	0.2917	0.4071	1009.86	561.34	0.4429	0.5885
107.36	0.3378	0.4573	982.71	547.11	0.4887	0.6319
105.85	0.4198	0.5496	933.09	521.04	0.5799	0.7120
104.17	0.5359	0.6591	880.34	493.21	0.6891	0.7982
102.66	0.6483	0.7524	835.06	469.24	0.7948	0.8733
101.92	0.7388	0.8217	813.58	457.84	0.8493	0.9092
101.84	0.8251	0.9131	811.29	456.62	0.8554	0.9131
100.54	0.9212	0.9429	774.75	437.18	0.9563	0.9748
100.24	0.9676	0.9761	766.52	432.79	0.9804	0.9888
100.07	0.9891	0.9921	761.88	430.32	0.9943	0.9968

(1) Valores experimentales

(2) Valores calculados con las constantes de Antoine

(3) Valores calculados con las razones de Raoult-Dalton

*Tab. 1 Valores de equilibrio líquido-vapor
Mezcla binaria Agua-Ácido Acético*

En las figuras 12 y 13 se muestran los diagramas de equilibrio (x,y) v.s (T) e (y) v.s (x).

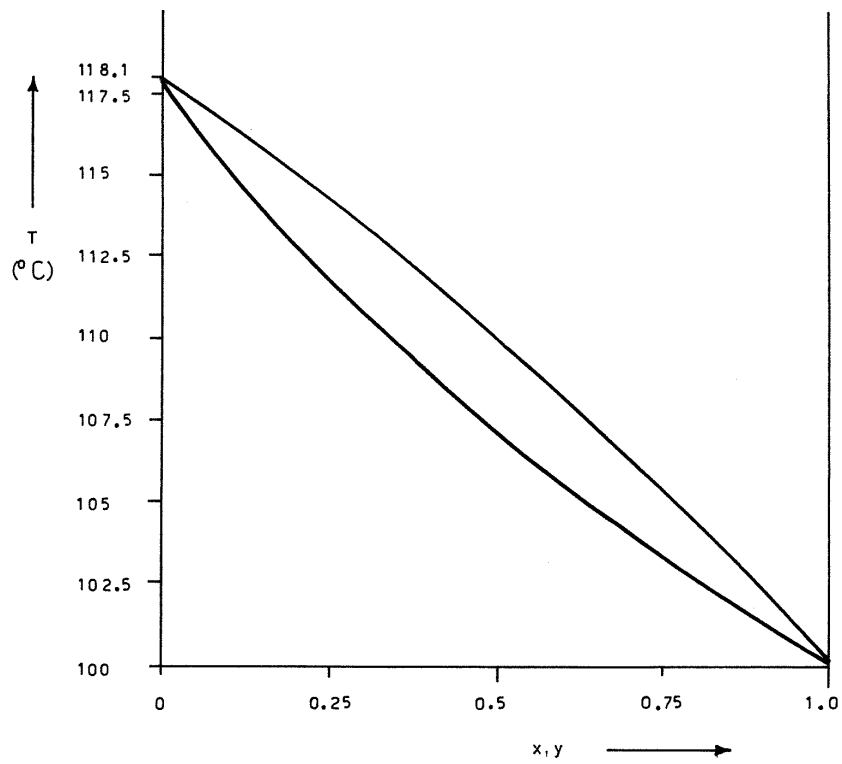


FIG. 12 - Sistema bifásico Agua - Ácido Acético Diagrama de equilibrio (x,y) versus (T)

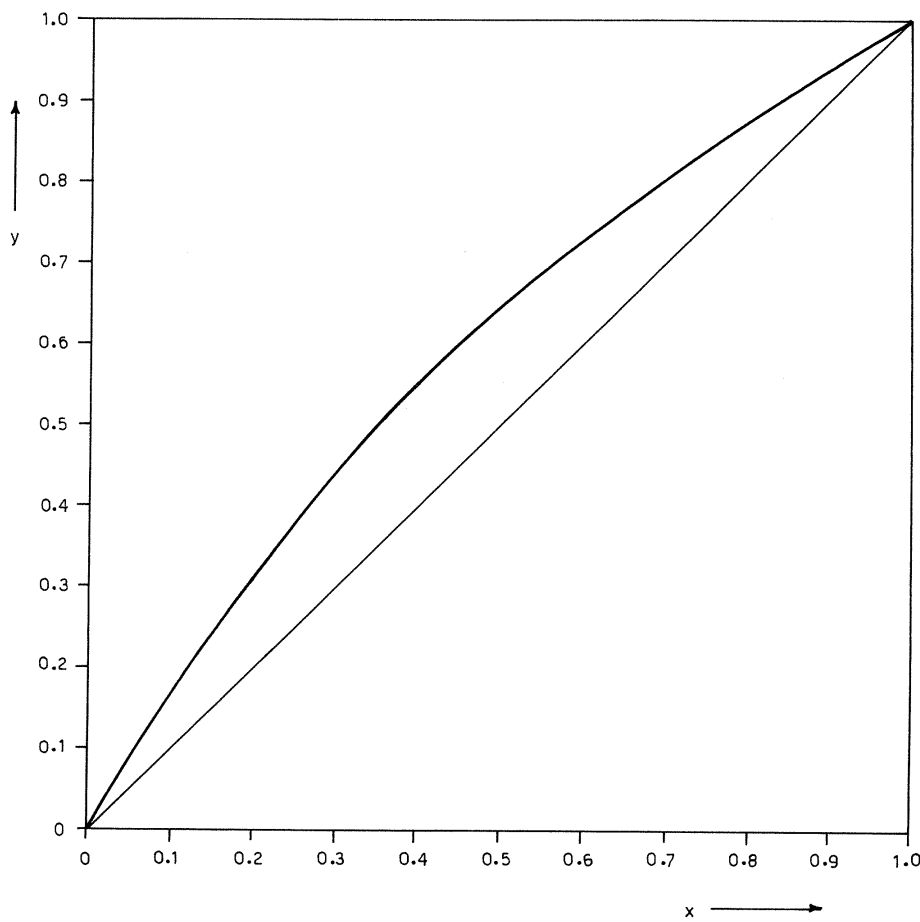


FIG. 13 - Sistema binario Agua - Ácido Acético Diagrama de equilibrio (y) versus (x)

a) Propiedades termodinámicas

	Metanol	Propanol
PM (g/mol)	32.04	60.09
C _V (cal/mol)	8360	9800
C _P (cal/mol °C)	21.56	37.13
T _b (°C)	64.7	97.2

b) Constantes de ANTOINE

	Metanol	Propanol
A	7.87863	7.99733
B	1473.11	15559.70
C	230.00	209.50

c) Volatilidad relativa

$$\alpha = 3.379$$

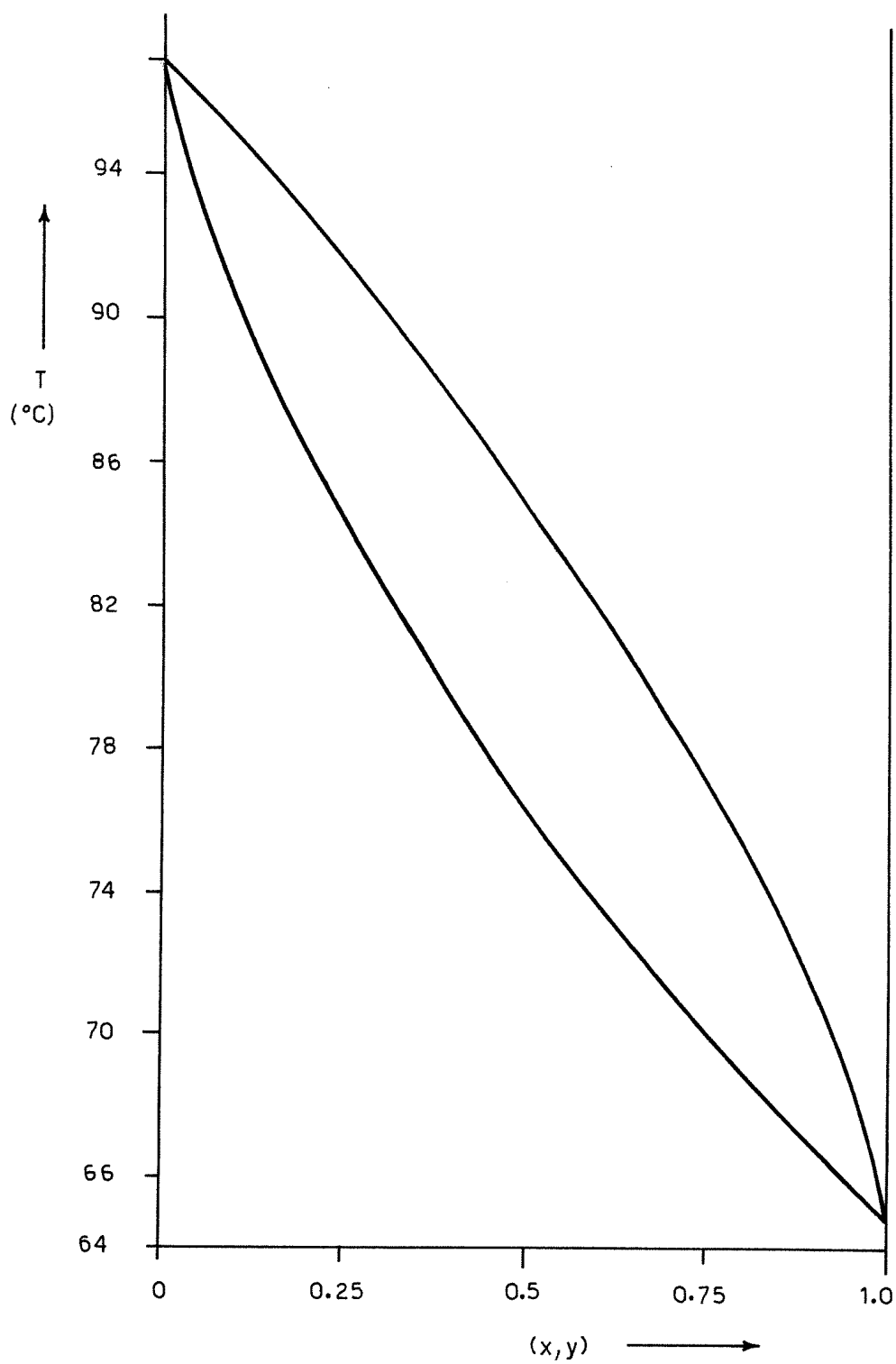
A continuación se muestra una tabla en la cual se indican los valores de las composiciones de equilibrio. Los valores de x e y se refieren a las fracciones molares del metanol, el cual es el componente más volátil de la mezcla binaria.

T (°C)	x (1)	y (1)	P1(2) mm.Hg	P2(2) mm.Hg	x (3)	y (3)
88.30	0.1550	0.4370	1780.6	575.3	0.1532	0.3589
83.59	0.2650	0.5950	1512.6	472.2	0.2766	0.5505
81.60	0.3100	0.6600	1416.0	435.9	0.3307	0.6161
78.80	0.3860	0.7250	1288.9	386.7	0.4165	0.7031
72.60	0.6110	0.8720	1024.4	294.1	0.6380	0.8599
67.20	0.8600	0.9650	835.6	229.4	0.8753	0.9623
66.50	0.8950	0.9750	813.4	221.9	0.9097	0.9736

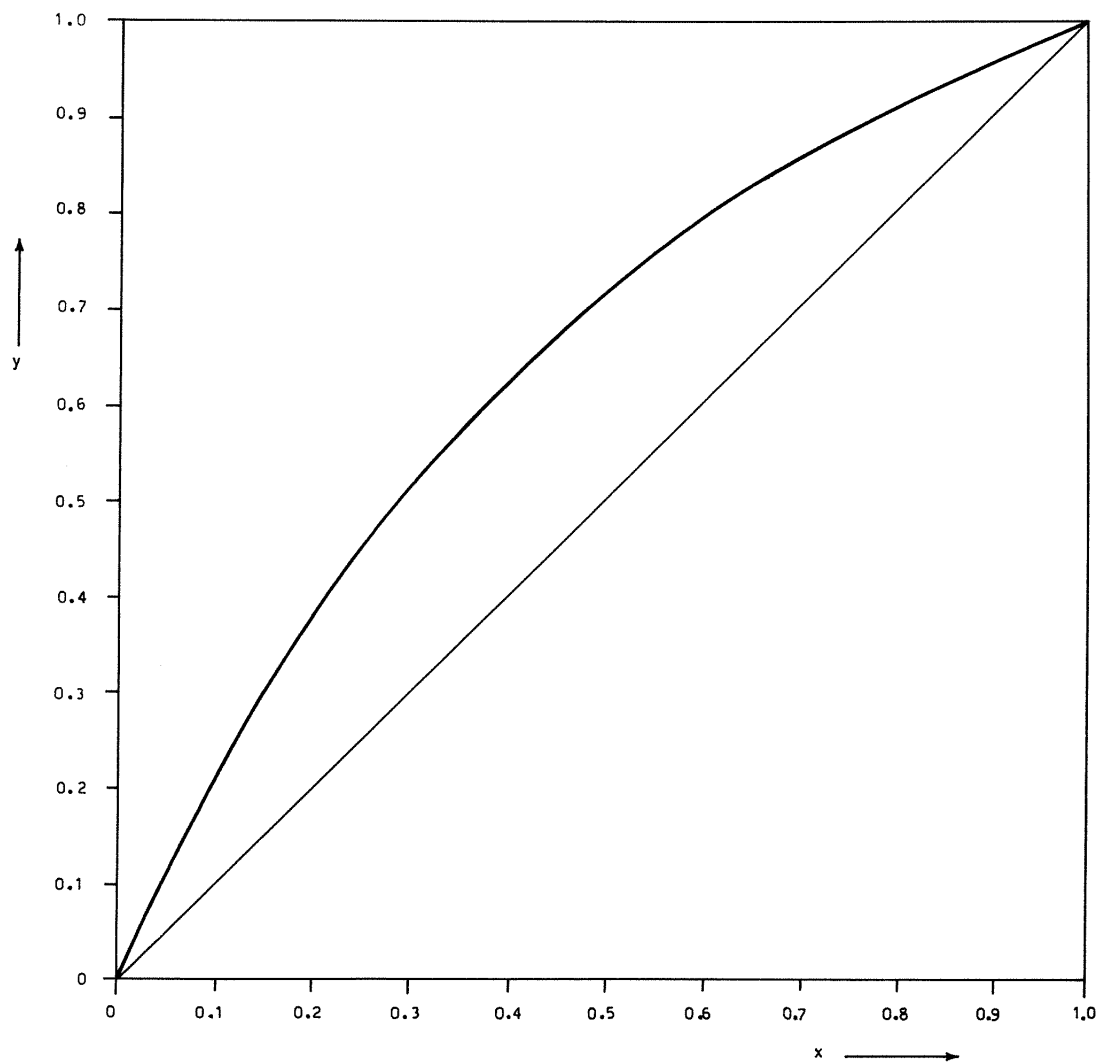
- (1) Valores experimentales
 (2) Valores calculados con las constantes de Antoine
 (3) Valores calculados con las razones de Raoult-Dalton

*Tab.2 Valores de equilibrio líquido vapor
 Mezcla binaria Metanol-Propanol*

En las figuras 14 y 15 se indican los diagramas de equilibrio (x,y) v.s (T) e (y) v.s (x).



*FIG. 14 - Sistema binario Metanol-Propanol
Diagrama de equilibrio (x,y) versus (y)*



*FIG. 15 - Sistema binario Metanol-Propanol
Diagrama de equilibrio (y) versus (x)*

2.3.9.3. Mezcla binaria Benceno-Tolueno

a) Propiedades termodinámicas

	Benceno	Tolueno
PM (g/mol)	78.1	92.1
C _V (cal/mol)	7380	8013
C _P (cal/mol °C)	35.7	43.3
T _b (°C)	80.1	110.6

b) Constantes de Antoine

	Benceno	Tolueno
A	6.90565	6.95354
B	1211.033	1343.943
C	220.790	219.337

c) Volatilidad relativa

$$\alpha = 2.493$$

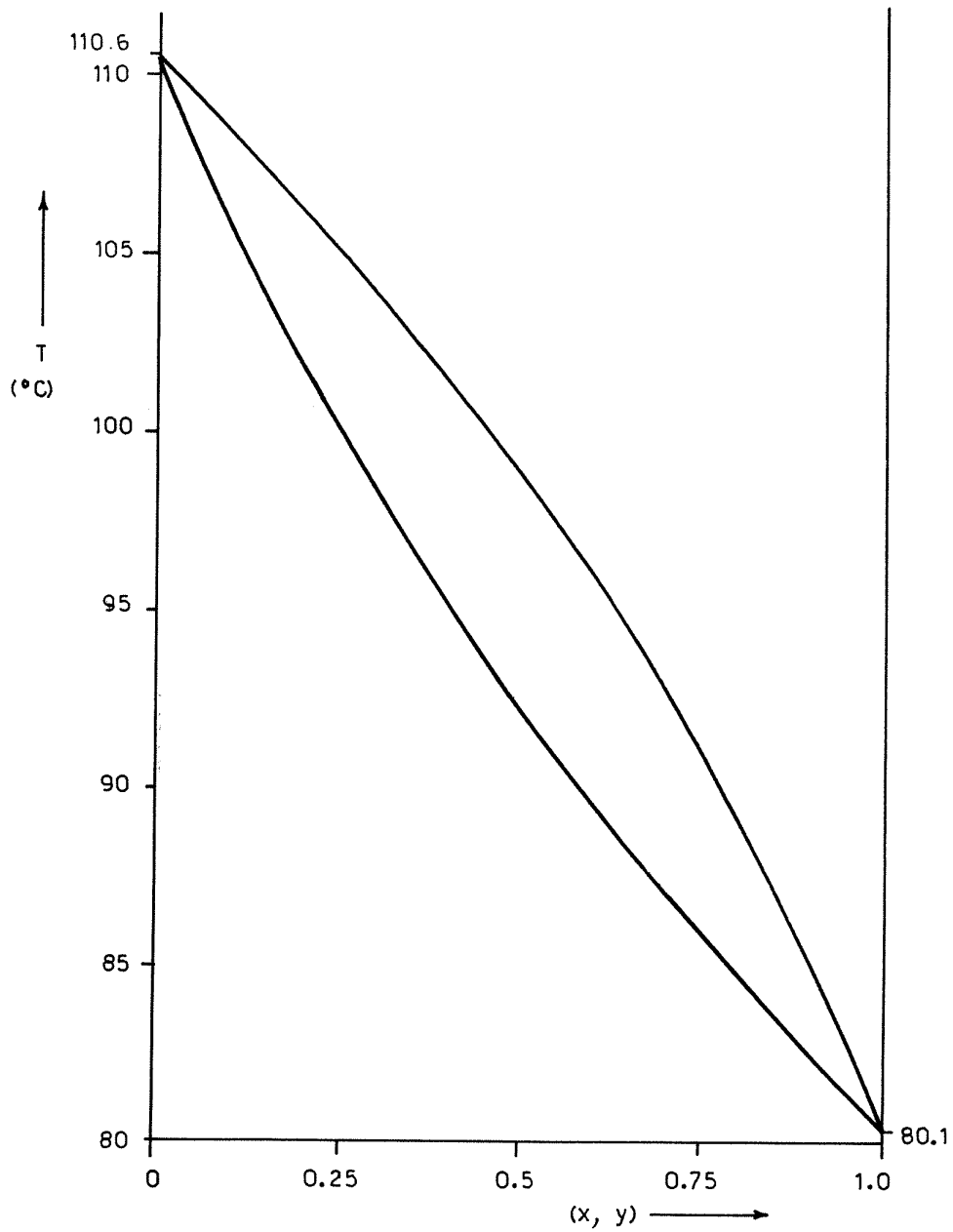
A continuación se muestra una tabla en la cual se indican los valores de las composiciones de equilibrio. Los valores de x e y se refieren a las fracciones molares del benceno, el cual es el componente más volátil de la mezcla.

T	x(1)	y(1)	P1(2)	P2(2)	x(3)	y(3)
80.1	1.000	1.000	760.0	292.2	1.000	1.000
81.2	0.950	0.979	786.1	303.5	0.946	0.979
82.3	0.903	0.957	812.9	315.1	0.894	0.956
84.4	0.803	0.914	866.0	338.2	0.799	0.910
86.8	0.700	0.853	093.0	366.4	0.698	0.854
89.4	0.592	0.798	1003.4	398.4	0.597	0.789
92.1	0.488	0.710	1084.4	435.1	0.500	0.714
95.2	0.397	0.618	1183.4	479.9	0.398	0.620
98.6	0.300	0.500	1300.0	533.1	0.296	0.506
102.2	0.200	0.370	1432.9	594.4	0.197	0.372
106.2	0.088	0.212	1588.3	667.1	0.101	0.211
110.6	-	-	1783.4	759.5	-	0.001

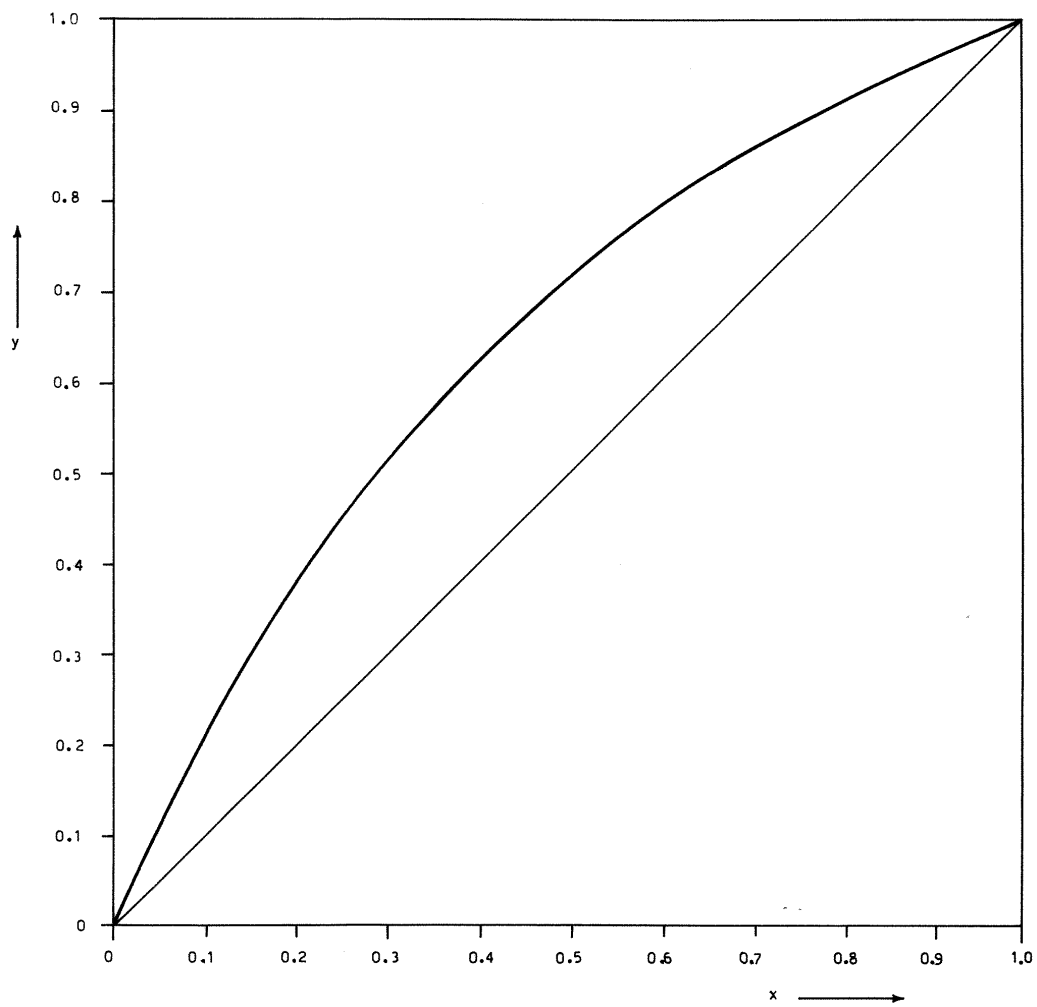
- (1) Valores experimentales
- (2) Valores calculados con las constantes de Antoine
- (3) Valores calculados con las razones de Raoult-Dalton

*Tab. 3 Valores de equilibrio líquido-vapor
Mezcla binaria Benceno-Tolueno*

En las figuras 16 y 17 se muestran los diagramas de equilibrio (x,y) v.s (T) e (y) v.s (x) .



*FIG. 16 - Sistema binario Benceno-Tolueno
Diagrama de equilibrio (x,y) versus (T)*



*FIG. 17 - Sistema binario Benceno - Tolueno
Diagrama de equilibrio (y) versus (x)*

2.3.9.4. Ejemplo de cálculo

A partir de una carga constituida por 260 kmoles/h de agua y alcohol metílico al 36% molar en alcohol, se pretende recuperar un destilado líquido al 90% en alcohol y un residuo con un porcentaje máximo del 5% molar en metanol.

La columna opera bajo presión atmosférica y la alimentación entra en la columna a 78°C .

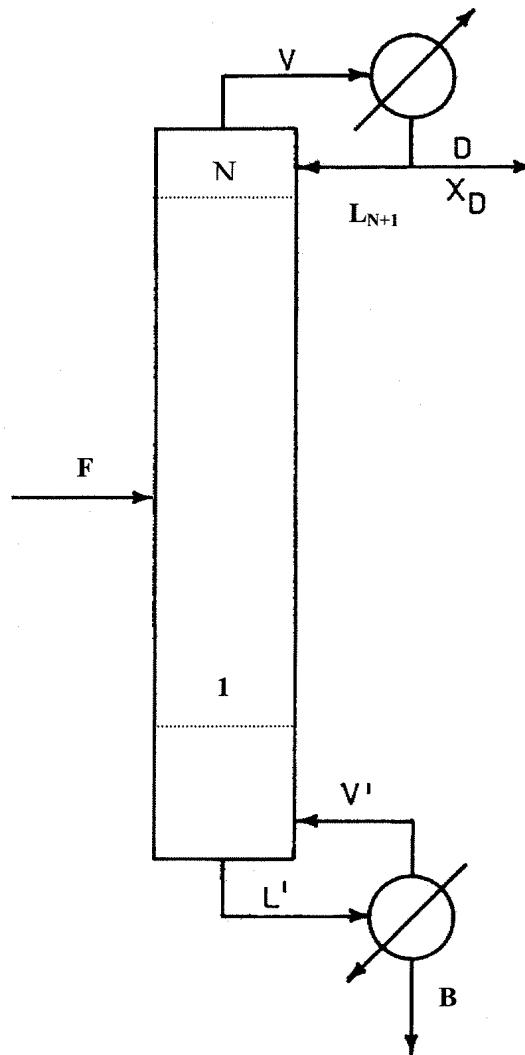


FIGURA 18

NOTA:

Se aplica el método de McCabe-Thiele, no obstante los calores latentes molares difieran del 20%, ya que la magnitud de la diferencia no altera perceptiblemente los resultados del cálculo.

1. **Cálculo del caudal del destilado**

$$D = 260 \cdot \frac{0.36 - 0.05}{0.9 - 0.05} = 94.8 \text{ kmoles/h}$$

$$B = 260 - 94.8 = 165.2 \text{ kmoles/h}$$

2. **Mediante el diagrama x, y se determinan 3.6 estadios teóricos mínimos**
(véase fig. 19).

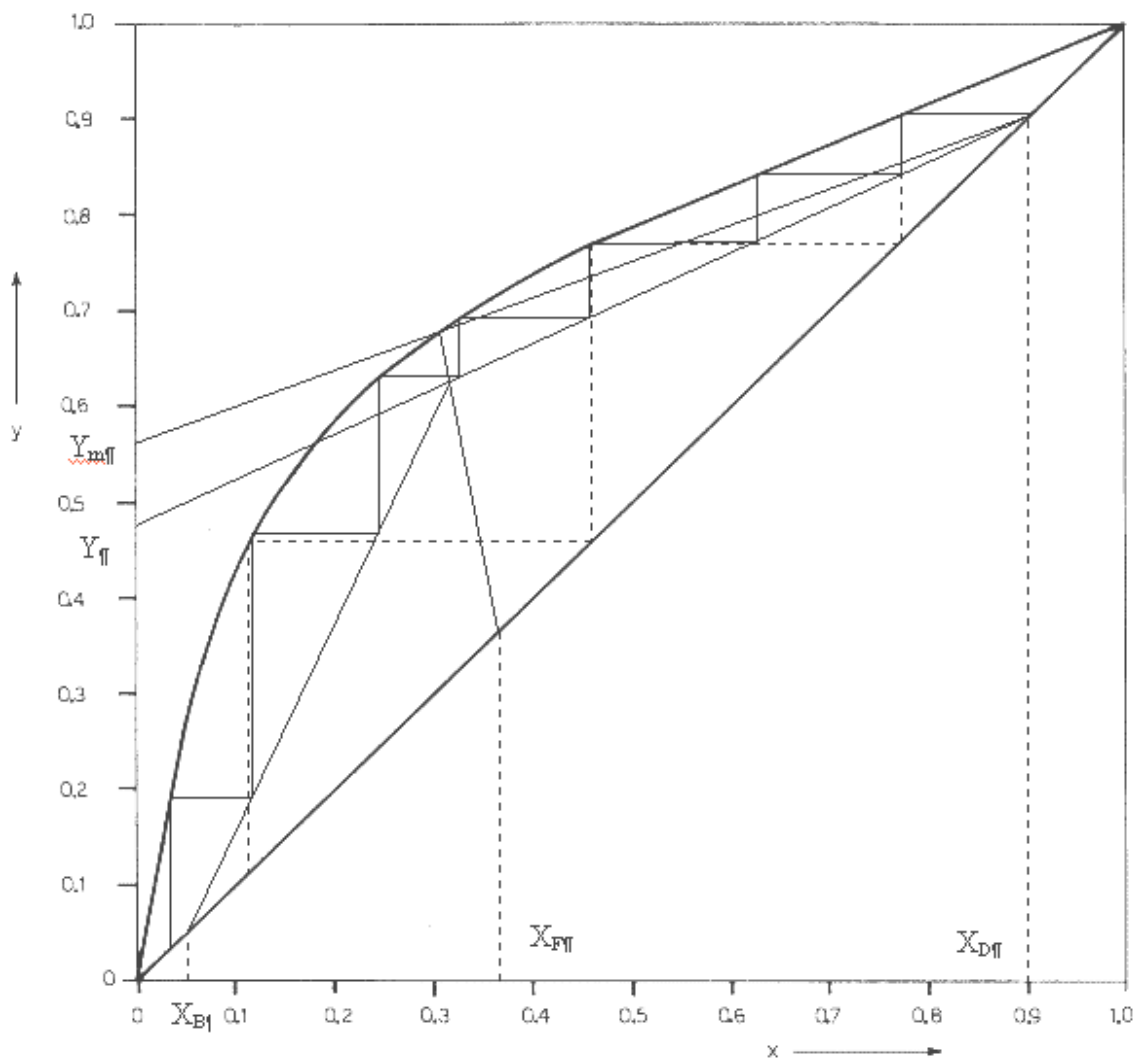


figura 19

-
3. **La temperatura de ebullición de la alimentación es $T_{EF} = 76^\circ \text{C}$, mientras que la temperatura de rocío es $T_{EF} = 89^\circ \text{C}$**

Mediante el diagrama entálpico se determinan las entalpías específicas siguientes:

$h_V = 410 \text{ kcal/kg}$ entalpía específica molar de la alimentación a la propia temperatura de rocío

$h_L = 40 \text{ kcal/kg}$ entalpía específica molar de la alimentación a la propia temperatura de ebullición

$h_F = 100 \text{ kcal/kg}$ entalpía específica molar de la alimentación en condiciones operatorias

Por lo tanto:

$$q = \frac{h_V - h_F}{h_V - h_L} = \frac{410 - 100}{410 - 40} = 0.84$$

4. **En el diagrama de la figura 20 se muestra la recta de frialdad y se determina la razón de reflujo mínima**

$$Y_m = \frac{X_D}{R_m + 1} = 0.542$$

$$R_m = \frac{0.9}{0.542} - 1 = 0.66$$

5. **Se asume $R = 1.36$ $R_m = 0.9$ y se traza la recta de trabajo de la sección de enriquecimiento que intercepta el eje de las ordenadas para:**

$$Y = \frac{0.9}{1.9} = 0.474$$

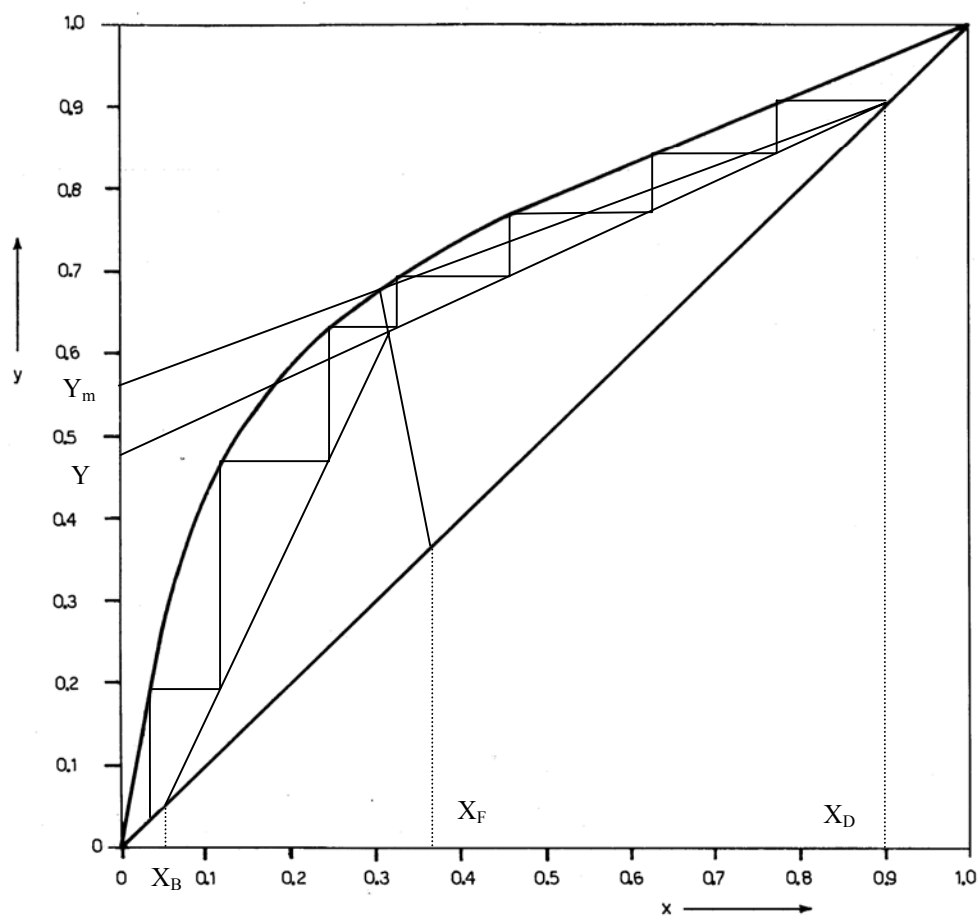


figura 20

6. Se traza la recta de trabajo de la sección de desorción y se determina el número de estadios teóricos, que resulta ser 7.3.

Ya que la caldera equivale a un estadio teórico, el número de estadios teóricos será $N = 6.3$.

7. Calor intercambiado en el condensador.

La temperatura de rocío y la de ebullición del destilado son equivalentes respectivamente a 68°C y 66°C .

Se determinan los caudales y las entalpías de los vapores de cabeza:

$$V = (1 + 0.9) \cdot 94.8 = 180.1 \text{ kmoles/h}$$

$$H_V = 1625000 \text{ kcal}$$

$$H_I = 204000 \text{ kcal}$$

Luego, se calcula el calor cedido por el condensador:

$$Q_c = 1620000 - 204000 = 1422000 \text{ kcal/h}$$

8. **La temperatura de ebullición del destilado es $T_B = 92^\circ \text{C}$.**

Las entalpías del destilado, del residuo y de la alimentación son respectivamente:

$$H_D = 107400 \text{ kcal/h}$$

$$H_B = 232500 \text{ kcal/h}$$

$$H_F = 600000 \text{ kcal/h}$$

Entonces, el calor cedido por la caldera será:

$$Q = 1422000 + 107400 + 232500 - 600000 = 1162000 \text{ kcal/h}$$

9. **Resultados finales:**

	Alimentación		Destilado		Reflujo		Residuo	
Compon.	kmoles/h	X_F	kmoles/h	X_D	kmoles/h	$X_{L, N+1}$	kmoles/h	X_B
Metanol	93.6	0.36	85.32	0.90	76.80	0.90	8.28	0.05
Agua	166.4	0.64	9.48	0.10	8.50	0.10	156.92	0.95
	260.0	1.00	94.8	1.00	85.30	1.00	165.20	1.00
Temp. °C	78		66		66		92	

Número de estadios teóricos $N = 6.3$

Calor intercambiado en el condensador: $Q_c = 1422000 \text{ kcal/h}$

Calor intercambiado en la caldera: $Q_R = 1162000$

3. COMPONENTES DEL CICLO

- Caldera de cola de la columna, capacidad 3 l, ejecución en vidrio borosilicato.
- Resistencia eléctrica, revestimiento en cuarzo, $P = 1600 \text{ W}$, sigla J1.
- Columna de destilación, ejecución en vidrio borosilicato, con 7 platos de campanas, sigla C1.
- Cabeza de reflujo y condensador de cabeza, ejecución en vidrio borosilicato, sigla E1.
- Electroválvula de regulación de la razón de reflujo y la toma del destilado, sigla EV1.
- Depósito de alimentación, capacidad 5 l, ejecución en vidrio borosilicato, sigla D1.
- Depósito de recogida del destilado, capacidad 1 l, ejecución en vidrio borosilicato, sigla D2.
- Depósito de recogida del producto de cola de la columna, capacidad 2 l, ejecución en vidrio borosilicato, sigla D3.
- Cambiadores de calor E2, E3 y E4, tipo tubo-tubo, ejecución en acero inox. AISI 304.
- Bomba de alimentación, cabezal en teflón, caudal $0\div 8,5 \text{ l/h}$, sigla G1, regulable con señal $4\div 20 \text{ mA}$.
- Bomba de vacío de paletas rotatorias con lubricación por aceite, caudal $4 \text{ m}^3/\text{h}$, sigla G2.
- 6 termorresistencias Pt 100 dobles, cubierta en acero inox. AISI 316.
- 6 indicadores electrónicos de temperatura, rango $0\text{-}199^\circ\text{C}$.
- 2 temporizadores para la regulación de la razón de reflujo y la toma del destilado.
- Unidad thyristor de 15 A, regulación de la potencia de la resistencia eléctrica de la caldera.

-
- Separador de gotas, ejecución en acero inox AISI 304, sigla S1.
 - Líneas de conexión y válvulas, ejecución en acero inox. AISI 316.
 - Vacuómetro, rango entre 0 y -1 bar, ejecución en acero inox. AISI 304, sigla PI2
 - Medidor electrónico de caudal de área variable, rango 20÷250 l/h, señal de salida 4-20 mA, ejecución en acero inox. AISI 304, sigla FI1.
 - Válvula neumática de regulación DN 1/4", $C_v = 0,32$, ejecución en acero inox. AISI 316 sigla FV1.
 - Válvula neumática de regulación DN 1/4", $C_v = 0,32$, ejecución en acero inox. AISI 316, sigla PV1.
 - 2 convertidores electroneumáticos 4-20 mA/0,2-1 bar.
 - Transmisor electrónico de presión residual, rango 0÷1000 mbar, señal de salida 4-20 mA, sigla PT1.
 - Indicador-controlador de microprocesador, 2 loops de regulación PID
 - Software de supervisión mod. SW-UDCA/EV.

4. PUESTA EN MARCHA Y OPERACIÓN DE LA UNIDAD DE DESTILACIÓN CONTINA EN “VERSIÓN MANUAL”

4.1- Servicios

A continuación se detallan los servicios requeridos para el funcionamiento de la Unidad de destilación continua mod. UDCA/EV:

- alimentación eléctrica: 220 V monofásica + T, potencia máx. 2,5 kW
- agua de red: consumo máx. 250 l/h, presión max. 2 bar
- aire comprimido: P = 6 bares, consumo máx. 5 Nm³/h

4.2- Breve descripción del ciclo

La Unidad de destilación continua básicamente está compuesta por una columna de platos de campanas, una caldera de cola de la columna completa de resistencia eléctrica, un condensador, una bomba de alimentación y una bomba de vacío.

La mezcla binaria, almacenada en un depósito, es alimentada en la columna por una bomba dosificadora luego de haber circulado por un intercambiador de calor para aumentar su temperatura. Tras haber llenado la caldera, la disolución comienza a calentarse a través de una resistencia eléctrica.

Luego que la disolución haya vaporizado y la fase de vapor haya condensado, se comienza a tomar el destilado manteniendo constante la razón de reflujo preestablecida.

4.3- Puesta a punto de la Unidad de destilación continua bajo presión atmosférica

- Cerrar las válvulas V2, V3, V6, V15, V9.
- Abrir las válvulas V1, V5, V7, V8, V10, V11, V13, V14, V12
- Llenar el depósito D1 con una mezcla binaria es: agua-metanol, agua-ácido acético y agua etanol.
- Conectar la instalación a la red eléctrica.
- Situar el conmutador AUTO/MAN/PC en posición **MAN**.

-
- Activar el interruptor AUTO-DIFF.
 - Presionar el pulsador “Start”.
 - Conectar la descarga del agua a la red de desagüe.
 - Conectar la instalación a la red hídrica y fijar el caudal en 150 l/h, actuando sobre la válvula V6.
 - Poner en marcha la bomba dosificadora G1, conmutador en la posición 1.
 - Llenar la caldera hasta ahogar completamente la resistencia eléctrica.
 - Parar la bomba G1.
 - Situar el conmutador "regulación del calentamiento" en posición 0 y el conmutador "regulación de la razón de reflujo" en posición 0.

4.4- Puesta en marcha

- Situar el selector "regulación del calentamiento" en posición 1.
- Girar el potenciómetro de la resistencia eléctrica en sentido dextrorso.
- Llevar la mezcla a ebullición.
- Dejar la columna en reflujo total durante aproximadamente 5 minutos.
- Poner en marcha la bomba G1; para el funcionamiento de la bomba en manual (por ejemplo, si antes estaba en automático), proceder de la manera siguiente:
 - presionar el pulsador P (parte delantera de la bomba) durante unos 5 segundos, el led deberá ponerse intermitente
 - con la flecha ↑ situarse en la posición MANUAL
 - confirmar con el pulsador P
 - si aparece la inscripción Stop la bomba está parada
 - la bomba arranca si se presiona el pulsador START.
- Alimentar, por ejemplo, durante 1 l/h.

-
- Fijar el temporizador “START” en 2 seg. y el temporizador “STOP” en 20 seg.
 - Situar el conmutador “regulación del reflujo” en posición 1.
 - Para variar el caudal de alimentación, aumentar o disminuir el número de los impulsos de la bomba G1.
 - Para aumentar o disminuir la razón de reflujo, variar los tiempos de intervención de la válvula electromagnética EV1 a través de los temporizadores.
 - Los indicadores electrónicos facilitan el perfil de las temperaturas a lo largo de la columna y por consiguiente la concentración de los componentes.

4.5- Parada de la instalación

- Parar la bomba G1.
- Agotar la columna.
- Cuando en la cabeza de la columna se tiene la máxima concentración del producto de cola, girar el potenciómetro "regulación del calentamiento" en sentido sinistrorso y situar el conmutador en posición 0.
- Después de unos 2-3 minutos, cerrar la entrada de alimentación del agua al condensador de cabeza (cerrar la válvula V7).
- Vaciar el depósito del destilado D2 y el del producto de cola de la columna D3.
- Cerrar la alimentación del agua al condensador de cabeza.

4.6- Anomalías de operación

- Si no se logra condensar el destilado, controlar que haya alimentación de agua en el condensador.
- Si la concentración del destilado es inferior a la deseada, aumentar la razón de reflujo.

-
- Si en la columna se produjo el fenómeno de anegamiento, disminuir la potencia a la resistencia eléctrica o disminuir la alimentación.

4.7- Emergencia

- Presionar el pulsador rojo de emergencia.

4.8- Cambio de la mezcla de alimentación

- Realizar las operaciones de parada habituales.
- Vaciar el depósito de alimentación D1; luego, llenarlo con agua desmineralizada.
- Realizar las operaciones de puesta en marcha.
- Alimentar 3 l/h de agua durante aproximadamente 1 h, de manera de lavar toda la instalación.
- Realizar las operaciones de parada y descargar toda la instalación.

4.9 Puesta a punto del sistema para la utilización de la Unidad de destilación continua en versión manual con presión reducida

- Cerrar las válvulas V2, V3, V6, V8, V14, V12, V15 y V9.
- Abrir las válvulas V1, V5, V7, V10, V11 y V13.
- Llenar el depósito D1 con una mezcla binaria, por ejemplo: agua-metanol
- Conectar la instalación a la red eléctrica.
- Situar el conmutador AUTO/MAN/PC en posición MAN.
- Activar el interruptor AUTO-DIFF.
- Presionar el pulsador “Start”.
- Conectar la descarga del agua a la red de desagüe.
- Conectar la instalación a la red hídrica y fijar el caudal en 150 l/h, actuando sobre la válvula V6.

-
- Poner en marcha la bomba dosificadora G1, conmutador en la posición 1.
 - Llenar la caldera hasta ahogar completamente la resistencia eléctrica.
 - Parar la bomba G1.
 - Situar el conmutador "regulación del calentamiento" en posición 0.
 - Situar el conmutador "regulación del reflujo" en posición 0.
 - Llenar el separador S1 con hielo seco para evitar la entrada de vapores en el cuerpo de la bomba G2.
 - Poner en marcha la bomba de vacío G2, conmutador en posición 1.
 - Controle la presión usando la valvula V12

4.10- Puesta en marcha

- Situar el conmutador "regulación del calentamiento" en posición 1.
- Girar en sentido dextrorso el potenciómetro de la resistencia eléctrica.
- Fijar el valor de la presión residual en el valor deseado.
- Llevar la disolución a ebullición.
- Dejar la columna en reflujo total durante aproximadamente 5 minutos.
- Poner en marcha la bomba G1.
- Alimentar, por ejemplo, 1 l/h.
- Poner el temporizador "START" en 2 segundos.
- Poner el temporizador "STOP" en 20 segundos.
- Situar el conmutador "regulación del reflujo" en posición 1.

-
- Para variar la alimentación aumentar o disminuir el número de impulsos de la bomba G1.
 - Para aumentar o disminuir la razón de reflujo, variar los tiempos de intervención de los temporizadores en la válvula electromagnética EV1.
 - Para tomar una muestra de destilado, proceder de la manera siguiente: cerrar la válvula V7 y V10, abrir la válvula V8, coger una probeta Erlenmeyer y descargar el contenido del depósito D2 abriendo la válvula V9; para volver a crear el vacío cerrar las válvulas V9 y V8 y abrir las válvulas V10 y V7.
 - Para tomar una muestra del producto de cola de la columna, proceder de la manera siguiente: cerrar las válvulas V5 y V13, abrir la válvula V14, coger una probeta Erlenmeyer y descargar el producto del depósito D3 abriendo la válvula V15; para volver a crear el vacío cerrar las válvulas V15 y V14 y abrir las válvulas V13 y V5.

5. PUESTA EN MARCHA Y OPERACIÓN DE LA UNIDAD DE DESTILACIÓN CONTINUA EN “VERSIÓN AUTOMATIZADA”

5.1- Servicios

A continuación se indican los servicios requeridos para el funcionamiento de la Unidad de Destilación continua mod. UDCA/EV:

- alimentación eléctrica: monofásica + T, potencia máx. 2,5 kW
- agua de red: consumo máx. 250 l/h, presión max. 2 bar
- aire comprimido: P = 6 bares, consumo máx. 5 Nm³/h

5.2- Breve descripción del controlador de microprocesador DIGITRIC 500

El regulador Digitric ha estado programado del siguiente modo:

- El loop n.1 se utiliza para controlar el caudal de alimentación del agua al condensador E1, rango 0÷250 l/h, sigla FIC1
- El loop n.2 se utiliza para controlar la presión residual de la instalación, rango 0÷1000 mbar, sigla PIC1
- El loop n.3 se utiliza para la salida como regulación de la potencia de calentamiento de la caldera, 4÷20 mA (0÷100 %) proporcional a 0÷1600 W y para visualizar las temperaturas TI1, TI2, TI3, TI4, TI5 y TI6
- El loop n.4 se utiliza para controlar los impulsos de la bomba dosificadora G1, 4÷20 mA (0÷100 %) proporcional a 0÷8.5 l/h

Damos a continuación algunas informaciones útiles sobre la utilización del regulador

Indicaciones en el display

- 1ª fila: fila de texto en la cual aparecen las indicaciones del menú y de los submenú
- 2ª fila: variable de proceso
- 3ª fila: visualización valores de set-point (SP), error; out, l/h, mbar, seleccionable con la tecla **Ind**
- 4ª fila: indicación del loop corriente

Descripción panel frontal

- La tecla **Loop**: permite seleccionar el loop deseado
- La tecla **Ind**: permite variar el parámetro visualizado en la tercera fila del display o además establecer los parámetros como será explicado a continuación
- La tecla **Esc/Menù**: permite entrar en el menú o salir del menú y de los submenú sin memorizar las modificaciones aportadas
- La tecla **Enter**: permite entrar en el menú, en los submenú y confirmar las modificaciones aportadas
- La tecla **M/A/C**: permite pasar de la modalidad automática a aquella manual
- Las teclas **▲ ▼** permiten aumentar o disminuir el valor de set-point, del parámetro seleccionado en la programación, o de recorrer el menú con los submenú
- La tecla **SP-w**: permite visualizar en la tercera fila el valor de set-point

Establecimiento de parámetros

El establecimiento de los parámetros es realizado por el submenú Parameter al cual se accede según la siguiente procedimiento:

- Entrar en el menú principal presionando la tecla **Esc/Menù**; posicionarse sobre el submenú Parameter recorriendo el elenco de los submenú con las teclas **▲ ▼**, entrar en el submenú presionando la tecla **Enter**
- Seleccionar el parámetro a modificar, recorriendo el elenco con las teclas **▲ ▼** y presionar la tecla **Enter** para seleccionarlo
- Para modificar el valor del parámetro presionar la tecla **Enter** y luego las teclas **▲ ▼**; con la tecla **Ind** es posible dirigirse sobre la cifra del número a modificar; presionando la tecla **Ind** por 3 seg se desplaza el punto decimal
- Para salir sin confirmar, presionar la tecla **Esc/Menù**
- Para confirmar los cambios, presionar la tecla **Enter**

Ejemplo: modificar el valor de GAIN (banda proporcional), acción integral y derivativa

- Presionar la tecla **Esc/Menú**
- Recorrer el elenco de los submenú con las teclas **▲** **▼** hasta Parameter
- Presionar la tecla **Enter**
- Colocarse sobre el loop de interés con las teclas **▲** **▼**
- Presionar la tecla **Enter**, aparece en la 1ª fila GAIN
- Presionar la tecla **Enter**
- Colocarse sobre la cifra que se desea cambiar presionando la tecla **Ind**
- Aumentar o disminuir el valor con las teclas **▲** **▼**
- Confirmar los cambios presionando la tecla **Enter**
- Para variar la acción integral (RESET TIME Tn) actuar como para GAIN
- Para variar la acción integral (RATE TIME Td) actuar como para GAIN

5.3- Puesta a punto de la Unidad de destilación continua bajo presión atmosférica

- Situar el conmutador MAN/AUT/PC en la posición AUT.
- Activar el interruptor AUTO-DIFF.
- Presionar el pulsador “Start”.
- Situar el conmutador de la bomba G1 en posición 0.
- Situar el conmutador de la potencia de la resistencia eléctrica en posición 0 y el conmutador del ajuste de la razón de reflujo en posición 0.
- Situar el conmutador de la bomba G2 en posición 0.
- Cerrar las válvulas V2, V3, V6, V15 y V9.
- Abrir las válvulas V1, V5, V7, V8, V10, V11, V13, V14, V12 y V16.
- La salida del tercer loop permite variar el número de los impulsos de la bomba G1.
- La bomba G1 se debe programar para el gobierno de la señal analógica procedente del controlador (4-20 mA):
 - Presionar el pulsador P del teclado durante 5 seg., la flecha pequeña situada en MANUAL deberá ponerse intermitente:
 - situarse con la flecha ↑ en ANALOG
 - presionar el pulsador P hasta situarse con la flecha pequeña en 4-20 mA
 - confirmar con el pulsador P
 - presionar el pulsador START para la puesta en marcha.
- Conectar la instalación a la red eléctrica.
- Conectar la instalación a la red hídrica.
- Conectar la instalación a la red del aire comprimido.
- Activar el interruptor automático/diferencial.
- Conectar la descarga del agua a la red de desagüe.
- Fijar el caudal de alimentación del agua al condensador de cabeza en 150 l/h, primer loop de regulación:

Control manual de caudal

- seleccionar el primero loop de el regulador con la tecla **Loop**
- pulsando la tecla **M/A/C** poner en el modo manual el loop - encender el led rojo
- seleccionar con la tecla **Ind** la salida Out y regular el valor, por ej. al 50 %, con las teclas **▲** **▼**

Control automatico de caudal

- seleccionar el primero loop de el regulador con la tecla **Loop**
 - seleccionar con la tecla **SP-w** el set point SP
 - regular el set point, por ej. en 150 l/h, con las teclas **▲** **▼**
 - pulsando la tecla **M/A/C** poner en el modo automático el loop - encender el led verde
- Situar el conmutador de la bomba G1 en posición 1.
 - Poner en marcha la bomba dosificadora G1, presionando el pulsador START de la bomba. Para la regulación del caudal de alimentación utilizar la salida del cuarto loop de regulación, 0-100% de salida corresponde a 0-120 pulsaciones por minuto:
 - seleccionar el cuarto loop de el regulador con la tecla **Loop**
 - seleccionar con la tecla **Ind** la salida Out y regular el valor, por ej. al 50 %, con las teclas **▲** **▼**
 - Llenar la caldera hasta ahogar completamente la resistencia eléctrica.
 - Parar la bomba G1.

5.4- Puesta en marcha

- Situar el conmutador "regulación del calentamiento" en posición 1.
- Dar potencia a la resistencia eléctrica utilizando la salida del tercero loop del controlador, 0-100% proporcional a 0-1600 W:
 - seleccionar el tercero loop de el regulador con la tecla **Loop**
 - regular el valor de la salida Out, por ej. al 50 %, con las teclas **▲** **▼**

-
- Llevar a ebullición la disolución.
 - Dejar la columna en reflujo total durante aproximadamente 5 minutos.
 - Situar el conmutador de la bomba G1 en posición 1.
 - Poner en marcha la bomba G1.
 - Alimentar, por ejemplo, 1 l/h.
 - Poner el temporizador "START" en 2 seg.
 - Poner el temporizador "STOP" en 20 seg.
 - Situar el conmutador "regulación del reflujo" en posición 1.
 - Para aumentar o disminuir la razón de reflujo, variar los tiempos de intervención de los temporizadores en la válvula electromagnética EV1.
 - Los indicadores electrónicos digitales facilitan los valores de las temperaturas a lo largo de la columna y por consiguiente la composición de los componentes de la mezcla.

5.5- Parada de la instalación

- Parar la bomba G1
- Agotar la columna.
- Cuando en la cabeza de la columna se tiene la máxima concentración del producto de fondo, llevar la potencia de la resistencia eléctrica a 0.
- Después de unos 2-3 minutos, cerrar la entrada del agua al condensador de cabeza (llevar el valor de set-point del loop de regulación a 0).
- Vaciar el depósito del destilado D2.
- Vaciar el depósito del producto de cola de la columna D3.
- Cerrar la alimentación de agua al condensador de cabeza.
- Situar el conmutador de la bomba G1 en posición 0.
- Situar el conmutador de la resistencia eléctrica en posición 0.
- Situar el conmutador de regulación de la razón de reflujo en posición 0.

5.6- Anomalías de operación

- Si no se logra condensar el destilado, controlar si hay agua en el condensador.
- Si la columna tiende al anegamiento, disminuir la potencia en el calentador o bien disminuir la alimentación.
- Si la concentración del destilado es inferior a la deseada, aumentar la razón de reflujo.

5.7- Emergencia

- Presionar el pulsador rojo de emergencia.

5.8 Puesta a punto del sistema para la utilización de la Unidad de destilación continua en versión automatizada con presión reducida

- Cerrar las válvulas V2, V3, V6, V8, V14, V12, V15, V9 y V16.
- Abrir las válvulas V1, V5, V7, V10, V11, V13.
- Llenar el depósito D1 con la mezcla binaria, por ejemplo: agua-metanol.
- Conectar la instalación a la red eléctrica.
- Situar el conmutador AUTO/MAN/PC en posición **AUT**.
- Insertar el interruptor AUTO-DIFF.
- Presionar el pulsador “Start”
- Conectar la descarga del agua a la red de desagüe.
- Conectar la instalación a la red hídrica y fijar el caudal en 150 l/h, primer loop del controlador.

Control manual de caudal

- seleccionar el primero loop de el regulador con la tecla **Loop**
- pulsando la tecla **M/A/C** poner en el modo manual el loop - encender el led rojo
- seleccionar con la tecla **Ind** la salida Out y regular el valor, por ej. al 50 %, con las teclas **▲** **▼**

Control automatico de caudal

- seleccionar el primero loop de el regulador con la tecla **Loop**
 - seleccionar con la tecla **SP-w** el set point SP
 - regular el set point, por ej. en 150 l/h, con las teclas **▲** **▼**
 - pulsando la tecla **M/A/C** poner en el modo automático el loop - encender el led verde
- La bomba G1 se debe programar para el gobierno de la señal analógica procedente del controlador (4-20 mA):
 - Presionar el pulsador P del teclado durante 5 seg., la flecha pequeña situada en MANUAL deberá ponerse intermitente:
 - situarse con la flecha **↑** en ANALOG
 - presionar el pulsador P hasta situarse con la flecha pequeña en 4-20 mA
 - confirmar con el pulsador P

-
- presionar el pulsador START para la puesta en marcha.
 - Poner en marcha la bomba dosificadora G1, presionando el pulsador START.
 - La salida del cuarto loop permite variar el número de los impulsos de la bomba G1:
 - seleccionar el cuarto loop de el regulador con la tecla **Loop**
 - seleccionar con la tecla **Ind** la salida Out y regular el valor, por ej. al 50 %, con las teclas **▲** **▼**
 - Llenar la caldera hasta ahogar completamente la resistencia eléctrica.
 - Parar la bomba G1.
 - Situar el conmutador "regulación del calentamiento" en posición 0.
 - Situar el conmutador "regulación del reflujo" en posición 0.
 - Llenar el separador S1 con hielo seco para evitar la entrada de vapores en el cuerpo de la bomba.
 - Poner en marcha la bomba de vacío G2, conmutador en posición 1.
 - Fijar el valor de la presión utilizando el segundo loop del controlador:



Control manual de presión

- seleccionar el segundo loop de el regulador con la tecla **Loop**
- pulsando la tecla **M/A/C** poner en el modo manual el loop - encender el led rojo
- seleccionar con la tecla **Ind** la salida Out y regular el valor, por ej. al 50 %, con las teclas **▲** **▼**

Control automático de presión

- seleccionar el segundo loop de el regulador con la tecla **Loop**
- seleccionar con la tecla **SP-w** el set point SP
- regular el set point, por ej. en 500 mbar, con las teclas **▲** **▼**
- pulsando la tecla **M/A/C** poner en el modo automático el loop - encender el led verde

5.9- Puesta en marcha

- Situar el conmutador "regulación del calentamiento" en posición 1.
- Suministrar potencia a la resistencia eléctrica utilizando la salida del tercer loop del controlador, 0-100% (4-20 mA) proporcional a 0-1600 W:
 - seleccionar el tercer loop de el regulador con la tecla **Loop**
 - regular el valor de la salida Out, por ej. al 50 %, con las teclas  
- Fijar el valor de la presión residual en el valor deseado.
- Llevar la disolución a ebullición.
- Dejar la columna en reflujo total durante aproximadamente 5 minutos.
- Poner en marcha la bomba G1.
- Alimentar, por ejemplo, 1 l/h.
- Poner el temporizador "START" en 2 seg.
- Poner el temporizador "STOP" en 20 seg.
- Situar el conmutador "regulación del reflujo" en posición 1.
- Para variar la alimentación es suficiente aumentar o disminuir el número de los impulsos de la bomba G1.
- Para aumentar o disminuir la razón de reflujo, variar los tiempos de intervención de los temporizadores en la válvula electromagnética EV1.
- Los indicadores electrónicos digitales proporcionan los valores de las temperaturas a lo largo de la columna y por consiguiente la composición de los componentes de la mezcla.
- Descarga del depósito del producto de cola de la columna D3: cerrar las válvulas V5 y V13, abrir la válvula V14, coger una probeta Erlenmeyer y descargar el contenido del depósito D3 abriendo la válvula V15.
- Para crear nuevamente el vacío, cerrar las válvulas V15 y V14 y abrir las válvulas V13 y V5.
- Descarga del depósito del destilado D2: cerrar las válvulas V7 y V10, abrir la válvula V8, tomar una probeta Erlenmeyer y descargar el contenido del depósito D3 abriendo la válvula V9.
- Para crear nuevamente el vacío, cerrar las válvulas V9 y V8 y abrir las válvulas V10 y V7.

6. CONDUCCION DE LA INSTALACION CON EL SOFTWARE DE SUPERVISION

6.1 Observaciones generales

El software para la supervisión del proceso permite controlar la instalación a partir de un Ordenador Individual

Tiene la estructura típica de los sistemas utilizados en el ámbito industrial. En efecto, es posible:

- visualizar en la pantalla el sinóptico de la instalación cuyo funcionamiento hay que supervisar y controlar;
- visualizar los parámetros del proceso de forma numérica o como tendencia en tiempo real o histórico;
- modificar las condiciones de funcionamiento interviniendo en el valor de consigna, en los parámetros PID de regulación, en los elementos ON-OFF, etc.

La configuración del Ordenador Individual debe ser la siguiente:

- tarjeta VGA
 - disco duro
 - ratón
 - Win
-
- Se puede utilizar el software de supervisión con cualquier Ordenador Individual IBM o compatible IBM; las operaciones posibles son las siguientes:
 - Habilitación, invalidación de la instalación
 - Visualización en tiempo real de todas las magnitudes (caudales, niveles, etc.)
 - Modificación de los parámetros de los bucles de regulación
 - Encendido/parada de bombas, resistencias, agitadores, electroválvulas, etc.
 - Visualización de las tendencias históricas y en tiempo real.

6.2. Utilización de la instalación en la versión computerizada

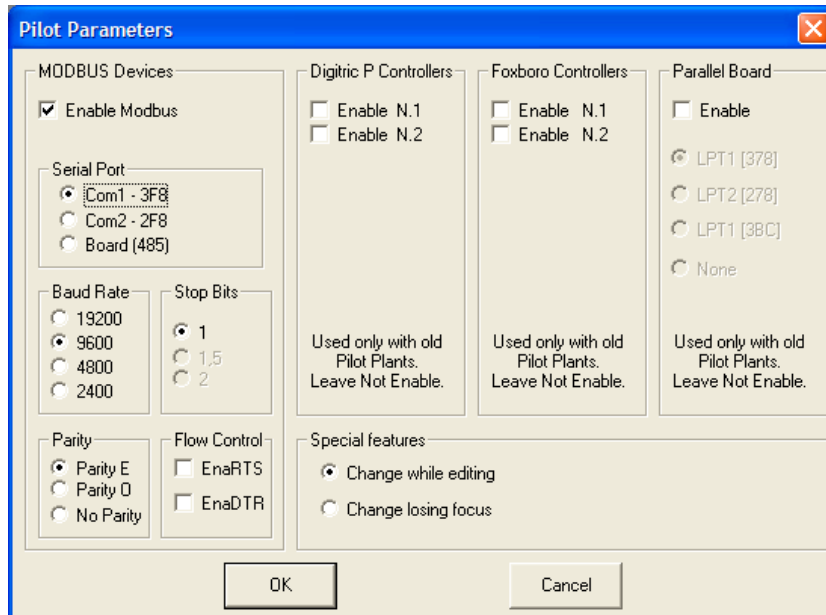
- Instalar en el Ordenador Individual, a partir de Windows, el software de supervisión (PROGRAM INSTALLATION) y el software específico de la instalación (PLANT INSTALLATION) utilizando el autoplay del CD ROM.



Fig. 6.1

- Utilizando el cable en serie conectar la instalación al Ordenador Individual, en la puerta COM1 (o COM2).
- Situar el selector AUT/MAN/PC en la posición "PC".
- Lanzar el software de supervisión Pilot for Windows.

Plantear el menú Parámetros (*Parameters*) de la manera siguiente:

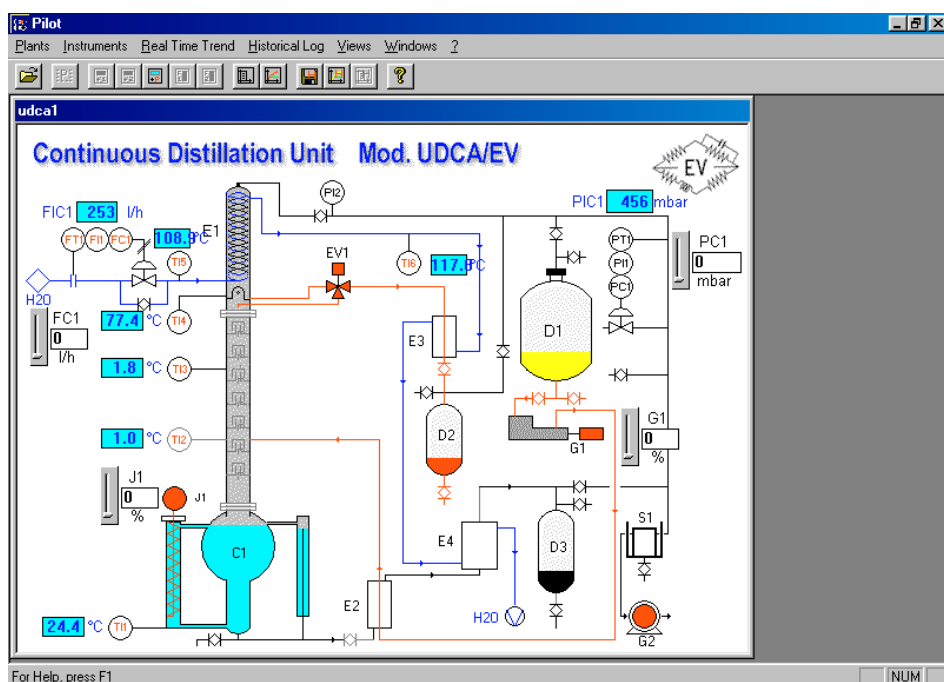


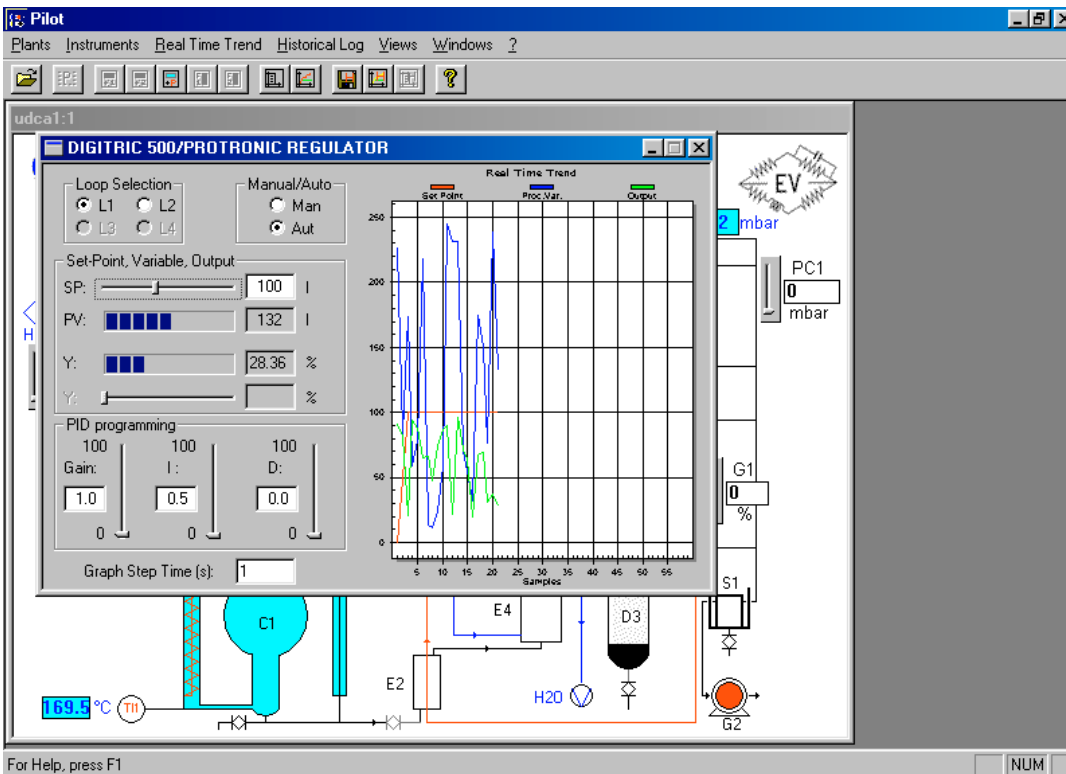
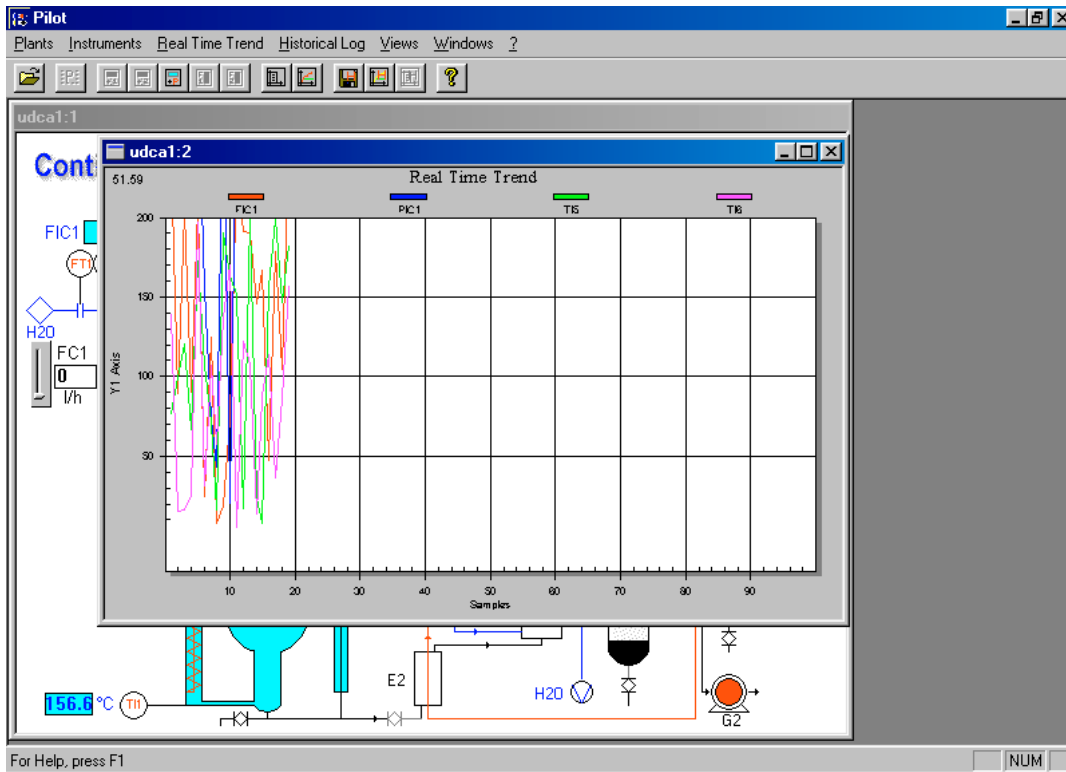
- Si se usa la puerta en serie COM2 seleccionar COM2.
- Abrir el fichero UDCA para efectuar la supervisión de la instalación.

Las modalidades operativas son las mismas que las usadas en el modo automático.

Para ulteriores informaciones sobre la utilización del software, consultar el *help on line*.

A continuación se ilustran algunos ejemplos posibles de ventanas.





7. PRUEBA EXPERIMENTAL

Estudio del “split” de separación en función de la razón de reflujo

- Mezcla binaria: agua - metanol
- Características químico-físicas
- Tensión de vapor de los componentes puros:

$$P_{\text{CH}_3\text{OH}} = \exp \left(18.5857 - \frac{36.26}{T(^{\circ}\text{K}) - 34.29} \right)$$

$$P_{\text{H}_2\text{O}} = \exp \left(18.3036 - \frac{3818.44}{T(^{\circ}\text{K}) - 46.13} \right)$$

$$\lambda_{\text{CH}_3\text{OH}} = 8.4 \text{ kcal / g mol}$$

$$\lambda_{\text{H}_2\text{O}} = 9.7 \text{ kcal / g mol}$$

El sistema Metanol-Agua no es ideal, por lo que es conveniente utilizar los datos experimentales de la tabla A.

Condiciones de operación

- Alimentación: 1 kg/h de mezcla al 28% en peso de metanol

$$\text{Peso específico a } 20^{\circ}\text{C} = 0.956 \text{ kg/dm}^3$$

- Marcha durante aproximadamente 2 horas con razón de reflujo 1:1.
- Marcha durante aproximadamente 2 horas con razón de reflujo 2:1.

Las razones de reflujo planteadas no son las reales, ya que se verifican pérdidas térmicas a lo largo de la columna.

A través de los balances de energía resulta que las razones reales (R_T) son respectivamente:

	X_D fracción molar del destilado	X_B fracción molar del producto de cola
$R = 1; R_T = 1.9$	0.865	0.06
$R = 2; R_T = 4.8$	0.93	0.04

Como puede apreciarse aumentando R_T la columna fracciona Metanol más puro en la cabeza y presenta un mejor agotamiento del producto de cola de la columna.

Con los datos obtenidos es posible construir los diagramas de McCabe-Thiele respectivos, a través de los cuales se puede ver que la columna tiene aproximadamente 4 estadios teóricos.

Para la conversión rápida de fracción molar a % en peso se construyó el diagrama que se muestra en la figura 26.

En las figuras 27 y 28 están representados los balances de materia y de energía para las dos marchas experimentales.

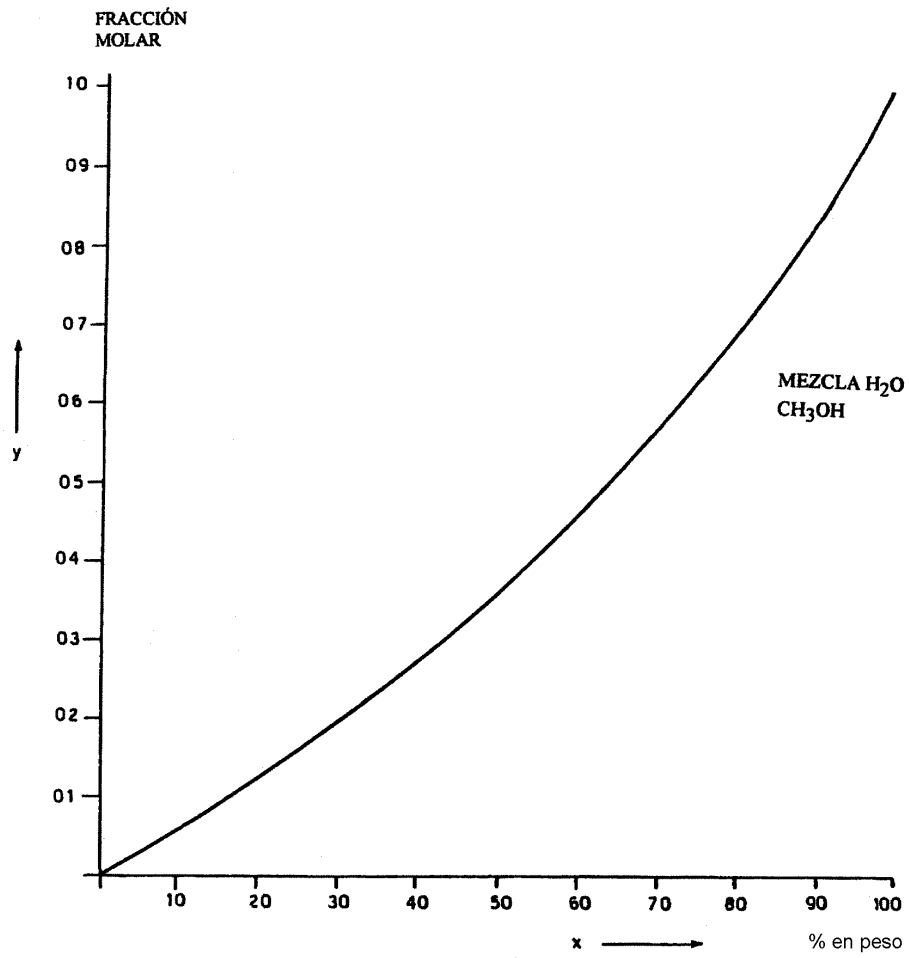


Fig. 26- Fracción molar/% en peso del metanol

% en peso M OH en el líquido	% en peso M OH en el vapor	fracción molar CH₃OH en el líquido	fracción molar CH₃OH en el vapor
0	0	0	0
1	7,3	0,00565	0,0424
4	23,5	0,0229	0,0147
6	31,5	0,0346	0,205
10	43,4	0,059	0,301
20	61,0	0,123	0,468
30	70,5	0,194	0,573
40	76,7	0,273	0,649
50	81,2	0,360	0,708
60	84,8	0,458	0,758
70	88,3	0,567	0,809
80	92,1	0,692	0,967
90	96,0	0,836	0,931
100	100	1,0	1,0

Pt= presión total

PmCH₃OH=32

PmH₂O=18

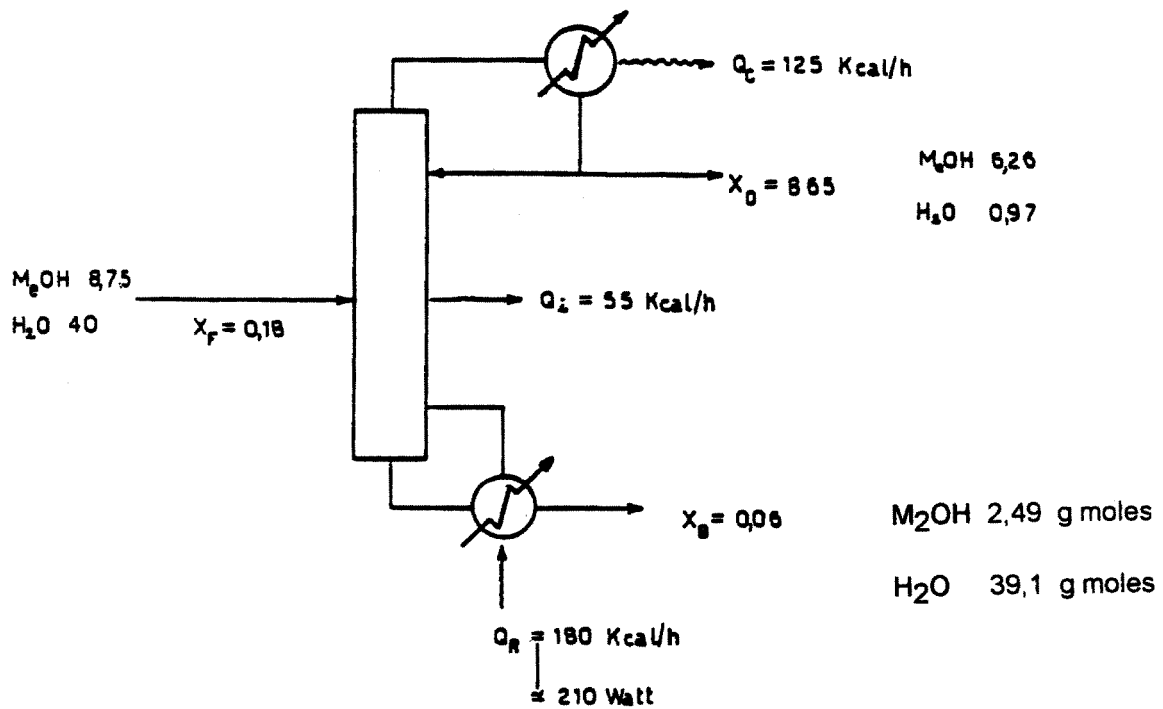


Fig. 27 - Balance de materia y energía

$$Q_c = 50 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \times \frac{\text{kcal}}{\text{kg} \times ^\circ\text{C}} \times (20 - 17.5)^\circ\text{C} \frac{\text{kcal}}{\text{h}}$$

$$Q_1 = Q_R - Q_c = 180 - 125 = 65 \text{ kcal/h}$$

$$R_1 = Q_i / (8.4 \times 6.26 + 9.7 \times 97) = 0.9 \text{ aprox.}$$

$$R_T = R + 0.9 = 1 + 0.9 = 1.9$$

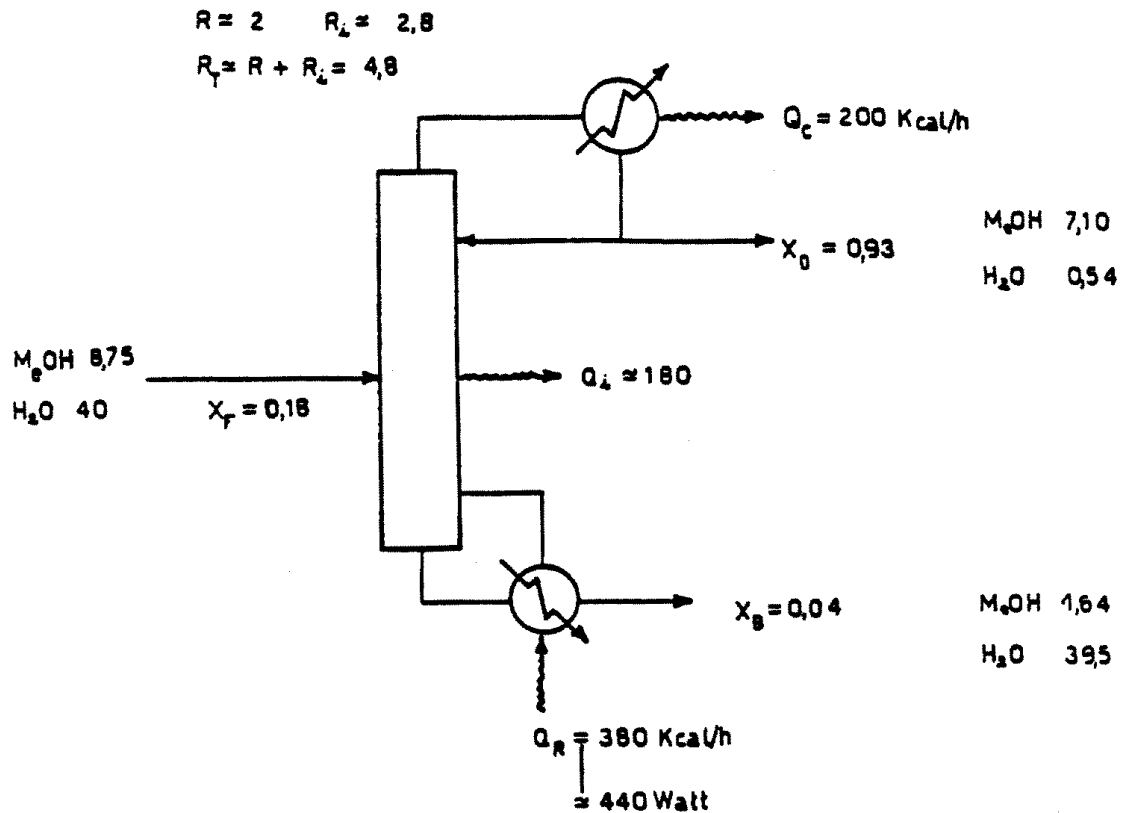


Fig. 28- Balance de materia y energía

$$Q_c = 50 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \times (21 - 17)^\circ\text{C} \times 1 \frac{\text{kcal}}{\text{kg} \times ^\circ\text{C}} = 200 \text{ kcal/h}$$

$$Q_i = Q_R - Q_c = 180 \text{ kcal/h}$$

$$R_i = Q_i / (\lambda_{\text{CH}_3\text{OH}} \times 7.1 + \lambda_{\text{H}_2\text{O}} \times 0.54)$$

R = Reflujo de cabeza

R_i = Reflujo interior

R_T = Reflujo total

Q_c = Calorías cedidas al condensador, kcal/h

Q_i = Calorías cedidas a lo largo de la columna

Q_R = Calorías cedidas a la caldera

X_F = Fracción molar de alimentación

X_B = Fracción molar del producto de cola

X_D = Fracción molar del destilado

λ_{CH₃OH} = 8.4 kcal/g mol

λ_{H₂O} = 9.7 kcal/g mol

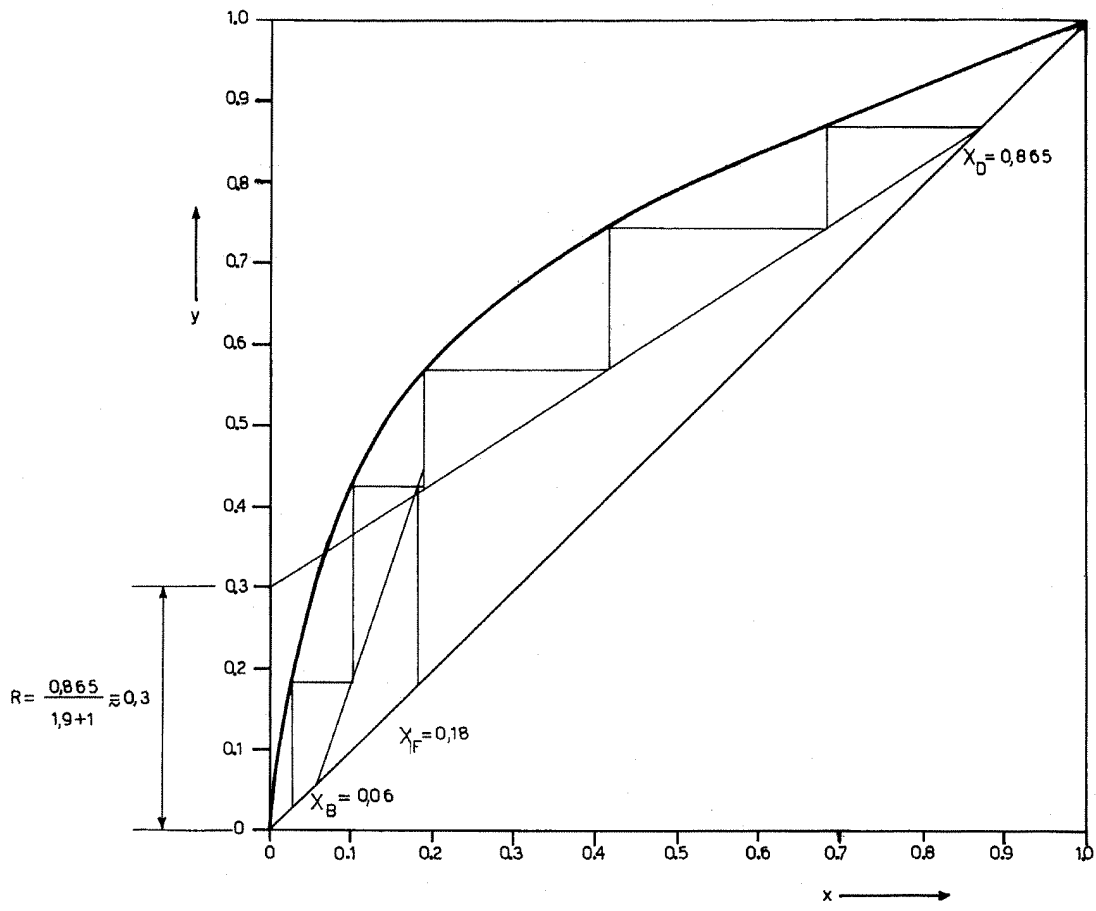


Fig. 29

8. SECUREDAD

- Antes de abrir el tablero eléctrico, quitar tensión
- Utilizar guantes y anteojos de protección cuando se manipolan regentes
- Se recomienda para utilizar la planta debajo de una capilla del humo o en un ambiente bien aireado

9. DOCUMENTACIÓN TÉCNICA



ELETTRONICA VENETA spa - 31045 Motta di Livenza (Treviso) ITALY
Via Postumia. 16 – Tel. +39 0422 7657 r.a. – Fax +39 0422 861901
www.elettronicaveneta.com

All rights reserved. No part of this publication may be reproduced, stored in any retrieval system, or transmitted in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording, or otherwise without the prior written permission of Elettronica Veneta S.p.a.