

Tesis de Posgrado

Cálculo y verificación de una columna para la rectificación del sistema n butanol- agua

Cosarinsky, Gastón O.

1955

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Ciencias Químicas de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en digital.bl.fcen.uba.ar. Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in digital.bl.fcen.uba.ar. It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

Cita tipo APA:

Cosarinsky, Gastón O.. (1955). Cálculo y verificación de una columna para la rectificación del sistema n butanol- agua. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0852_Cosarinsky.pdf

Cita tipo Chicago:

Cosarinsky, Gastón O.. "Cálculo y verificación de una columna para la rectificación del sistema n butanol- agua". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1955. http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0852_Cosarinsky.pdf

EXACTAS UBA

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales



UBA

Universidad de Buenos Aires

CALCULO Y VERIFICACION DE UNA COLUMNA PARA LA
RECTIFICACION DEL SISTEMA n BUTANOL-AGUA

por

GASTON O. COSARINSKY

Resumen de la Tesis presentada a la Facultad
de Ciencias Exactas y Naturales de la
Universidad Nacional de Buenos Aires para
optar al Título de Doctor en Química

852

BUENOS AIRES

1956

RESUMEN

CAPITULO I - EL BUTANOL - USO INDUSTRIAL.

Se reseñan los usos industriales del Butanol como solvente de lacas, como intermediario en la producción de plastificantes, de agentes de flotación y de herbicidas.

Se señala su utilidad como deshidratante azeotrópico y su empleo en la manufactura de antibióticos.

CAPITULO II - PROPIEDADES FISICAS DEL n-BUTANOL Y SUS SOLUCIONES ACUOSAS.

Se ha agrupado en este capítulo una recopilación de propiedades físicas del n-butanol y del sistema n-butanol-agua que tienen relación con el cálculo y operación de una unidad destiladora. Se destaca la propiedad del n-butanol y agua de ser parcialmente miscibles y de formar heteroazeotropo.

CAPITULO III - CALCULO DEL NUMERO DE PLATOS DE LA COLUMNA RECTIFICADORA.

A - Descripción del proceso

Se describe el proceso tal como se prevee que va a ocurrir en una unidad de destilación discontinua. La composición del contenido de la caldera va variando a medida que la destilación progresa y pasa desde butanol saturado con agua que es la carga a butanol anhidro.

La composición del destilado también varía, comenzándose por recibir el heteroazeotropo que se reordena en dos capas inmiscibles, luego se recibe butanol húmedo y finalmente anhidro. Así es como se divide la destilación en tres etapas bien definidas cuyas características se dan.

B - Cálculo del número de platos para una unidad de destilación discontinua.

Se reseña el método gráfico de Mc Cabe-Thiele para el cálculo del número de platos teóricos y se lo aplica al caso particular de esta destilación discontinua teniendo en cuenta la variación conti-

una de la relación de reflujo en primera etapa y la variación continua de composición del destilado y reflujo en segunda etapa. Se tiene en cuenta las Curvas de Equilibrio reales calculadas según las razones de enriquecimiento posibles encontradas en experiencias anteriores.

C - Conclusiones

Se concluye que serían necesarios once platos desde el punto de vista puramente teórico de la destilación.

Considerando el factor económico pensamos que podría reducirse a seis el número de platos.

CAPITULO IV - CALCULOS DE DIMENSIONES

A - Cálculo del decantador

Se dimensiona mediante una serie de ensayos el decantador necesario para separar en forma continua las dos capas en que se reordena el azeótropo. Mediante esos ensayos se establece que el tiempo de inducción no varía prácticamente con el diámetro del decantador ni con el tenor en agua, pero sí disminuye al aumentar la temperatura. Asimismo se verifica que la velocidad de decantación aumenta con la temperatura y disminuye cuando el porcentaje de capa acuosa se hace menor. La velocidad de decantación resultó independiente del diámetro del decantador dentro de los límites de la práctica.

B - Cálculo de la cantidad de calor necesaria para la evaporación del n- Butanol agua.

Se calcula en primera etapa (450 l/hora) llegando a la conclusión de que se necesita 105.300 Cal/hora, lo que representa un consumo teórico de 196 Kg/hora de vapor de calor latente útil de 537 Cal/Kg. (vapor de 3,5 Kg./cm²). Se midió en la práctica este consumo y resultó de 192 Kg/hora.

C - Cálculo del elemento calefactor.

Se calcula el elemento calefactor necesario para dicho intercambio. Para esto se calcula el valor del coeficiente total en base a datos de tablas y valores medidos y resulta de $364 \text{ Cal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$.

Se verifica este valor con el obtenido en la práctica que es de $370 \text{ Cal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$. Se calcula una superficie de 6.5 m^2 a la que corresponde 107 metros de caños de $3/4"$ y adoptamos por seguridad 150 m.

D - Cálculo del Condensador

Se calcula el condensador necesario en la tercer etapa que es cuando se opera con butanol anhidro porque no hay datos de coeficiente de transmisión para la mezcla de butanol húmedo y agua butílica (1ª etapa) ni para el butanol húmedo solo (2ª etapa).

Se supone una destilación de 720 l/hora, o sea que hay que eliminar 97.500 Cal/hora para obtener el butanol frío. Calculamos el coeficiente de conductibilidad total con tablas de Stoecker y nos da $662 \text{ Cal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$ para la condensación y $126 \text{ Cal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot ^\circ\text{C}$ para el enfriamiento. Así resulta una superficie condensadora de 1.28 m^2 y una superficie refrigerante de $0,45 \text{ m}^2$ y su suma $1,73 \text{ m}^2$. Por razones de seguridad se adopta un condensador de 5 m^2 ya que será de tubos horizontales y no trabajará inundado y entonces la superficie que intercambia con el líquido es el hilo que se desliza por la parte inferior de los tubos.

Se calcula también el caudal de salmuera necesario para la velocidad adoptada que resulta de 14.100 l/hora.

E - Cálculo de las dimensiones de la columna.

Se calcula el volumen de vapor generado por hora que resulta ser de $92 \text{ dm}^3/\text{seg}$ en 1ª etapa y $71 \text{ dm}^3/\text{seg}$. en 3a. etapa. Como se elige un espaciamento grande entre platos (400 mm) para evitar todo posible arrastre, la velocidad máxima de pasaje de vapores debe ser

de 0,9 m/seg. y nosotros elegimos 0,4 m/seg. por seguridad.

El diámetro resulta entonces de 0,48 m.

Se adoptan campanas de burbujeo de 75 mm de diámetro y distancia entre centros de 140 mm.

F - Dimensiones de la Caldera.

Se adopta una caldera de 3500 l de capacidad con un diámetro de 160 cm para evitar una altura excesiva, ya que esto no favorece las corrientes de convección de la calefacción para el caso particular de nuestro calefactor.

CAPITULO V - VERIFICACIONES DE LA COLUMNA

Se realizaron determinaciones que según su objetivo dividimos en cuatro grupos.

1 - PRIMER GRUPO

Se estudió en la práctica lo que ocurre en la primera etapa, tratando de hallar una expresión matemática que lo represente y permita calcular el rendimiento de esta etapa.

Así se encuentra que la velocidad de producción de agua butílica es

$$V \text{ Agua But. (l/h)} = V \text{ total (0,260 - 0,03 t)}$$

También se deduce que el volumen de agua butílica producido en función del tiempo es:

$$\text{Vol. Agua But. (l)} = \text{Veloc.de dest.total (l/h)} \left(0,26 t - 0,03 \frac{t^2}{2} \right)$$

2 - SEGUNDO GRUPO

Se tomó datos periódicos de peso específico del destilado y de la caldera para construir la curva $\frac{1}{x_F - x_D}$ que una vez integrada nos da las curvas de capacidad de la unidad destiladora.

3 - TERCER GRUPO

Se verificó las razones de enriquecimiento para lo cual se tomó series de muestras para peso específico de todos los platos simultáneamente y periódicamente durante las dos primeras etapas, pudiéndose así reconstruir con datos prácticos el diagrama de McCabe y Thiele y además estudiar el comportamiento de cada plato durante toda la destilación.

4 - CUARTO GRUPO

Estuvo destinado a encontrar las condiciones óptimas de trabajo en cuanto a velocidad de destilación y relación de reflujo. Se encontró que la mejor es la velocidad que corresponde a una calefacción con vapor de $3,5 \text{ Kg/cm}^2$ y el mejor rendimiento se obtiene con un reflujo de 2:1.

VI - PLANOS

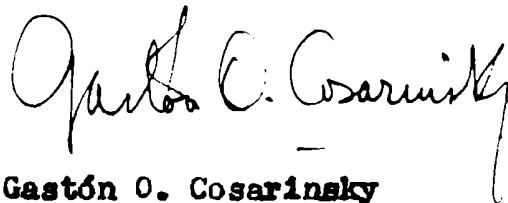
Se incluye un esquema de un plato rectificador y otro del destilador con todos sus accesorios.

Presentado ante la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales en

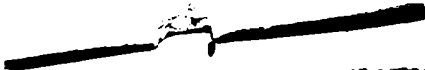
Buenos Aires, 3 de Octubre de 1955



Ing. José M. Bados



Gastón O. Cosarinsky

 MINISTERIO DE EDUCACION
UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
FCEX-BA.

CALCULO Y VERIFICACION DE UNA COLUMNA PARA LA
RECTIFICACION DEL SISTEMA n BUTANOL - AGUA

por

GASTON O. COSARINSKY

Tesis presentada para optar al
título de Doctor en Química.

TESIS: 852

BUENOS AIRES

1966

**Agradesco a E. H. Squibb and Sons Argentina
en la persona del Dr. E.O. Tauszig por haberme
permitido realizar este trabajo.**

**Sea mi reconocimiento para el Sr. Ing. José
M. Bados por haberme dirigido en su realización
y para el Sr. Ing. Químico Oscar Dellanes y Dr.
Carlos R. Haitz por haberme ayudado en las verifi-
caciones de la columna.**

INDICE

I - EL BUTANOL... USO INDUSTRIAL

II - PROPIEDADES FISICAS DEL n-BUTANOL Y SUS SOLUCIONES ACUOSAS

	Pág.
A - DENSIDAD	2
a) DENSIDAD DEL BUTANOL PURO EN FUNCION DE LA TEMPERATURA	2
b) DENSIDAD DE SOLUCIONES ACUOSAS	2
1.- En función de la composición entre 0 y 7.9 % en peso de $\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$ Figura 1	2
2.- En función de la composición entre 0. y 20% en peso de agua Figura 2	3
3.- Densidades y contracciones de Mezclas de n-Butanol y Agua. Tabla de Valores	3
c) VARIACION DEL PESO ESPECIFICO CON LA TEMPERATURA	6
1.- Butanol puro	6
2.- Soluciones de $\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$ -Agua Figura 5	6
3.- Solución equimolecular Figura 4	6
4.- Coeficiente de dilatación cúbica	7
B - CURVAS DE CONVERSION % EN PESO EN % EN MOLES	9
Cálculo	9
Cuadro de valores	10
Gráficos (Figura 6)	11
C - SOLUBILIDAD MUTUA DEL BUTANOL NORMAL Y AGUA EN FUNCION DE LA TEMPERATURA	12
Cuadro de valores	12
Gráfico (Figura 8)	14
D - TENSION SUPERFICIAL DE SOLUCIONES ACUOSAS DE $\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$ EN FUNCION DE LA COMPOSICION	
Figura 7	14

**E - g DE AGUA EN MOLES EN FUNCION DE g DE AGUA BUTILICA
EN VOLUMEN AL SEDIMENTAR DOS FASES**

F - CALOR LATENTE DE EVAPORACION DEL EtOH PURO

G - CALOR LATENTE DE EVAPORACION DEL AGUA

H - CALOR DE EVAPORACION DEL SISTEMA EtOH -AGUA

**I - Presion DE VAPOR DEL BUTANOL EN FUNCION DE LA TEMPERATURA
Figura 10**

**J - EQUILIBRIO DE MEZCLAS BINARIAS PARCIALMENTE MISCIBLES
CASO DEL BUTANOL-AGUA**

K - INFLUENCIA DE LA Presion EN LAS CONDICIONES DE EQUILIBRIO

III - CALCULO DEL NUMERO DE PLATOS DE LA COLUMNA RECTIFICADORA

A - DESCRIPCION DEL PROCESO

B - CALCULO DEL NUMERO DE PLATOS PARA UNA UNIDAD DE DESTILACION DISCONTINUA

1 - Número de platos teóricos

2 - Razón de enriquecimiento

3 - Variación de la Razón de Enriquecimiento con la concentración y trazado de la curva

4 - La Relación de Reflujo y la Línea de Enriquecimiento

a - La Línea de Enriquecimiento
b - La Relación de Reflujo

5 - Cuadro de valores para el trazado de las Curvas de Equilibrio Reales

6 - Cálculo del número de platos reales según el método gráfico de Mc Cabe-Thiele

C - CONCLUSIONES

IV - CALCULOS DE DIMENSIONES

A - CALCULO DEL DECONTADOR

1 - INFLUENCIA DE LAS VARIABLES

- a - Tiempo de inducción
- b - Influencia de la temperatura en la velocidad de decantación
- c - Influencia del porcentaje de agua en la velocidad de decantación
- d - Influencia del diámetro del decantador

2 - CALCULO DE LAS DIMENSIONES DEL DECONTADOR

B - CALCULO DE LA CANTIDAD DE CALOR NECESARIA PARA LA EVAPORACION DEL BUTANOL-AGUA

C - CALCULO DEL ELEMENTO CALEFACTOR

D - CALCULO DEL CONDENSADOR

E - CALCULO DE LAS DIMENSIONES DE LA COLUMNA

F - DIMENSIONES DE LA CALDERA

V - VERIFICACIONES DE LA COLUMNA

A - RESENA DE LOS ENSAYOS REALIZADOS

B - PRIMER GRUPO DE VERIFICACIONES

1 - CALCULO DEL VOLUMEN DE CAPA INFERIOR ACUOSA OBTENIBLE EN PRIMERA ETAPA EN BASE A DATOS PRACTICOS

- a - Velocidad de destilación de agua butílica
- b - Volumen de agua butílica destilado en función del tiempo

C - SEGUNDO GRUPO DE VERIFICACIONES

- 1 - BALANCE MATERIAL SEGUNDA ETAPA
- 2 - CURVAS DE CAPACIDAD DE UNA DESTILACION

D - TERCER GRUPO DE VERIFICACIONES

- 1 - DETERMINACION PRACTICA DE RAZONES DE ENRIQUECIMIENTO**
- 2 - REPRESENTACION DE LA RAZON DE ENRIQUECIMIENTO EN FUNCION DE LA COMPOSICION DEL LIQUIDO QUE DESBORDA DE LOS PLATOS**
- 3- EFICIENCIA A TRAVES DE LA COLUMNA EN FUNCION DEL NUMERO DE ORDEN DE PLATO PARA DISTINTAS COMPOSICIONES EN CALDERA**
- 4 - EFICIENCIA DE CADA PLATO EN FUNCION DE LA COMPOSICION DEL LIQUIDO EN LA CALDERA**

E - CUARTO GRUPO DE VERIFICACIONES

- 1 - ESTUDIO DEL RENDIMIENTO VARIANDO LA VELOCIDAD DE DESTILACION**
- 2 - ESTUDIO DEL RENDIMIENTO VARIANDO LA RELACION DE REFLUJO**

F - PLANILLAS DE ENSAYOS REALIZADOS

VI - PLANOS

- 1 - PLATO RECTIFICADOR**
- 2 - ESQUEMA DEL DESTILADOR DE BUTANOL**

VII - BIBLIOGRAFIA

I - EL n-BUTANOL - USO INDUSTRIAL

El n-butanol se utiliza como solvente en casi todas las lacas de nitrocelulosa de buena calidad. Su uso trae como resultado una mejor compatibilidad de la resina, y facilita su aplicación.

Es además un ablandador en la fabricación de plásticos de nitrocelulosa y un excelente solvente para la etil-celulosa.

El butanol es un solvente ampliamente aceptado de las pinturas en base a resinas de urea-formaldehído y urea-melamina. Es un importante solvente y agente reductor de la viscosidad de las alquid-resinas y de las resinas adhesivas de fenol-formaldehído y urea-formaldehído que tienen múltiples aplicaciones en la laminación de la madera.

Es un solvente mutuo de los aceites solubles y un diluyente de los fluidos hidráulicos. Se usa en la manufactura de antibióticos, vitaminas y hormonas.

Una de las aplicaciones más importantes del n-butanol tiene lugar en la producción de plastificantes, particularmente el dibutil-ftalato. También se usa en la preparación de butil xantato que se usa en la flotación de minerales y es un intermediario en la producción del butil éster del ácido 2-4 diclorofenoxiacético que es un herbicida.

Merced a sus propiedades de miscibilidad parcial con agua y formación de un azeótropo en la destilación que se verán en el capítulo siguiente el butanol es un agente deshidratante azeotrópico muy útil.

II - PROPIEDADES FISICAS DEL n-BUTANOL Y SUS
SOLUCIONES ACUOSAS

A - DENSIDAD

a - DENSIDAD DEL BUTANOL PURO EN FUNCION DE LA TEMPERATURA

(Del International Critical Tables, 1ª edición, tomo III, pág. 27-28)

$$d_t = \left[d_s + 10^{-3} \alpha (t-t_s) + 10^{-6} \beta (t-t_s)^2 \right] \pm 10^{-4}$$

$$t_s = 0^\circ \text{C} \quad d_s = \text{densidad a } 0^\circ \text{C} = 0,82390$$

α	β	Límite de error	Intervalo de aplicación $^\circ \text{C}$
- 0,699	- 0,32	0,0004	0-17

Así resulta una densidad a 20°C de

$$d_4^{20} = 0,8097 \pm 0,0003 \quad (\text{Tabla 3, pág. 33})$$

b - DENSIDAD (PESO ESPECIFICO) DE SOLUCIONES ACUOSAS DE BUTANOL

1 - Entre 0 y 7,9 % en peso de BuOH

(Del International Critical Tables, 1928, tomo III, pág. 111).

d_t = peso específico de la solución respecto de agua a 4°C en g/ml.

p_s = por ciento en peso de Butanol respecto de agua en la solución.

$$d = d_v + A p_s + B p_s^2$$

d_v	Intervalo de aplicación	A	B	Error
1,00000	0-7,9 % en peso de Bu.	-0,001661	+ 0,0000285	$\pm 0,0002$

2 - Entre 0 y 20 % en peso de agua

d_t = densidad (peso específico) de la solución respecto del agua a 4°C
en base a la del Butanol puro a 20° C.

P_W = por ciento en peso de agua respecto de Butanol

$$d_t = d_s + A p_W + B p_W^2$$

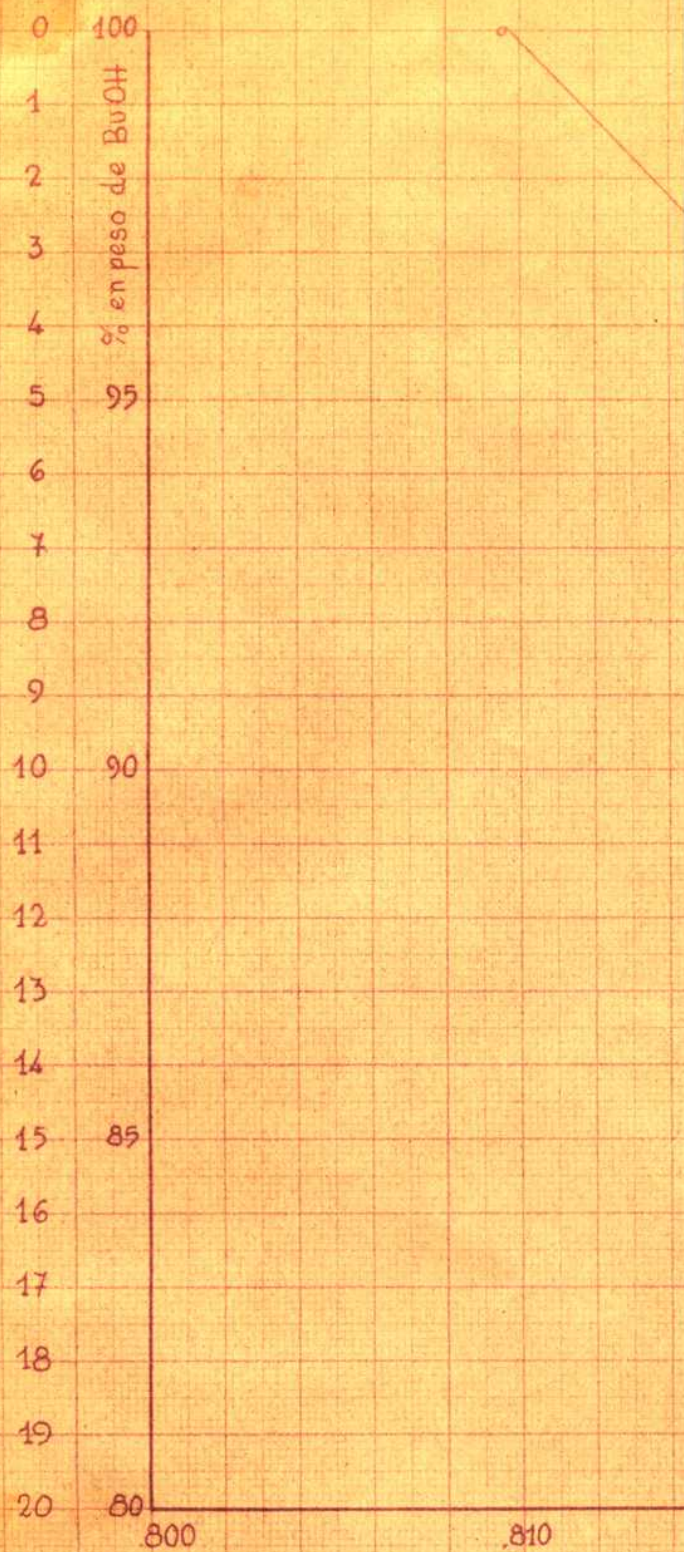
d_s	$t^\circ C$	Intervalo de aplicación	A	B	error
0,8097	20	0 - 20 % en peso de agua	+ 0,002103	-0,0000113	± 0,0005

3 - DENSIDADES Y CONTRACCIONES DE MEZCLAS DE N-BUTANOL Y AGUA

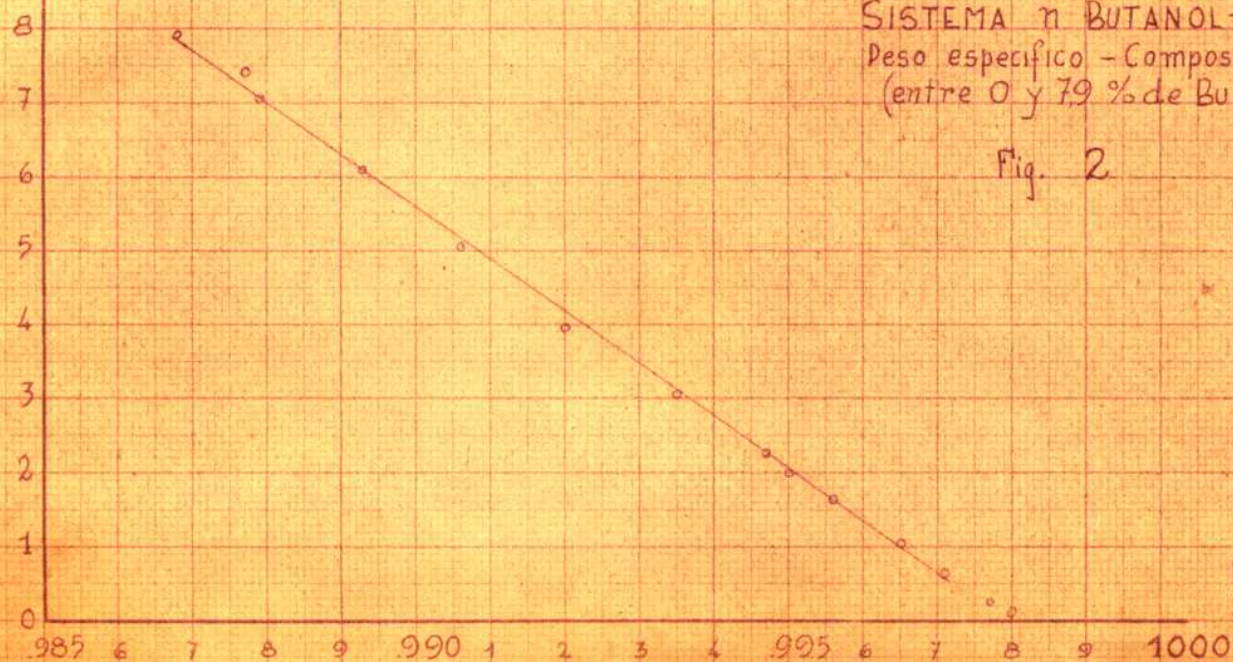
TABLA DE VALORES

n-butyl alcohol % en peso	D 20° 20° encon- trado	D 20°/4° encon- trado	D 20/4 Calc.	Vol. de 1 gr. encon- trado	Vol. de 1 gr. calcu- lado	Contrac. %
100	80997	80953	80953	1,2353	1,2353	-
98,92	81318	81174				
97,89	81538	81394	81277	1,2286	1,2304	0,143
96,96	81731	81598				
95,97	81935	81790				
95,06	82108	81962	81716	1,2201	1,2238	0,302
93,98	82234	82088				
93,02	82513	82367	82036	1,2141	1,2190	0,402
91,97	82689	82543				
90,96	82883	82736				
89,96	83066	82919	82522	1,2060	1,2118	0,429
89,26	83216	83068				
88,06	83436	83288				
83,03	84345	84196	83633	1,1877	1,1957	0,666
80,64	84777	84627				
79,94	84917	84770	84140	1,1797	1,1885	0,740
7,90	98862	98687	98018	1,0133	1,0202	0,676
7,36	98946	98771	98164	1,0124	1,0188	0,628
7,06	98968	98793				
6,11	99111	98936	98421	1,0108	1,0160	0,511
5,06	99244	99068				
3,95	99382	99202	98913	1,00805	1,0110	0,291
3,06	99532	99356				
2,27	99651	99474				
2,00	99678	99502	99364	1,0050	1,0064	0,139
1,61	99742	99566				
1,04	99830	99653				
0,61	99888	99711	99681	1,0029	1,0032	0,030

Reilly and Ralph - Scientific Proceedings of the Royal Dublin Society
15- 597 - 1919.



% en peso
BUTANOL



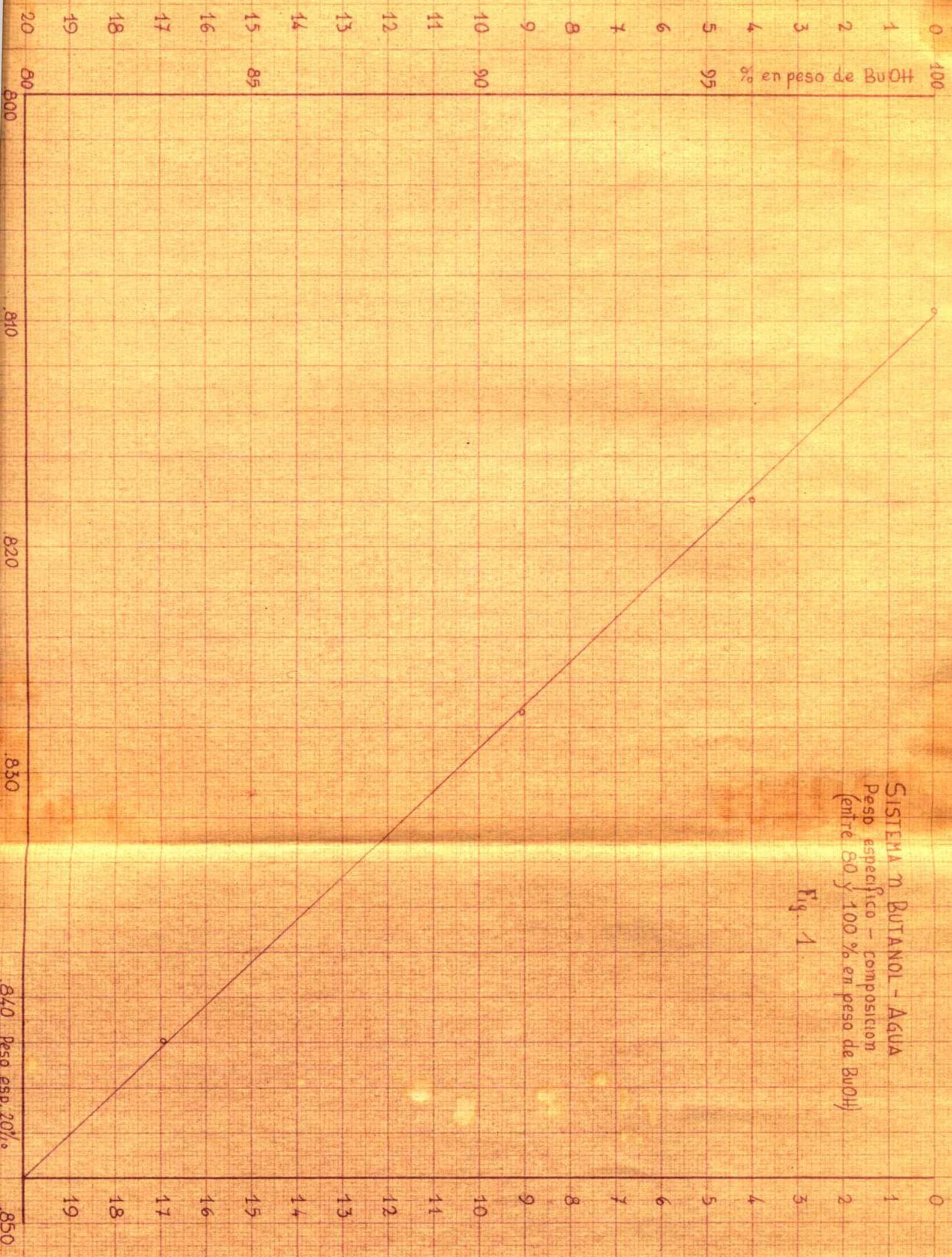
SISTEMA n BUTANOL-AGUA
Peso específico - Composición
(entre 0 y 79 % de Bu en peso)

Fig. 2

Peso específico
hallado 20°/4°

SISTEMA n BUTANOL - AGUA
Peso específico - composición
(entre 80 y 100 % en peso de BuOH)

Fig. 1



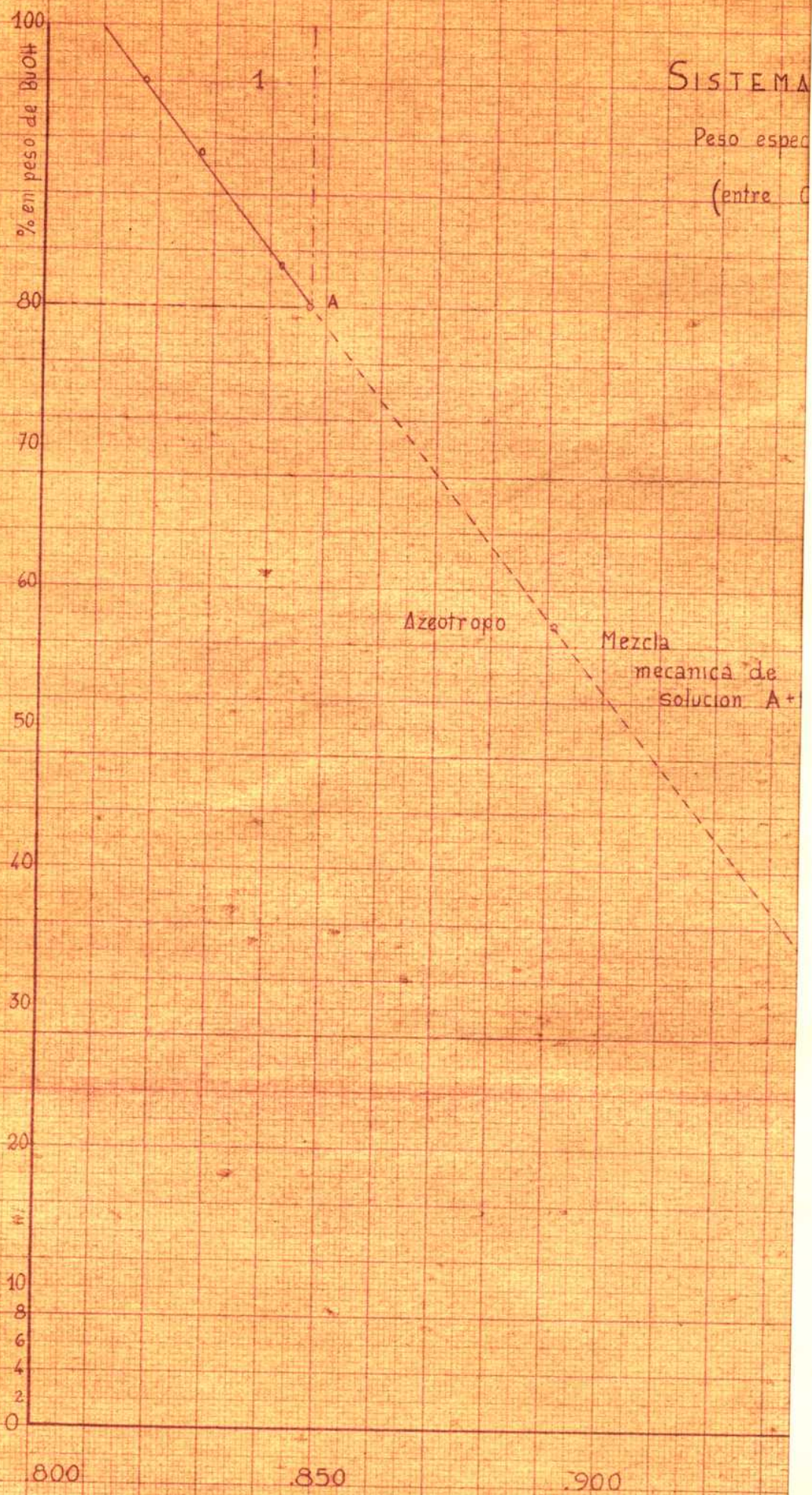


Fig 3

SISTEMA m BUTANOL-AGUA

Peso específico $20^{\circ}/4^{\circ}$ - Composicion

(entre 0 y 100% en peso de Bu)

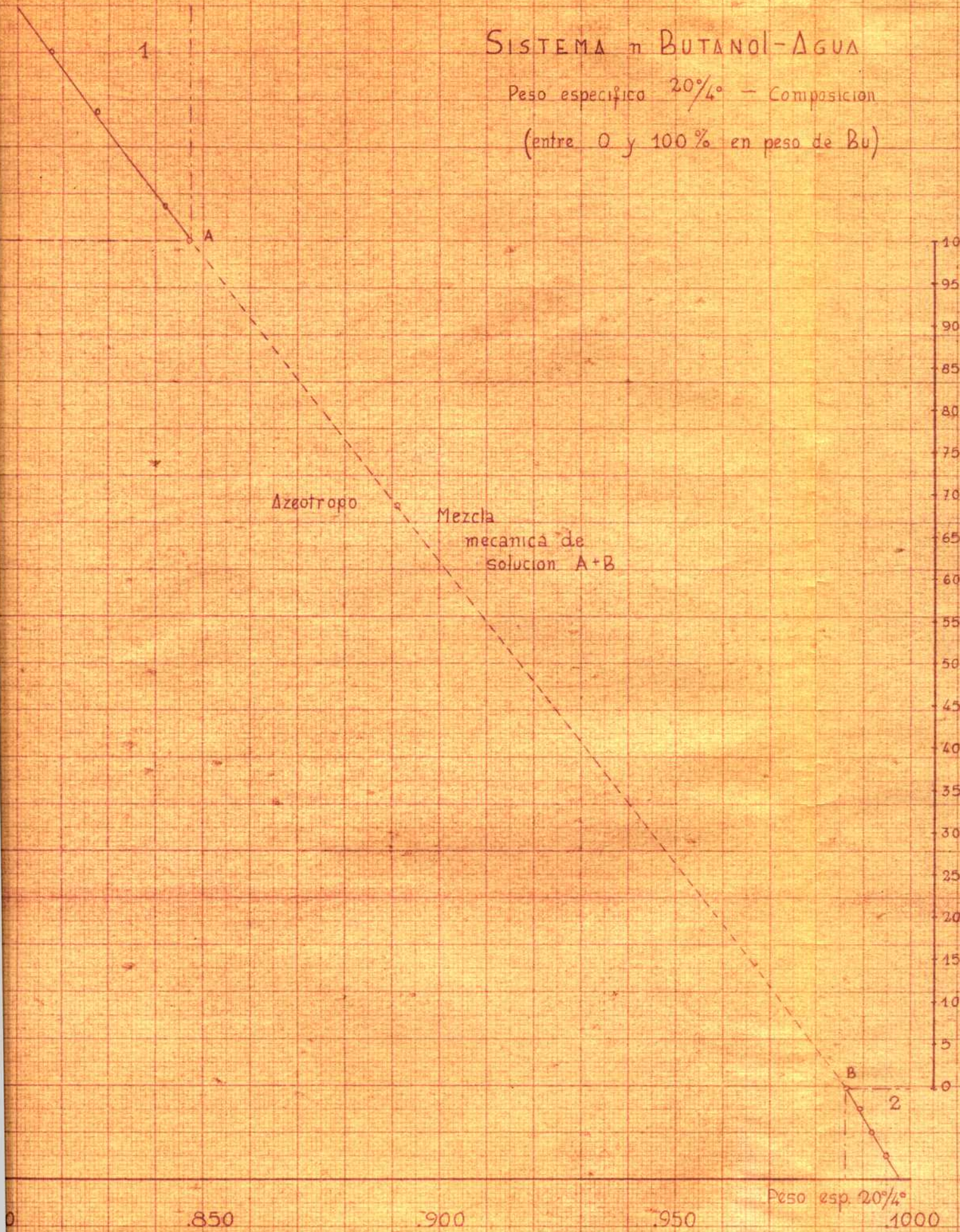


Fig 3

c - VARIACION DEL PESO ESPECIFICO CON LA TEMPERATURA

1 - PESO ESPECIFICO DE BUTANOL PURO A DISTINTAS TEMPERATURAS

Temperatura ° C	Peso específico
0,0	0,82393
13,4	0,81471
47,3	0,79049

2 - SOLUCIONES DE BUTANOL - AGUA

(Del International Critical Tables, 1928, tomo III, pág. 111)

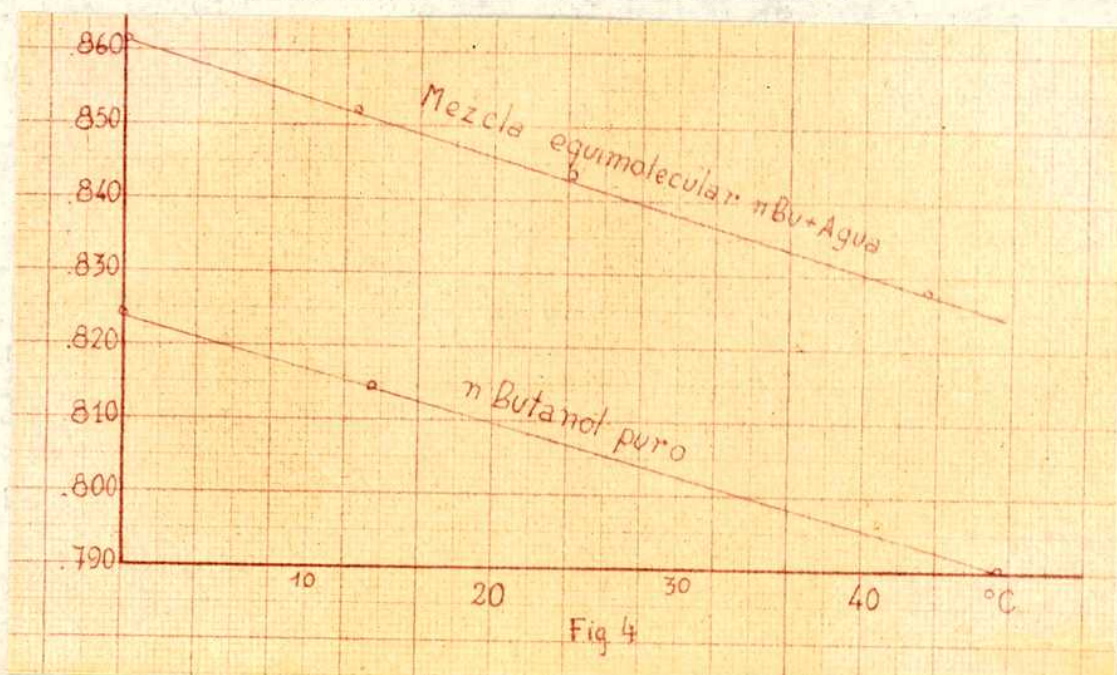
$$d_t = d_o + At + Bt^2$$

Ps	d _o	Interv. de aplic.	A	B	Error
80,95	0,8614	0 - 43	- 0,0007292	-0,00000075	± 0,001

Ver la representación de esta función entre 1° C y 33° C y entre peso esp. 0,815 - 0.834 a 15° C - Fig. 5

3 - PESO ESPECIFICO DE SOLUCION EQUIMOLECULAR DE BUTANOL Y AGUA A DISTINTAS TEMPERATURAS

Temperatura ° C	Peso específico
0,0	0,86144
12,55	0,85216
24,2	0,84339
43,4	0,82836



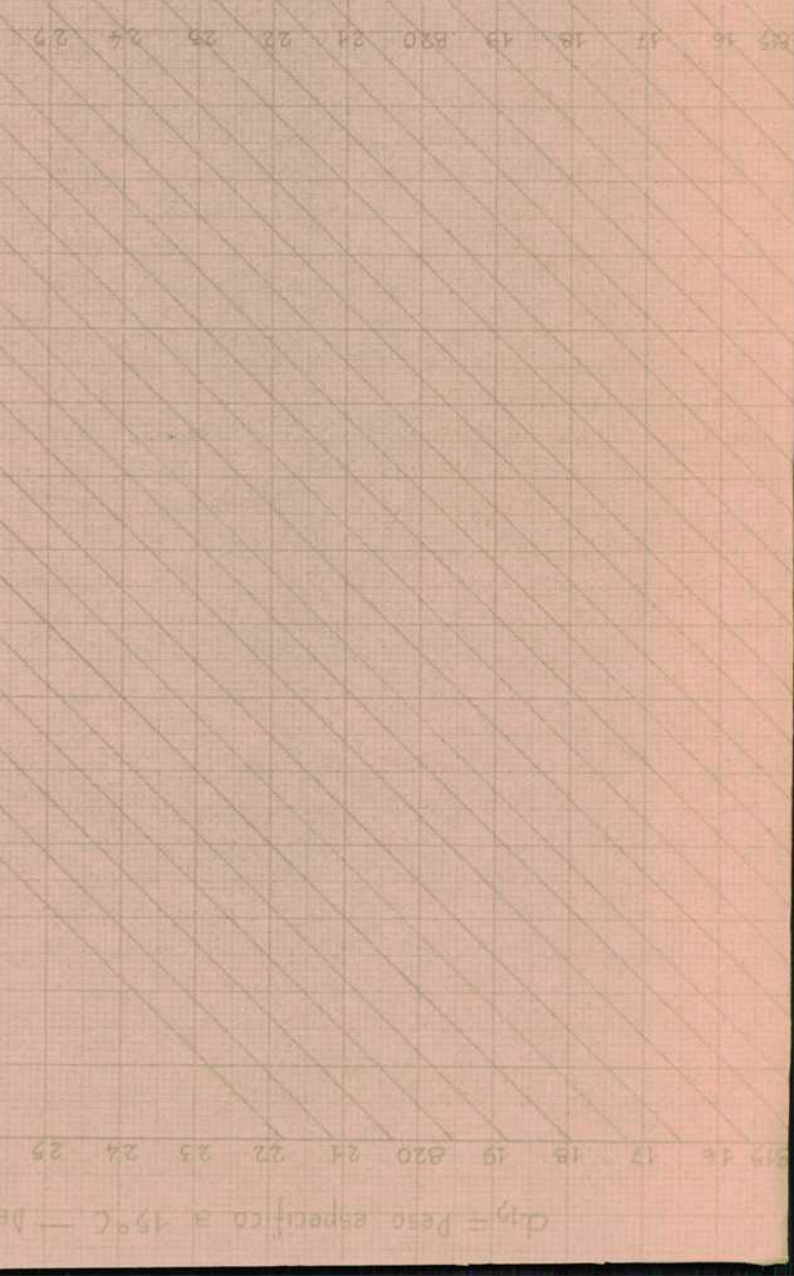
4 - COEFICIENTE DE DILATACION CUBICA

Coeficiente de dilatación cúbica $0,95 \cdot 10^{-3}$ en el entorno de 20°C lo que da un coeficiente de corrección de $0,00078 \text{ g/cm}^3/^{\circ}\text{C}$.

Perry	-	0,8057	a	25°	0,8133	a	15°
-------	---	--------	---	--------------	--------	---	--------------

Hodgman	-	0,8098	a	20°	0,8136	a	15°
---------	---	--------	---	--------------	--------	---	--------------

En estos dos últimos casos se trata de un producto purísimo.



$d_{15} = \text{Peso específico a } 15^{\circ}\text{C.} - d_4$

B - CURVAS DE CONVERSION % EN PESO % EN MOLES

1 para Butanol

2 para agua.

Es costumbre medir cantidades en Kg., m³, etc., y usar porcentaje en peso para indicar la composición o concentración de una mezcla. En los problemas de destilación y rectificación, sin embargo, es mejor y a veces aún necesario expresar cantidades en moles y composición en mol %.

Un Kilogramo - mol, o simplemente mol, es el número de kilogramos que corresponde al valor numérico del peso molecular de la sustancia considerada.

El valor numérico del porcentaje molar de una sustancia en una mezcla está determinado por el número de moles de esa sustancia en 100 moles de la mezcla. Así si ϵ , π son porcentajes en peso de las sustancias consideradas, X Z porcentaje molar de esas sustancias y μ_x μ_y son los pesos moleculares de ellas.

Tenemos:

$$X = \frac{\frac{\epsilon}{\mu_x}}{\frac{\epsilon}{\mu_x} + \frac{\pi}{\mu_z}} \cdot 100 \quad \text{mol \%}$$

$$Z = \frac{\frac{\pi}{\mu_z}}{\frac{\epsilon}{\mu_x} + \frac{\pi}{\mu_z}} \cdot 100 \quad \text{mol \%}$$

Haciendo el cuadro de valores para Bu - Agua.

siendo μ_x = peso molecular Butanol = 74
 μ_z = peso molecular agua = 18

B U T A N O L		A G U A	
ε % en peso	χ % en moles	π % en peso	z % en moles
10	2,63	5	17,8
20	5,72	15	42,0
30	9,43	25	58
40	13,95	35	68,8
50	19,50	45	77
60	26,70	55	85,6
70	36,20	65	89,5
80	49,40	78	92,5
90	68,6	85	96,0
95	82,2		

SISTEMA BUTANOL - AGUA
Curva de conversion % en peso $\longleftrightarrow$ % en moles

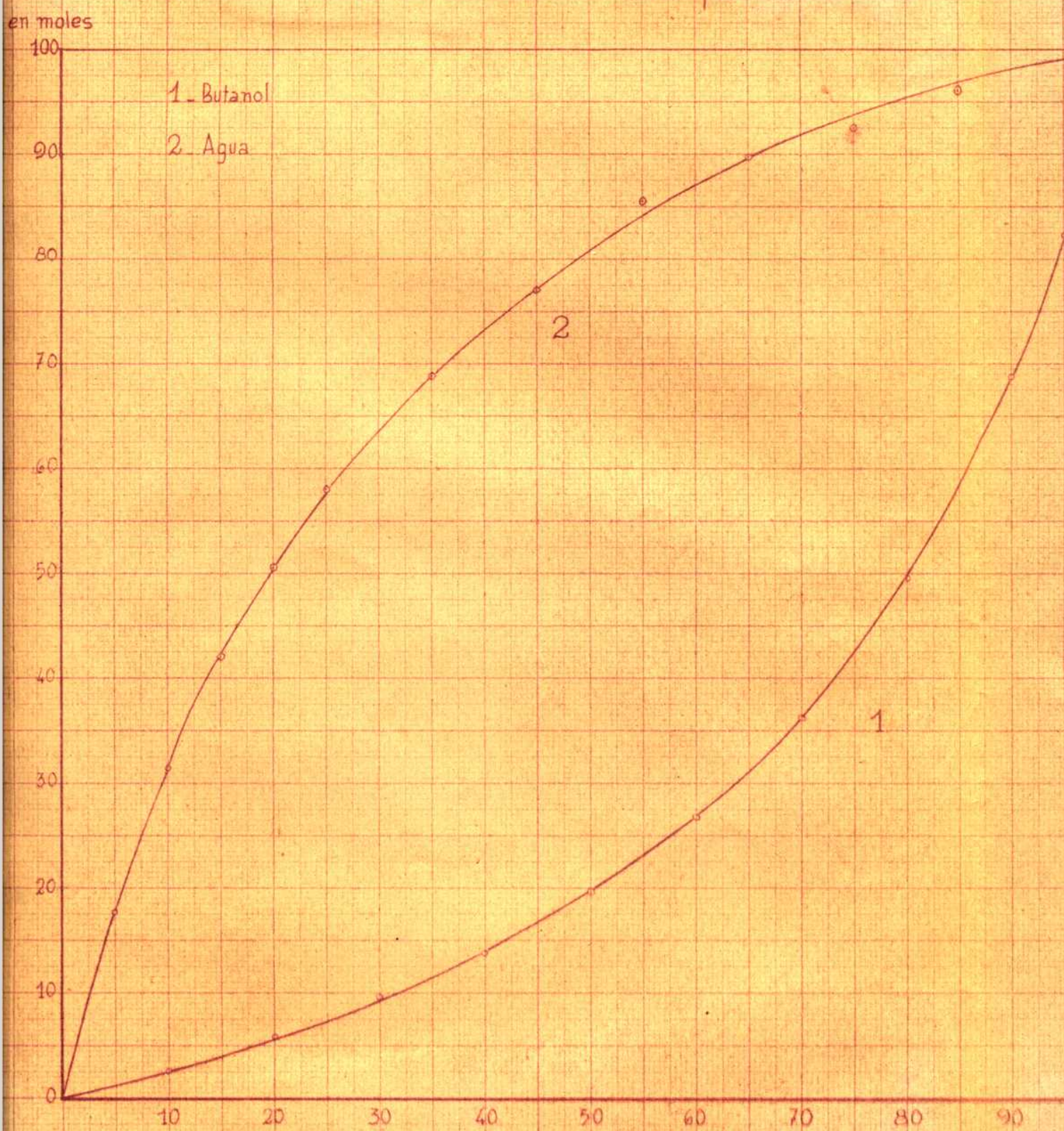


Fig 6

C - SOLUBILIDAD MUTUA DE BUTANOL NORMAL Y AGUA EN FUNCION DE LA TEMPERATURA

(Arthur L. Hill y W. N. Malissot - J. Am. Chem. Soc. 48-924 - 1926)

Temp. °C	F A S E B U T I L I C A		F A S E A C U O S A	
	¿ en peso de BuOH	Peso específico g/cm ³	¿ en peso de BuOH	Peso espec. g/cm ³
1	5	80,38	9,55	0,9883
2	10	80,33	8,91	0,9877
3	15	80,14	8,21	0,9881
4	20	79,93	7,81	0,9873
5	25	79,73	7,35	0,9865
6	30	79,38	7,08	0,9851
7	35	78,94	6,83	0,9836
8	40	78,59	6,60	0,9841
9	50	77,58	6,46	0,9799
10	60	76,38	6,52	0,9766
11	70	74,79	6,73	0,9721
12	80	73,53	6,89	0,9675
13	92,0	69,24		
14	97,9		8,74	
15	106,1	63,83		
16	114,5		12,73	
17	116,9		13,46	

Los dos sistemas líquidos comienzan en el punto cuádruple que los autores determinaron a $- 2,95^{\circ} \text{C}$.

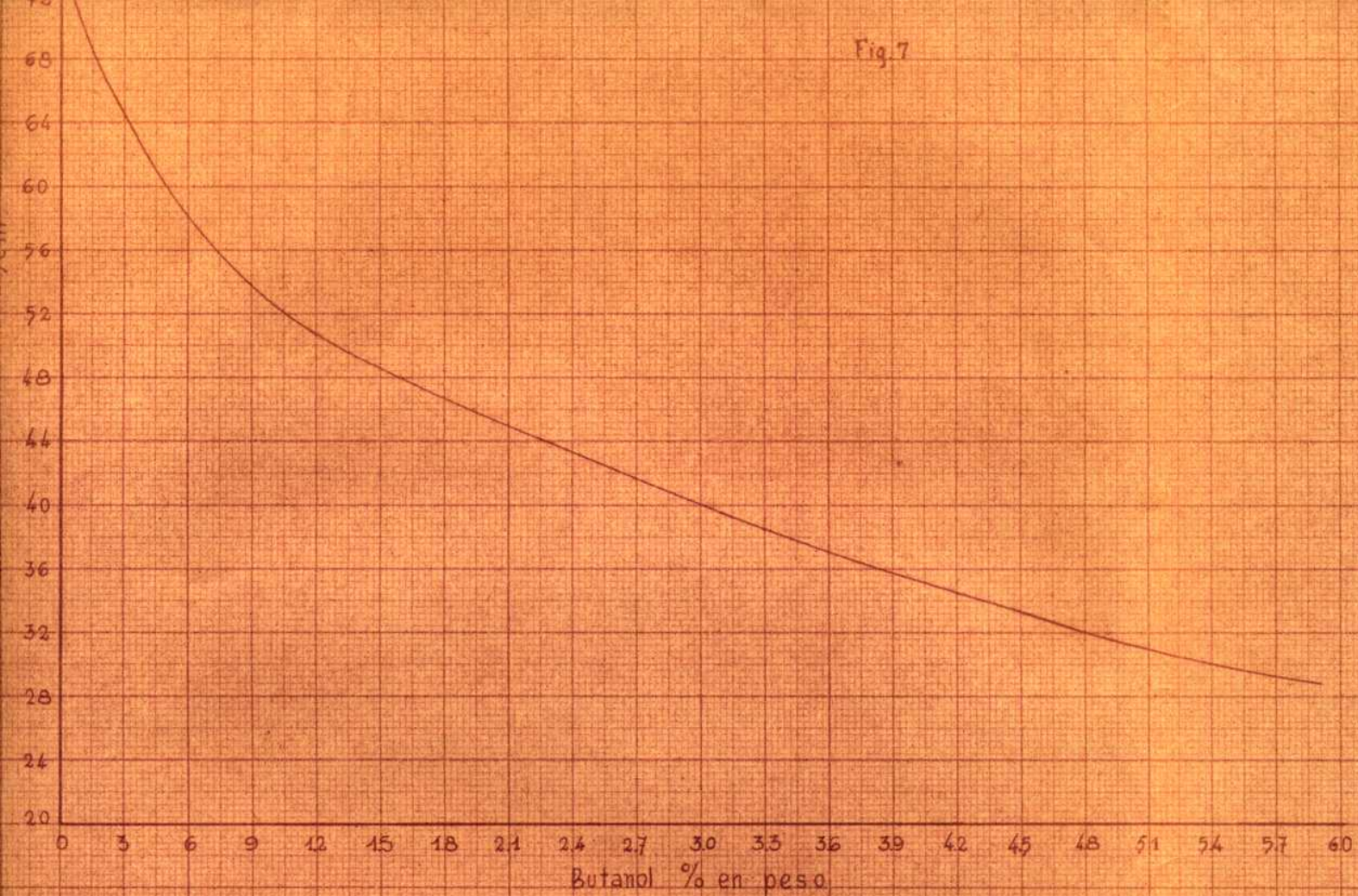
En el caso en que la composición del líquido sea mayor que 79,93 % en peso de Butanol a 20°C por ejemplo o menor de 7,81 a igual temperatura los dos líquidos son completamente miscibles. La composición dentro de la región de inmiscibilidad consiste de mezclas líquidas que son inmiscibles y si se les permite sedimentar se separan en dos capas.

Una capa tiene una concentración de 79,93 % en peso de BuOH y la otra 7,81 a 20°C . Una de las capas será mayor, dependiendo esto de que la concentración media del líquido se aproxime a una u

otra concentración límite.

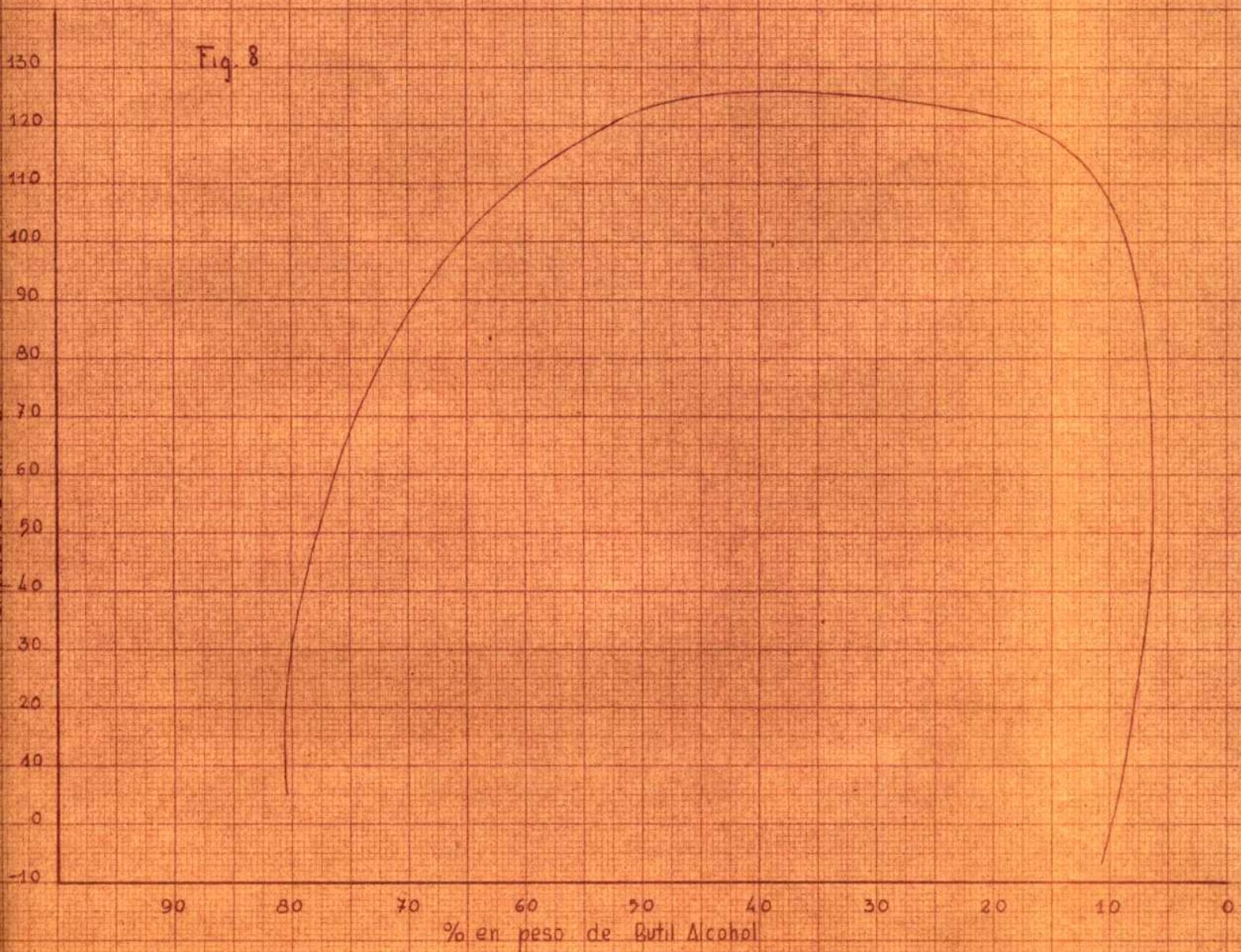
Un líquido de concentración 79,93 % en peso de BuOH está en el límite respecto de la formación de dos capas. Si se le agrega agua comienza a formarse la capa de composición 7,81 % en peso de BuOH . Si se agrega bastante agua a la mezcla como para hacer su composición igual a 7,81 las dos capas se convierten en una sola de nuevo.

Fig. 7



Tensión superficial de solución acuosa (a 25°C) de n-Butil Alcohol

Fig. 8

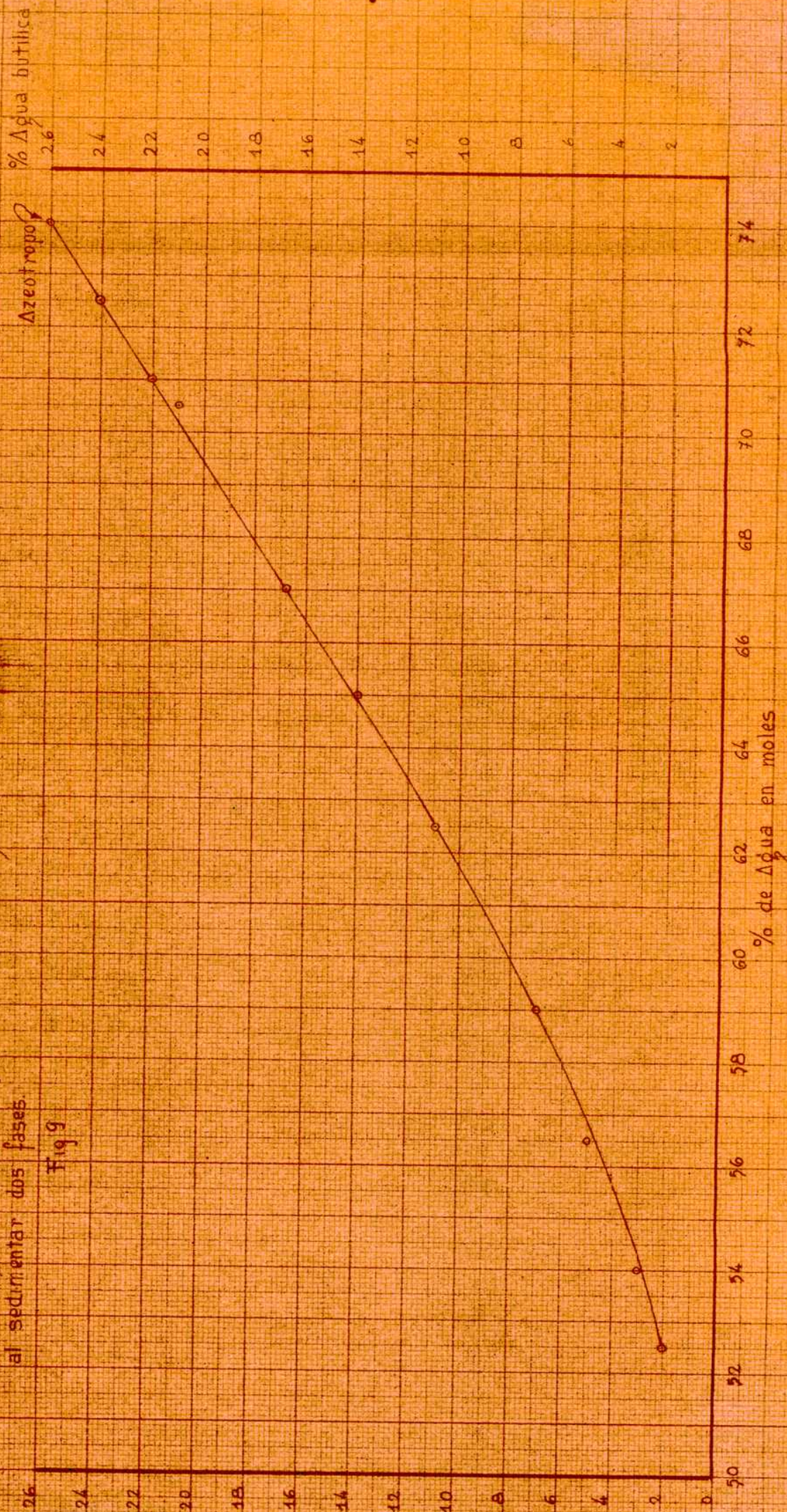


Solubilidad del n-Butil Alcohol en agua

SISTEMA BUTANOL AGUA

% de agua en moles en función de % de Agua butílica al sedimentar dos fases.

Fig 9



F - CALOR LATENTE DE EVAPORACION DEL BUTANOL PURO

Temperatura	L (cal/gr)	Error medio en cal.
116,78° C	141,31	$\pm 0,18$

G - CALOR LATENTE DE EVAPORACION DEL AGUA (Perry)

Temperatura	L (cal/gr)
100° C	540 cal/gr

H - CALOR DE EVAPORACION DEL SISTEMA BUTANOL - AGUA

Hemos visto como entre 0 y 20% C de agua y entre 92,1 y 100 % de agua el sistema se comporta como miscible. Entonces para cualquier composición dentro de los dos rangos indicados podemos calcular el calor de evaporación del siguiente modo

$$\begin{aligned} \text{Sea } \int_{H_2O} &= \text{calor de evaporación del agua, Kcal/Kg} \\ \int_{B_uOH} &= \text{calor de evaporación del Butanol} \\ \int_M &= \text{calor de evaporación de la mezcla} \\ \epsilon_F &= \text{concentración de agua en el líquido en peso \%} \\ \epsilon_D &= \text{concentración de agua en el vapor en peso \%} \end{aligned}$$

En el caso de mezclas miscibles se observa sobrecalentamiento del vapor de cada componente en la mezcla de vapores. Así, para la temperatura de ebullición en consideración, la presión parcial de vapor de cada sustancia es menor que la presión de saturación del componente a la misma temperatura.

En contraste con la evaporación de un líquido puro, la evaporación de una mezcla miscible produce vapores sobrecalentados. Tests realizados con diferentes mezclas líquidas indican que la evaporación de una mezcla miscible requiere un calor de evaporación que puede ser determinado por la ecuación

$$\int = \frac{\epsilon_D}{100} \int_{H_2O} + \frac{100-\epsilon_D}{100} \int_{B_u}$$

a partir de la composición del vapor generado.

ρ_{H_2O} y ρ_{BuOH} representan los calores de vaporización de los componentes a la presión total de destilación (más que a la presión parcial) y a la temperatura de ebullición correspondiente a la presión de destilación.

Como la composición del vapor y del líquido difieren bajo las condiciones de equilibrio, los calores de solución pueden hacerse importantes durante la evaporación. Sin embargo, en comparación con los calores de evaporación, los de solución son suficientemente pequeños, y las concentraciones de líquido y vapor son tan próximas, que los calores de solución pueden ser despreciados.

De modo que la ecuación anterior da valores suficientemente exactos.

Los calores de condensación pueden calcularse con la fórmula:

$$\rho = \frac{K_F}{100} \rho_{H_2O} + \frac{100-K_F}{100} \rho_{BuOH}$$

Hasta ahora hemos calculado el calor de evaporación por unidad de peso. Veremos ahora los calores molares de vaporación, o sea el calor de evaporación por mol de mezcla, F , en kilocalorías por mol, que se determina mediante la misma ecuación básica usada para encontrar el calor de evaporación por Kg .

Sea ρ_{H_2O} = calor de evaporación por mol de agua, en Kcal/mol

ρ_{BuOH} = calor molar de evaporación de Bu , en Kcal/mol

X_F X_D = concentración de agua en el líquido y vapor respectivo, en moles %

Si la evaporación genera un vapor conteniendo X_D moles % de agua, el calor

$$\rho = \frac{X_D}{100} \rho_{H_2O} + \frac{100 - X_D}{100} \rho_{Bu}$$

se requiere por mol de vapor (mezcla).

Correspondientemente, si un líquido con x_F mol % se genera por condensación de vapor, el calor de condensación por ser quitado es

$$r = \frac{x_F}{100} r_{H_2O} + \frac{100-x_F}{100} r_2$$

Hay una relación definida entre el calor de evaporación por mol y la temperatura de ebullición absoluta.

T. Pictet descubrió y Trouton estableció que el calor molar de vaporización es aproximadamente proporcional a la temperatura de ebullición absoluta.

$$r_1 = C.T$$

C en la ecuación anterior tiene un valor promedio de veintiuno, pero si nos limitamos a los alcoholes inferiores

Sustancia	Calor molar de vap. Cal/mol	Temperatura de ebullición ° K	C Valor experi- mental
Metanol	8420	340	24,8
Etanol	9550	351,5	27
Isopropanol	9550	356	26,8
Alcohol amílico	10580	402	26,3
Agua	9710	373,1	26

Para n Butanol, podemos suponer 26 y por lo tanto

n Butanol	10140	390	26
-----------	-------	-----	----

que es un valor que concuerda bastante bien con el de hallado multiplicando P.M. x ρ

Considerando que las temperaturas de ebullición absoluta de los componentes de las mezclas que en general se destilan o rectifican son muy parecidas y practicamente iguales, se deduce que los valores molares de evaporación de cada uno de los dos componentes es igual al de la mezcla, y que es independiente de la concentración.

$$r = r_1 = r_2$$

En nuestro caso

$$r_{H_2O} = 9710$$

$$r_{Bu} = 10.140$$

$$r = 9925 \text{ Kcal/mol de mezcla}$$

$$r = 10.000 \text{ Kcal/mol de mezcla}$$

I - PRESION DE VAPOR DEL BUTANOL EN FUNCION DE LA TEMPERATURA

(Chemical Engineering Nomographs - Davis - edición 1944- pág.245)

Temperatura	30,8	53,0	70,0	85,0	94,0	101,0	106,2	111,0	115,0
mm Hg	10	50	100	200	300	400	500	600	700

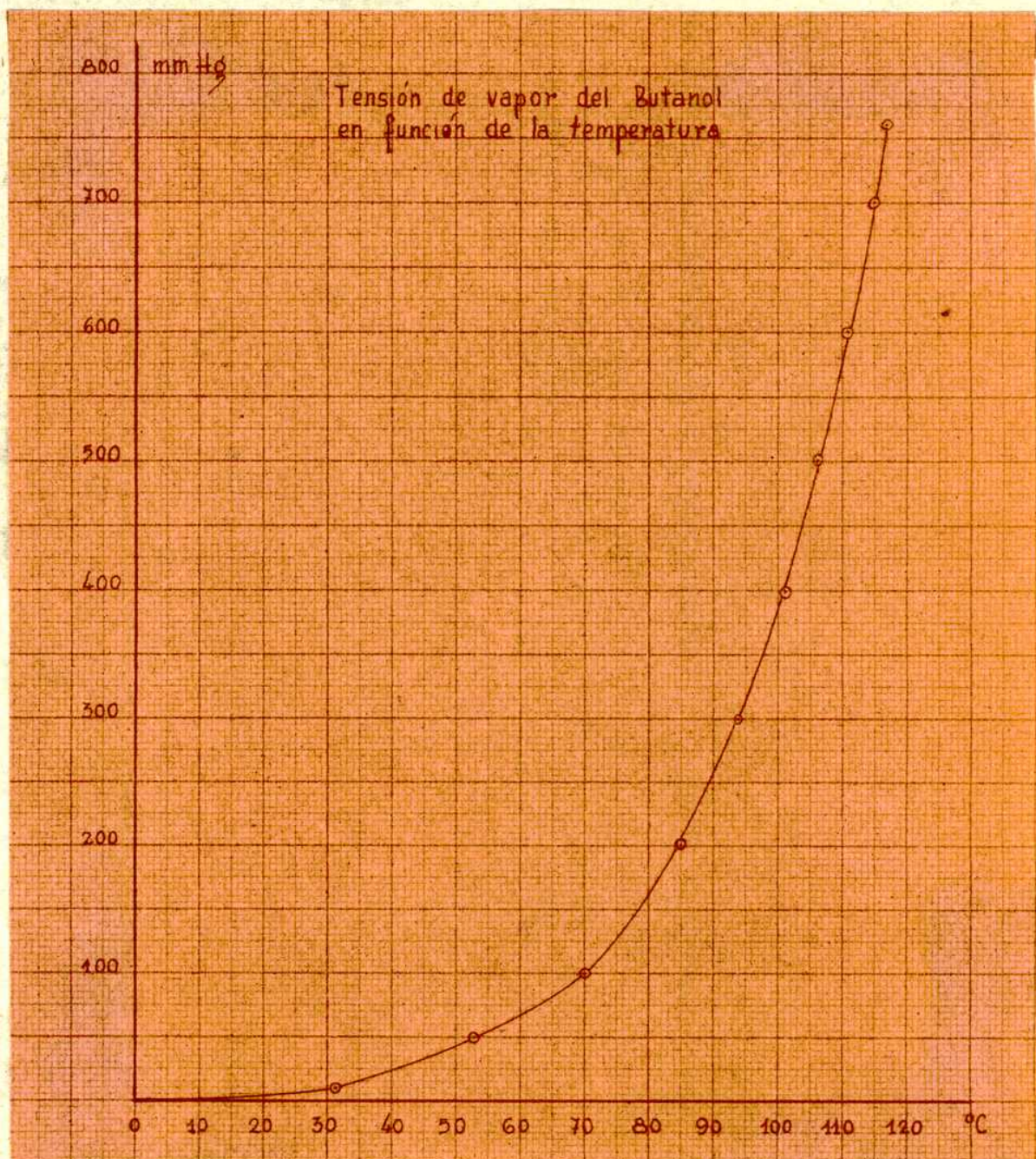


Fig.10

J - EQUILIBRIO DE MEZCLAS BINARIAS PARCIALMENTE MISCIBLES
CASO DEL BUTANOL-AGUA

En contraste con el caso de miscibilidad completa en que la presión parcial de vapor de cada sustancia es directamente proporcional a su concentración en el líquido a temperatura constante, en el caso de miscibilidad parcial la presión parcial de vapor del material presente en menor cantidad decrece hasta o desde una cierta concentración. Existe pues una cierta interrelación entre las presiones parciales P_{H_2O} del componente de menor punto de ebullición (agua), P_{BuOH} del mayor punto de ebullición, p total y la concentración x_2 moles % del de menor punto de ebullición (agua) en el líquido a temperatura constante.

A continuación damos esa interrelación para el caso $BuOH - H_2O$ a $25^\circ C$ con datos tomados del trabajo de Butler, Thomson y MacLennan publicado en J. Chem. Soc. 1933, 674, 96.

Frac. molar $BuOH$	Pres. atmosf.	Pres. parcial $BuOH$	Pres. parcial H_2O	Pres. parcial
%	mm Hg	mm Hg	mm Hg	mm Hg
1	756	2,97	23,4	26,4
1,88	756	4,87	23,0	27,8
48,76	756	4,87	23,0	27,8
70,0	756	5,37	20,2	25,57
85,0	756	5,98	13,2	19,18
100,0	756	6,96	0,0	6,96



Fig 11

Si el porcentaje de agua (componente de menor punto de ebullición) en el líquido es pequeño, se disolverá completamente en la mezcla. Su presión parcial va a partir de 0 con el primer incremento de concentración, y va a permanecer constante mientras las concentración pasa por la región inmiscible limitada por las composiciones x_{F1} 20% en peso de agua (51 % en moles) y x_{F2} 92,1 % en peso (98 % en moles).

Para altos valores de x_F , P_{H_2O} se va a incrementar hasta el valor P_x que es la presión de vapor parcial del agua pura a la temperatura dada.

Respecto de la presión de vapor parcial del líquido de mayor punto de ebullición (BuOH), el cual al estado puro y a la temperatura dada tiene una presión de vapor P_y , la situación es similar.

Comenzando por P_y , la presión total aumenta a medida que aumenta la concentración del de punto de ebullición menor (agua) hasta un valor que permanece constante en la región de inmiscibilidad y cae a P_x en el caso de altas concentraciones de agua.

Así, el valor constante p dentro de la región de inmiscibilidad representa el valor máximo de la presión de vapor a esa temperatura.

Dijimos que en caso de completa inmiscibilidad y a temperatura constante las presiones parciales de vapor de los componentes individuales son independientes de la concentración del líquido e iguales a las presiones de vapor de los componentes puros a esa temperatura. Así, en dicho caso

$$P_x = P_x$$

$$P_y = P_y$$

En el caso de miscibilidad parcial como es el Etanol-Agua, dentro del área de inmiscibilidad las presiones parciales de vapor son menores que las presiones de vapor de los componentes puros. Luego, cuando el tanto por ciento disuelto de uno de los líquidos aumenta, la presión parcial del otro componente y la total disminuyen. En consecuencia, a presión constante, la temperatura de ebullición aumenta cuando aumenta el porcentaje disuelto de uno de los componen-

tes.

Para determinar si una mezcla parcialmente miscible puede ser separada por destilación o por rectificación es necesario conocer la relación entre la concentración x_D (moles %) del líquido que hierve a menor temperatura (agua) en el vapor y concentración del mismo (moles %) en el líquido en ebullición para todas las concentraciones entre 0 y 100 %, a presión total constante.

La curva que representa esta interdependencia se llama CURVA DE EQUILIBRIO. Esta relación puede ser encontrada directamente midiendo la concentración del líquido y vapor cuando hierve a presión constante. Este trabajo fué realizado por J.S. Stockhardt y C.M. Hall publicado en la revista Ind. Eng. Chem. 23- 12 - 1438 de donde tomamos los siguientes datos.

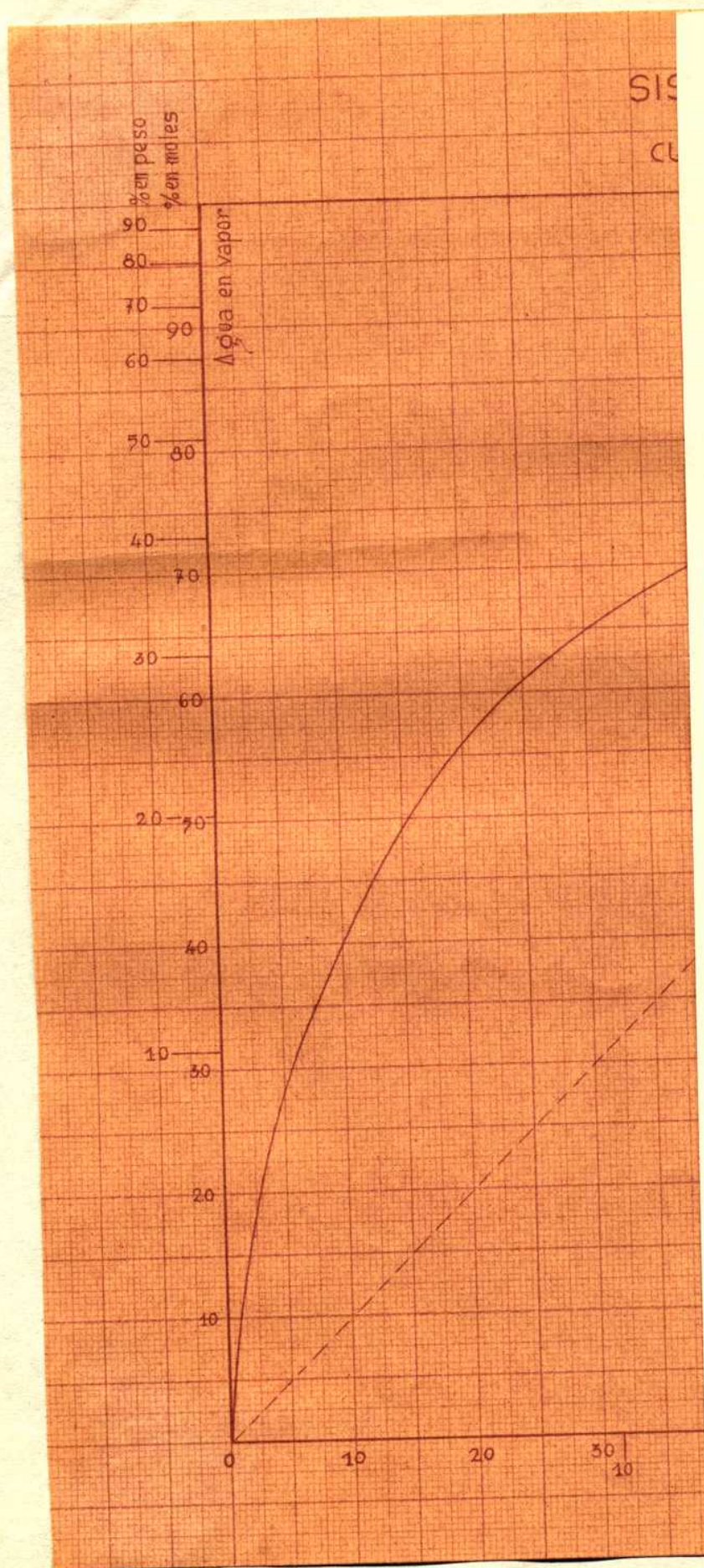


Fig. 12

SISTEMA $\text{BuOH-H}_2\text{O}$

CURVA DE EQUILIBRIO

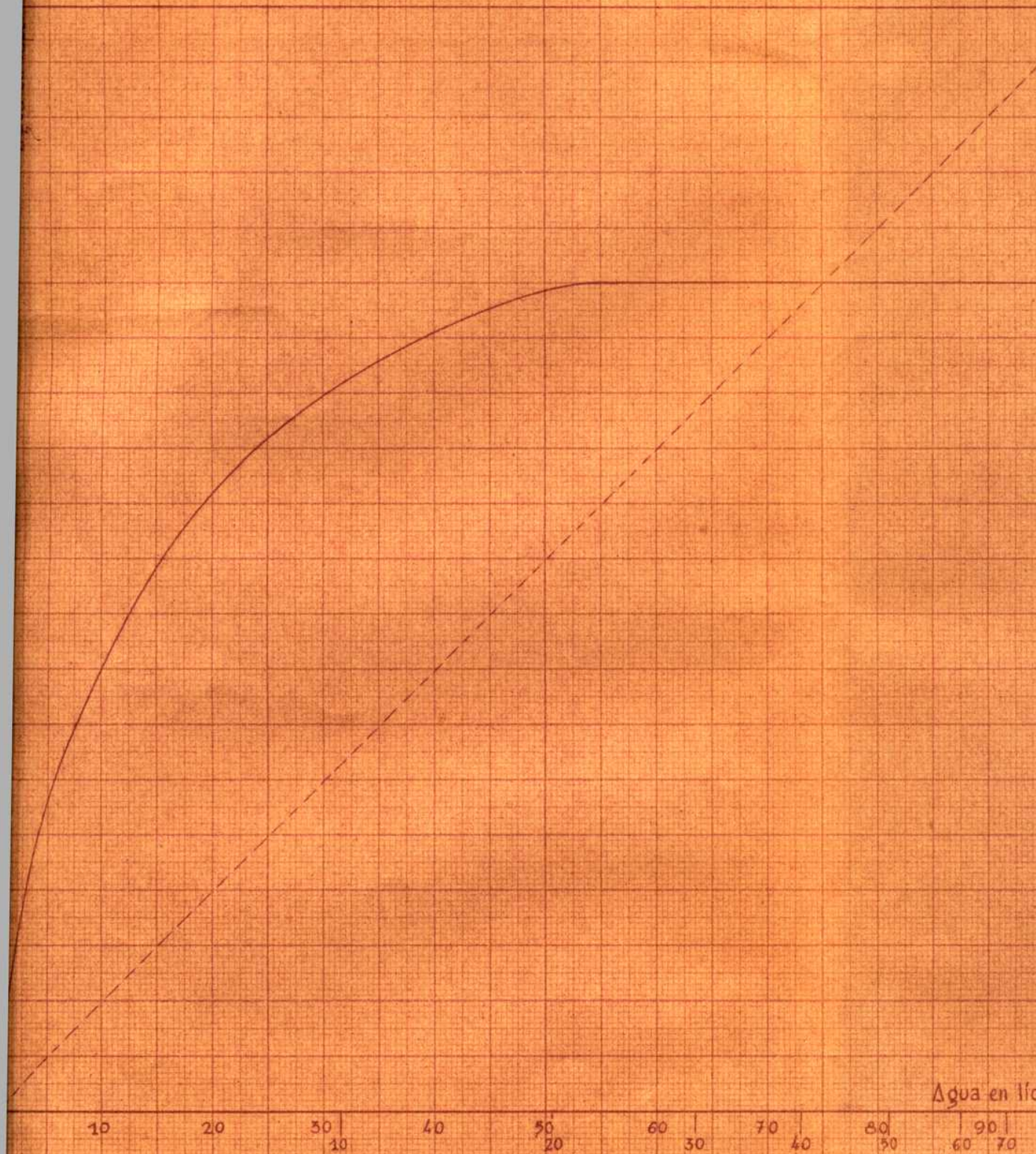


Fig. 12

A medida que el porcentaje de agua en el líquido aumenta, su concentración en el vapor aumenta dentro de la región de miscibilidad hasta alcanzar un valor constante en la región de inmiscibilidad. Este valor constante da en la intersección con la diagonal del gráfico el punto A tal que

$$x_A = x_D = x_F = 75,2 \text{ moles } \%$$

que es la concentración de la solución azeotrópica.

Con porcentajes mayores que x_F en el líquido (92 %), la concentración de agua en el vapor aumenta, ya dentro de la segunda región de miscibilidad hasta $x_D = 100$ moles %.

La curva de composición del vapor vs. composición del líquido es generalmente llamada curva de equilibrio. Dentro de la región de inmiscibilidad, la curva de equilibrio es horizontal y la temperatura de ebullición de la mezcla permanece constante. En el caso que nos ocupa, es de 92,7 ° C a una presión total de 760 mm Hg.

La temperatura de ebullición aumenta a medida que disminuye la concentración de agua x_F , hasta un valor 117,4 ° C con $x_F = 0$. También aumenta, fuera de la región de inmiscibilidad, a medida que la concentración de agua aumenta hasta 100 ° C con $x_F = 100$.

Si se representa la temperatura de ebullición de la mezcla en función de la composición del líquido en ebullición y el vapor correspondiente, se obtienen las curvas de ebullición y de rocío o de condensación del vapor fig. 13.

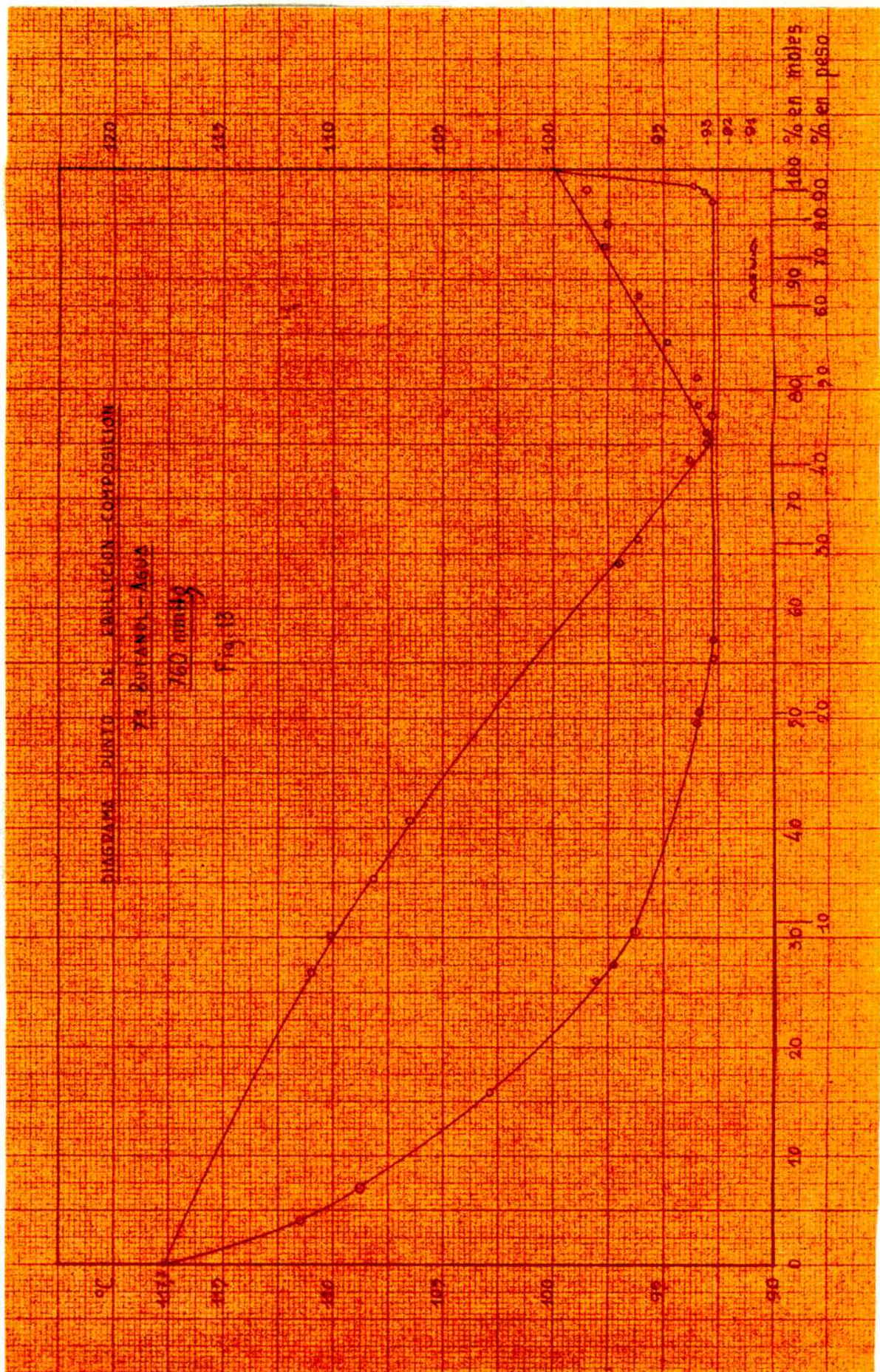
Ambas curvas tienen un punto de temperatura mínima común en A, al que corresponden concentraciones $x_A = x_F = x_D = 75,2$ moles % de agua y es la solución azeotrópica.

DIAGRAMA PUNTO DE EMBULICION-COMPOSICION

73. ETANOL-AGUA

760 mmHg

Fig. 13



K- INFLUENCIA DE LA PRESIÓN EN LAS CONDICIONES DE EQUILIBRIO

Presión Absoluta	SISTEMA	COMPONENTES		AZEOTROPO					
		Peso específico 20/20 °C	Punto de ebullición °C	Punto de ebullición °C	Composición % en peso			Volumen relativo de las capas a 20°C	Peso Específico de las capas 20/20 °C
					Azeotropo	Capa Superior	Capa Inferior		
30 mm	n-Butanol Agua	0,8108	47	28	48,0	80,5	7,8	Superior: 59,0	Superior: 0,849
		1,0000	29		52,0	19,5	92,2	Inferior: 41,0	Inferior: 0,989
760 mm	n-Butanol Agua	0,8108	117,7	93,0	55,5	77,5	8,0	Superior: 71,5	Superior: 0,849
		1,0000	100,0		45,5	22,5	92,0	Inferior: 28,5	Inferior: 0,990

DATOS TOMADOS DE UN FOLLETO DE CARBIDE AND CARBON CHEMICAL COMPANY

Desde el punto de vista del rendimiento, es decir, de la cantidad de Butanol anhidro obtenible a partir de una carga saturada con

III - CALCULO DEL NUMERO DE PLATOS DE LA COLUMNA

RECTIFICADORA

A - DESCRIPCION DEL PROCESO

B - CALCULO DEL NUMERO DE PLATOS

C - CONCLUSIONES

A - DESCRIPCION DEL PROCESO

1. En el caso particular de sistemas del tipo Butanol - Agua que presentan heteroazeótropos, es decir que dentro de un cierto rango de concentraciones del líquido en la caldera se obtiene un destilado que se separa en dos fases inmiscibles, la división de las dos corrientes, reflujo y producto, es conveniente hacerla por medio de un decantador. De este modo tiene lugar un enriquecimiento importante ya que se hace reflujar la capa rica en butanol (80%) y se manda a almacenaje para su posterior destilación la fase pobre en butanol (8 %) y rica en agua que es la que se desea eliminar.

2. Así, cuando comienza la destilación de una carga que tiene un peso específico de 0,850 a 20° (o sea 80 % de butanol en peso, el destilado tiene la composición del azeótropo que es 57,5 % en peso de butanol.

Sabemos que es imposible obtener un destilado más rico en agua por definición del azeotropismo.

3. Estos vapores destilados, una vez condensados se separan en dos fases de composición definida porque según vimos en el capítulo II el sistema butanol-agua es solo parcialmente miscible.

Los volúmenes relativos y composiciones de estas capas en el momento inicial son:

70 % con peso específico 0,850 y concentración 80 % en peso de butanol.

30 % con peso específico 0,980 y concentración 8 % en peso de butanol.

Así es como se reordena el azeótropo. A medida que la destilación progresa el contenido de la caldera irá siendo más pobre en agua y aunque ya no destilará el azeótropo, todavía se seguirá obteniendo un destilado que se separa en dos capas al condensarse. Llegará un momento en que el destilado estará en el límite de miscibilidad, es decir que al condensarse no se formarán dos capas y la capa única tendrá 20 % en peso de agua y 0,850

de peso específico a 20° C, Si no hubiera rectificación esto ocurriría cuando el líquido en ebullición en la caldera tuviera 5% en peso de agua, si se parte de una carga de 3000 litros mediante la rectificación se conseguirá que esta cifra sea menor.

4 . Hasta aquí habremos realizado lo que llamaremos la primera etapa de la destilación caracterizada como hemos visto por la separación en dos capas del destilado, su superación mediante un decantador y utilización de la capa superior rica en butanol como reflujo.

Este será pues de composición constante porque es la capa rica en butanol que está en equilibrio con la rica en agua. En cuanto a cantidad sabemos que será variable porque irá aumentando ya que según vimos, al principio de la destilación es un 70 % en volumen y subirá paulatinamente hasta llegar a 100 % al finalizar la etapa.

5 . A partir de este momento dejará de usarse el decantador y el fraccionamiento del destilado para obtener el reflujo se hará por medio de dos rotámetros.

Esta será la llamada SEGUNDA ETAPA y se caracteriza porque el destilado ya no se separa en dos capas y porque el reflujo es de composición variable, tiene la misma composición que el producto y ambos van siendo más pobres en agua a medida que la destilación progresa hasta que el contenido de la caldera queda anhidro y entonces el destilado es anhidro también. Este será el momento en que termina la llamada segunda etapa.

6 . En este punto tendremos toda la carga que queda en la caldera como butanol anhidro que habremos de destilar para separarlo de sustancias extrañas en solución. Esta será la TERCERA ETAPA. En ella el destilado tendrá una composición uniforme e igual a la de la caldera, salvo que estará libre de sustancias disueltas.

Esta etapa termina cuando se llega a un nivel tal en la caldera que no alcanza al serpentín calefactor, o bien que no lo cubre lo suficiente como para producir la destilación.

B - CALCULO DEL NUMERO DE PLATOS PARA UNA UNIDAD DE DESTILACION
DISCONTINUA

1 - Número de platos teóricos

a - Para simplificar el cómputo del número de platos en una unidad rectificadora, se presume válida la ecuación

$$r = r_1 = r_2 \quad (1)$$

o sea que el calor molar de evaporación de cada uno de los dos componentes iguale al calor de evaporación de la mezcla y que es independiente de la concentración.

En efecto vimos que

$$r_{\text{Agua}} = 9710 \frac{\text{Cal}}{\text{mol}}$$

$$r_{\text{nBu}} = 10140 \text{ Cal/mol.}$$

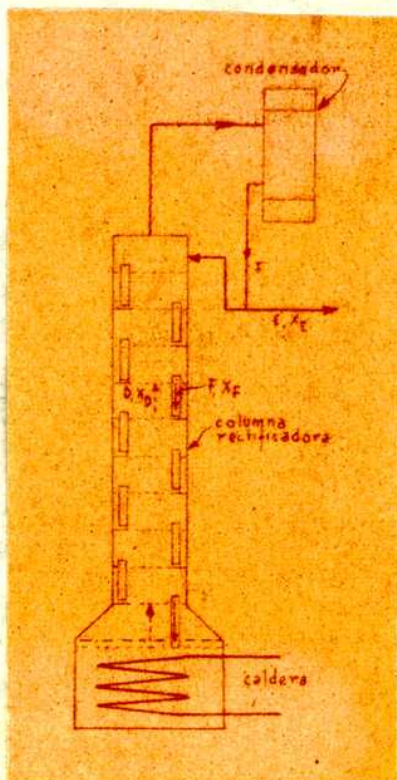
$$r = 10000 \text{ Cal/mol}$$

Se deduce entonces que el número de moles de vapor condensado por el líquido en cualquier plato iguale al número de moles de vapor que en el plato se forman.

Entonces, las cantidades de vapor que entran y dejan un plato son iguales y constantes en toda la columna.

Esta misma condición vale para la fase líquida.

Refiriéndonos a la figura siguiente



B - CALCULO DEL NUMERO DE PLATOS PARA UNA UNIDAD DE DESTILACION
DISCONTINUA

1 - Número de platos teóricos

a - Para simplificar el cómputo del número de platos en una unidad rectificadora, se presume válida la ecuación

$$r = r_1 = r_2 \quad (1)$$

o sea que el calor molar de evaporación de cada uno de los dos componentes iguale al calor de evaporación de la mezcla y que es independiente de la concentración.

En efecto vimos que

$$r_{\text{agua}} = 9710 \frac{\text{Cal}}{\text{mol}}$$

$$r_{\text{nBu}} = 10140 \text{ Cal/mol.}$$

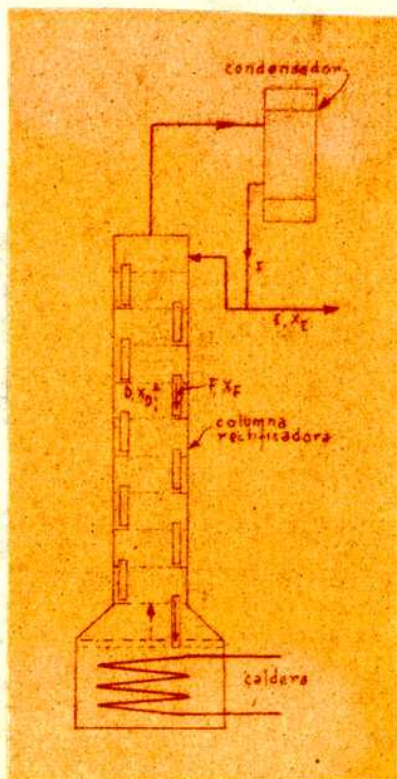
$$r = 10000 \text{ Cal/mol}$$

Se deduce entonces que el número de moles de vapor condensado por el líquido en cualquier plato iguale al número de moles de vapor que en el plato se forman.

Entonces, las cantidades de vapor que entran y dejan un plato son iguales y constantes en toda la columna.

Esta misma condición vale para la fase líquida.

Refiriéndonos a la figura siguiente



D: moles por hora de vapor de mezcla binaria que pasa hacia arriba de un plato a otro.

F: moles por hora de líquido que fluye hacia abajo a través de los vertederos, en la misma sección horizontal.

E: moles por hora de destilado o producto

x_D = mol % de agua en el vapor

x_F = mol % de agua en el líquido

x_E = mol % de agua en el producto (destilado)

$$D = F + E \quad (2)$$

$$y \quad Dx_D = F \cdot x_F + E \cdot x_E \quad (3)$$

$$\text{y sustituyendo } D \text{ de la ecuación 2 en la} \quad (3)$$

$$x_D = \frac{F}{E + F} \cdot x_F + \frac{E}{E + F} \cdot x_E \quad (4)$$

dividiendo el numerador y denominador del segundo miembro por F se obtiene la relación

$$v = \frac{E}{E} \quad (5)$$

que es una importante variable operativa de una unidad rectificadora ya que determina no solo el consumo de vapor y refrigerante, sino el número de platos necesarios. Esta relación indica la cantidad de reflujo por unidad de producto y se llama relación de reflujo.

Introduciendo la relación de reflujo v en la ecuación (5) se obtiene otra ecuación que indica la relación entre la concentración del vapor y del líquido en cualquier momento

$$x_D = \frac{v}{v + 1} \cdot x_F + \frac{x_E}{v + 1} \quad (7)$$

Como solo x_D y x_F son variables, esta expresión representa la ecuación de una línea recta llamada línea de enriquecimiento (línea de intercambio de una columna rectificadora). Cuando se repre-

sente x_F contra x_D (fig. 2) esta línea intersecta la ordenada x_D en el punto

$$o = \frac{x_D}{v + 1} \quad (\text{ordenada al origen}) \quad (8)$$

y su pendiente con respecto al eje x_F es

$$t_g \propto \frac{v}{v + 1} \quad (9)$$

En la ecuación (7), si $x_D = x_F$ la intersección de la línea de enriquecimiento con la diagonal para la abscisa x_F es

$$x_F = x_D$$

En otras palabras cuando no hay enriquecimiento por condensación parcial el vapor que se desprende del último plato, el reflujo devuelto a él y el producto tienen todos la misma composición x_D moles %. Esta composición determina la intersección A de la línea de enriquecimiento con la diagonal. Si la relación de reflujo y es conocida podemos determinar otro punto B de la línea de enriquecimiento.

b - El caso del sistema Butanol - Agua es muy particular porque a pesar de no utilizarse deflegmador (lo que nos daría un enriquecimiento por condensación parcial), en la primera etapa el reflujo es mucho más pobre en agua y el producto mucho más rico en ella que los vapores que se desprenden del último plato debido a la decantación de las dos capas inmiscibles.

Nosotros haremos la suposición de que esto no afecta la posición del punto A y B, o sea de la línea de enriquecimiento.

El cálculo así estará afectado de un error por exceso, es decir que la aplicación en estas condiciones del método de McCabe-Thiele nos dará que son necesarios más platos que lo real. Sin embargo como pensamos utilizar el cálculo así realizado para ubicar la segunda etapa, es decir para saber aproximadamente cuando comienza ésta y construir la columna guiándonos principalmente por el número de platos necesarios en esta etapa, el error que tal simplificación acarreará será despreciable. En efecto, el enriquecimiento por rectificación en la primera etapa será pequeño frente al enriquecimiento produ-

cido por el decantador.

La composición del vapor que se desprende de un plato puede ser determinada por medio de la línea de enriquecimiento, si se conoce la del líquido que recibe. Aún más, si las concentraciones del vapor que se desprende de un plato y la del líquido que lo deja se conocen, es posible reconstruir paso por paso las variaciones de composición de vapor y líquido a través de toda la columna.

Para esto habrá que tener en cuenta lo siguiente.

2 - Línea de enriquecimiento

Presumiendo que el vapor que se levanta de un plato está en equilibrio de fase con el líquido que lo deja, la variación en la concentración de agua en el vapor respecto de la concentración en el líquido asequible mediante un plato intercambiador puede computarse fácilmente.

Si la concentración de agua en el líquido que deja un plato es x_{F_u} (fig. 2) la concentración de agua en el vapor x_{D_u} que llega al plato queda determinada por el punto C ubicado en la línea de enriquecimiento.

El vapor que se levanta del plato en consideración está en equilibrio de fase con el líquido que lo deja, de modo que su concentración, x_{D_0} , está representada por el punto D en la curva de equilibrio el cual da también la concentración del líquido x_{F_u} .

La diferencia entre la ordenada del punto D y C (corresponde al valor de abscisa x_{F_u}) representa el enriquecimiento teórico en agua obtenible mediante una mezcla completa de líquidos e intercambio calórico perfecto.

Queda así definido el Enriquecimiento Teórico.

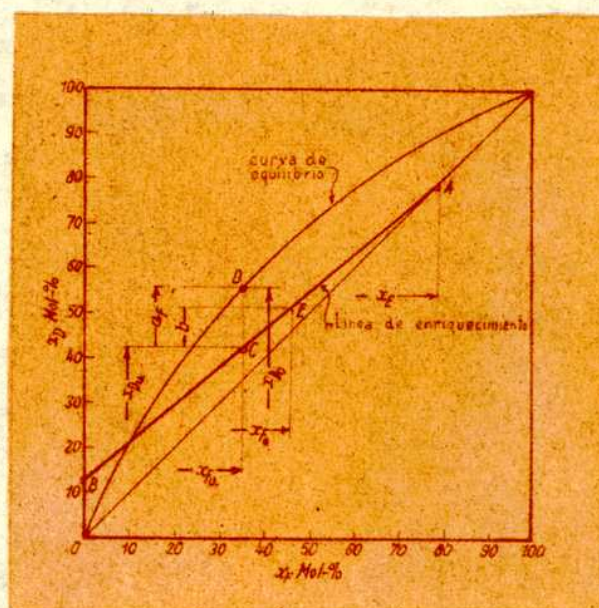
$$e_T = x_{D_0} - x_{D_u}$$

Pero si la concentración real del líquido que cae al plato en consideración es x_{F_0} , la intersección M (en la línea de enriquecimiento) obtenida levantando una línea vertical por x_{F_0} da la concentración real de agua en el vapor que se levanta del plato en

consideración. El enriquecimiento real alcanza solo el valor b . La razón entre el enriquecimiento real y el teórico se llama Razón de Enriquecimiento.

$$s = \frac{b}{a_p}$$

La experiencia señala que a todas las demás variables iguales, la razón de enriquecimiento en una columna varía de plato a plato con la concentración.



3 - Variación de la Razón de Enriquecimiento con la concentración y trazo de la curva

- a - Según Perry la eficiencia de columnas rectificadoras de alcohol es muy baja
- b - Según Kirschbaum, la razón de enriquecimiento aumenta con la concentración en componente más volátil hasta un máximo y luego decrece de nuevo.

Los puntos tomados corresponden a razones de enriquecimiento correspondientes a concentración en el líquido que deja los platos.

La eficiencia decrece con las concentraciones extremas.

- c - Nosotros pensamos que teniendo en cuenta A y B la curva que representa la variación de la eficiencia o razón de enrique-

cialiento puede ser la que dibujamos en Fig. 4.

Hemos dado una eficiencia cercana a 1,0 a la zona más allá de 60 % pensando que siempre será el último plato de la cabeza el que trabajará en esta zona y teniendo en cuenta que a él refluye Butanol de equilibrio 50 % H_2O en moles y en la creencia de que se desprenderá el azeótropo 75 % H_2O en moles, independientemente de cuanto se acerque a lo ideal el intercambio de calor y masa.

4 - La Relación de Reflujo y la Línea de Enriquecimiento

a) La línea de enriquecimiento

Para el cálculo de destilaciones discontinuas el método de McCabe - Thiele es aplicable con la característica de que varía la posición de la línea de enriquecimiento ya que la composición del destilado y de la caldera va variando continuamente. Sin embargo en la primera etapa vimos que como consecuencia de la separación en dos capas mutuamente en equilibrio el reflujo y el producto tienen una composición constante y lo que varía es la relación de masas. En consecuencia nosotros optamos por utilizar una sola línea de enriquecimiento que pensamos que es lo que más se asemeja al sentido físico de esa línea.

En la segunda etapa la composición del destilado sigue variando en forma continua pero como ya no hay reordenación en capas corresponde variar también la posición de la línea de enriquecimiento. Hemos utilizado sólo dos posiciones ya que el número de platos que deberá tener la columna está dado por el máximo necesario en un momento dado y que nosotros pensamos que es aquel en que se inicia la segunda etapa.

b) La Relación de Reflujo

1 Primera etapa. Vimos en IV. A que durante esta etapa el reflujo variaba en forma continua desde el 70 % hasta el 100 % del total destilado. Podríamos trazar un haz de líneas de enriquecimiento con origen en el azeótropo y con pendiente que variara entre la co-

correspondiente a un reflujo de 70 % y la de una de 100 % que corresponden a la diagonal del gráfico. Cada una de ellas nos determinaría un número de platos que no diferiría mucho uno del otro, por eso optamos por considerar una sola línea de enriquecimiento correspondiente a un reflujo de 80 %. El origen de la línea de enriquecimiento (A) está en el azeótropo. La posición del punto B sobre el eje de ordenadas lo calculamos según

$$\psi = \frac{x_2}{v + 1} = \frac{75}{\frac{80}{80} + 1} = 15$$

2 Segunda etapa: Como la relación de reflujo aquí es constante la composición del destilado debe variar necesariamente según lo dicho en IV.A. A cada composición del líquido en la caldera le corresponde una composición definida de destilado en todo momento de la destilación. Correspondería trazar varias líneas de enriquecimiento, todas ellas paralelas entre sí porque la pendiente está dada por la relación de reflujo que es constante.

El origen de cada línea se encontraría sobre la diagonal según vimos en IV. 3.1 e iría desplazando hacia abajo a medida que el destilado fuera siendo más pobre en agua. Según lo dicho hemos elegido solo dos de esas rectas posibles, ambas para una relación de reflujo 2 : 1 que hemos elegido para realizar el cálculo por ser la relación más comúnmente empleada en este tipo de destilaciones.

En la práctica habrá que determinar si este es el valor más conveniente. La relación entre los valores de composición de caldera y de destilado se representa en los gráficos de fig. 5 y 6. Ningún enriquecimiento se produce en el condensador. La relación de reflujo en 2a. etapa es 2:1. La concentración inicial del destilado x_{22} determina el punto A_2 en la diagonal, y fija la pendiente $\frac{v}{v+1}$ de la línea de enriquecimiento y el punto B_2 la ordenada a origen $O_2 = 18$. El efecto de la columna fraccionadora es el de seis platos rectificadores cuando la composición en la caldera es $x_{72} = 3,5\%$ en moles de agua.

La destilación continúa hasta que la unidad da un des-

tilado de concentración x_{E_3} (fig.6) al que le corresponde el punto A_3 en la diagonal y el B_3 como ordenada al origen de la línea de enriquecimiento para la misma relación de reflujo. Ahora solo tres platos serían necesarios. La concentración en caldera corresponde 1,5 % de agua en moles x_{E_3} .

Y así siguiendo hasta llegar a una composición en caldera de 0,2 % en moles que da un vapor de 3 % en moles (1,2 % en peso) peso específico 0,811 a 20° C. que es el producto deseado.

5 - Cuadro de valores para el trazado de las Curvas de Equilibrio Reales teniendo en cuenta la variación de la Razón de Enriquecimiento con la concentración y la relación de reflujo adoptada.

Llamamos

x_{D_0} : Valor de ordenada sobre la curva de equilibrio

x_{D_u} : Valor de ordenada sobre la línea de enriquecimiento

a_F : Enriquecimiento teórico

S : Razón de enriquecimiento

b : Enriquecimiento real

Punto	x_{D_0}	x_{D_u}	$\frac{a_F}{x_{D_0} - x_{D_u}}$	S	$\frac{b}{a_F \cdot S}$	$u + b$	Curva
I _a	75,0	65,0	10,0	0,70	7,0	72,0	
II _a	75,0	60,0	16,0	0,07	1,1	60,1	
III _a	73,0	51,5	21,5	0,18	3,9	55,4	
IV _a	68,5	43,5	25,0	0,31	7,1	50,6	
V _a	63,5	37,5	26,0	0,37	9,6	47,0	
VI _a	58,0	32,5	22,5	0,38	8,5	41,0	
VII _a	40,5	24,0	16,5	0,51	5,1	29,1	
I' _a	74,0	51,5	22,5	0,10	2,2	53,57	
II' _a	73,0	43,0	25,0	0,18	4,5	52,5	
III' _a	68,5	41,5	27,0	0,30	8,1	49,6	
IV' _a	61,0	34,5	26,5	0,38	10,1	44,6	
V' _a	48,5	27,5	21,0	0,37	7,8	35,3	
VI' _a	30,0	21,0	9,0	0,20	1,8	22,8	
I'' _a	63,5	28,5	35,0	0,37	13,0	41,6	
II'' _a	54,0	23,0	32,0	0,38	12,0	38,0	
III'' _a	48,5	20,0	28,5	0,35	10,0	30,0	
IV'' _a	40,5	17,0	23,5	0,30	7,0	24,0	
V'' _a	30,0	13,5	16,5	0,20	3,3	16,8	

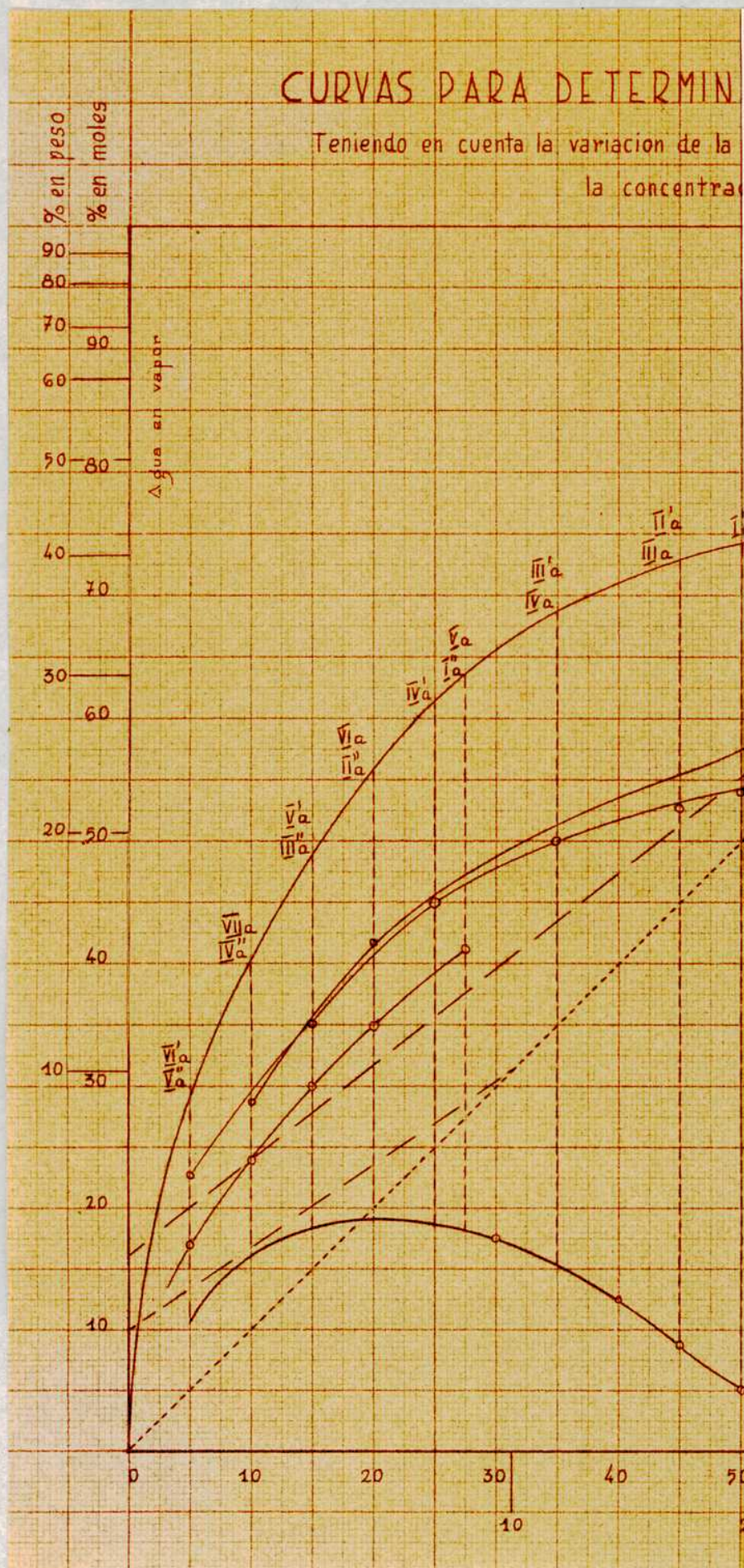


Fig. 3

CURVAS PARA DETERMINAR EL N° DE PLATOS

Teniendo en cuenta la variación de la relación de enriquecimiento con la concentración

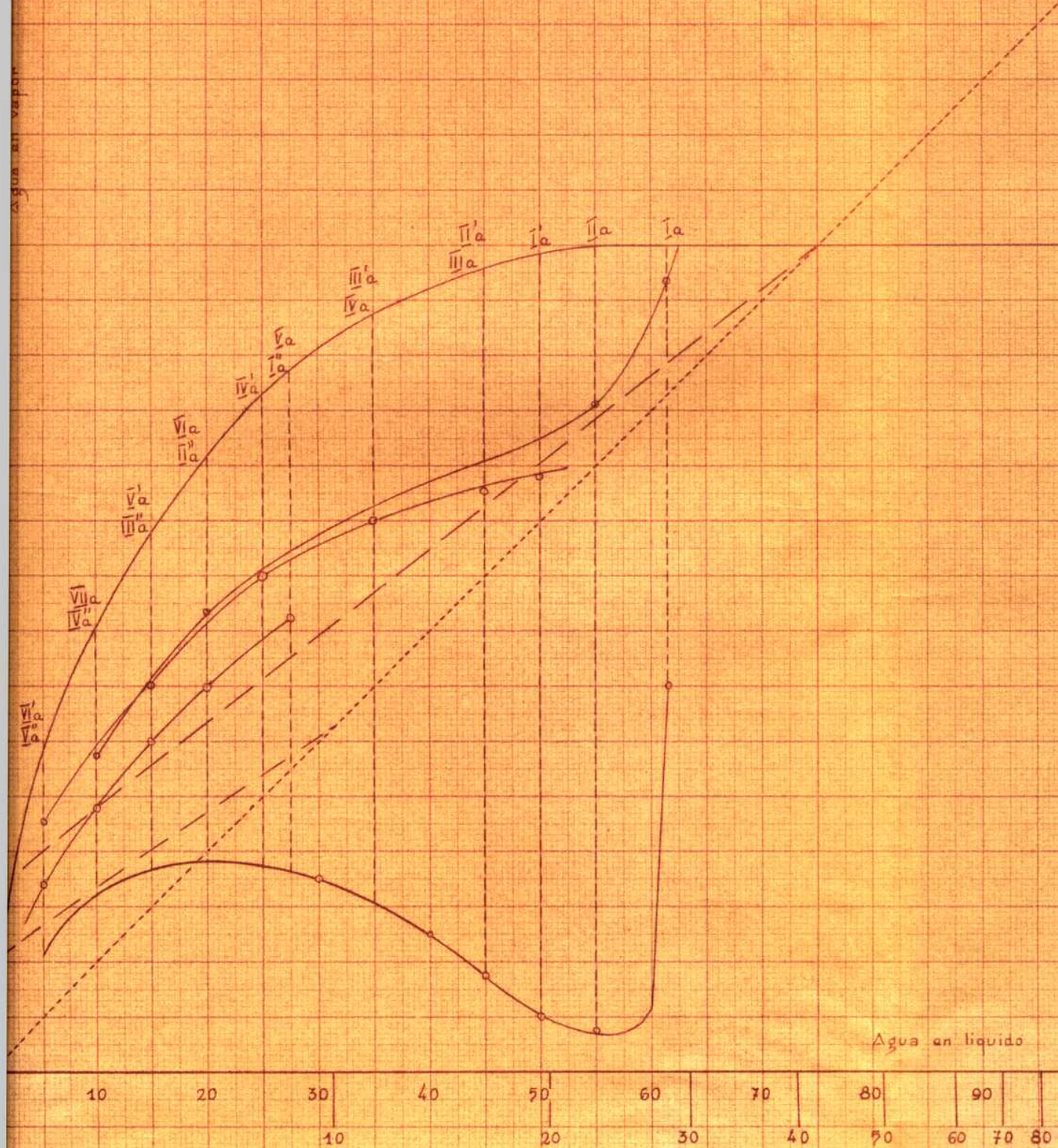


Fig. 3

6.- Cálculo del número de platos reales según el método gráfico de
Mc Cabe Thiele

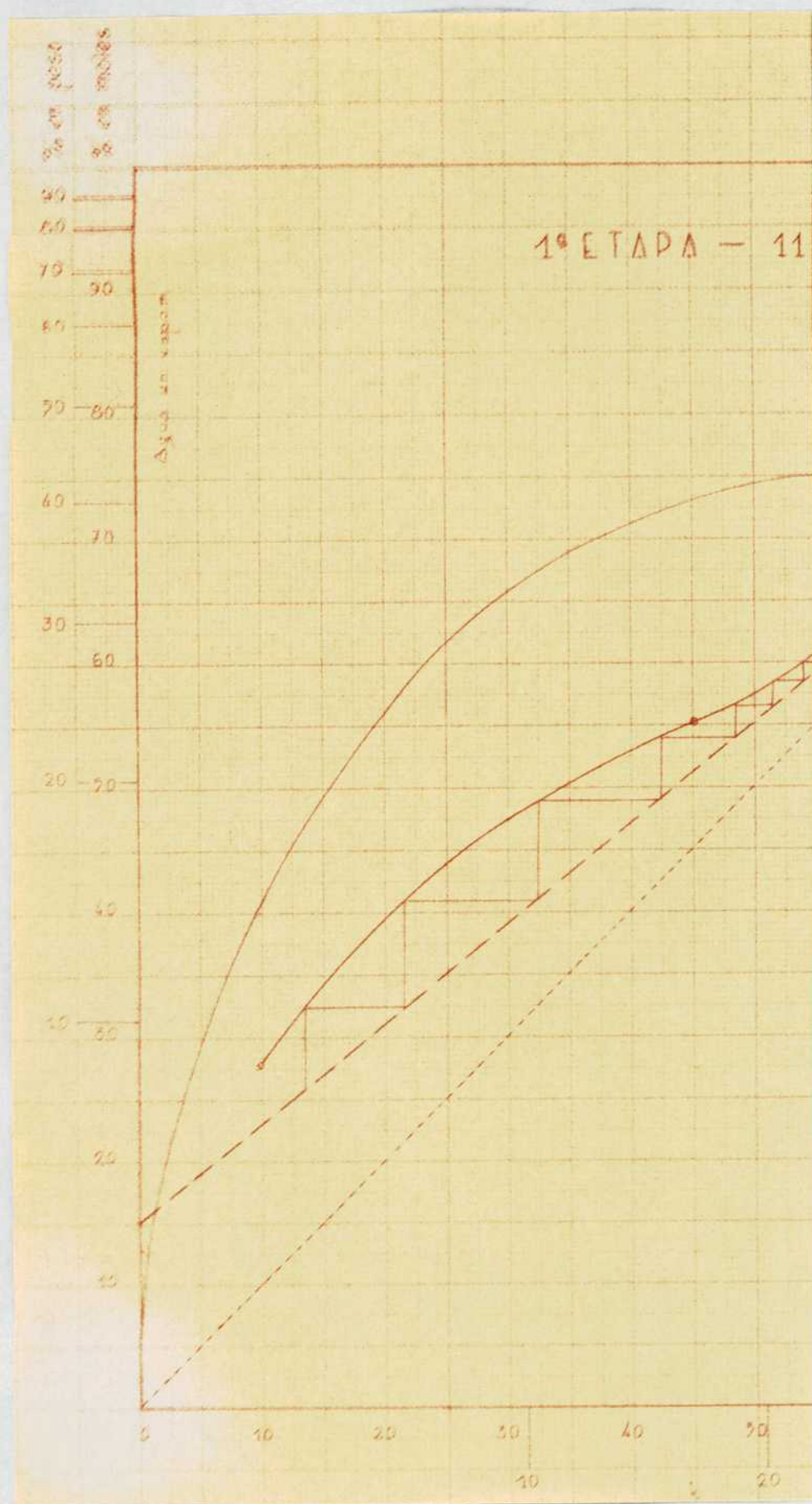


Fig. 4

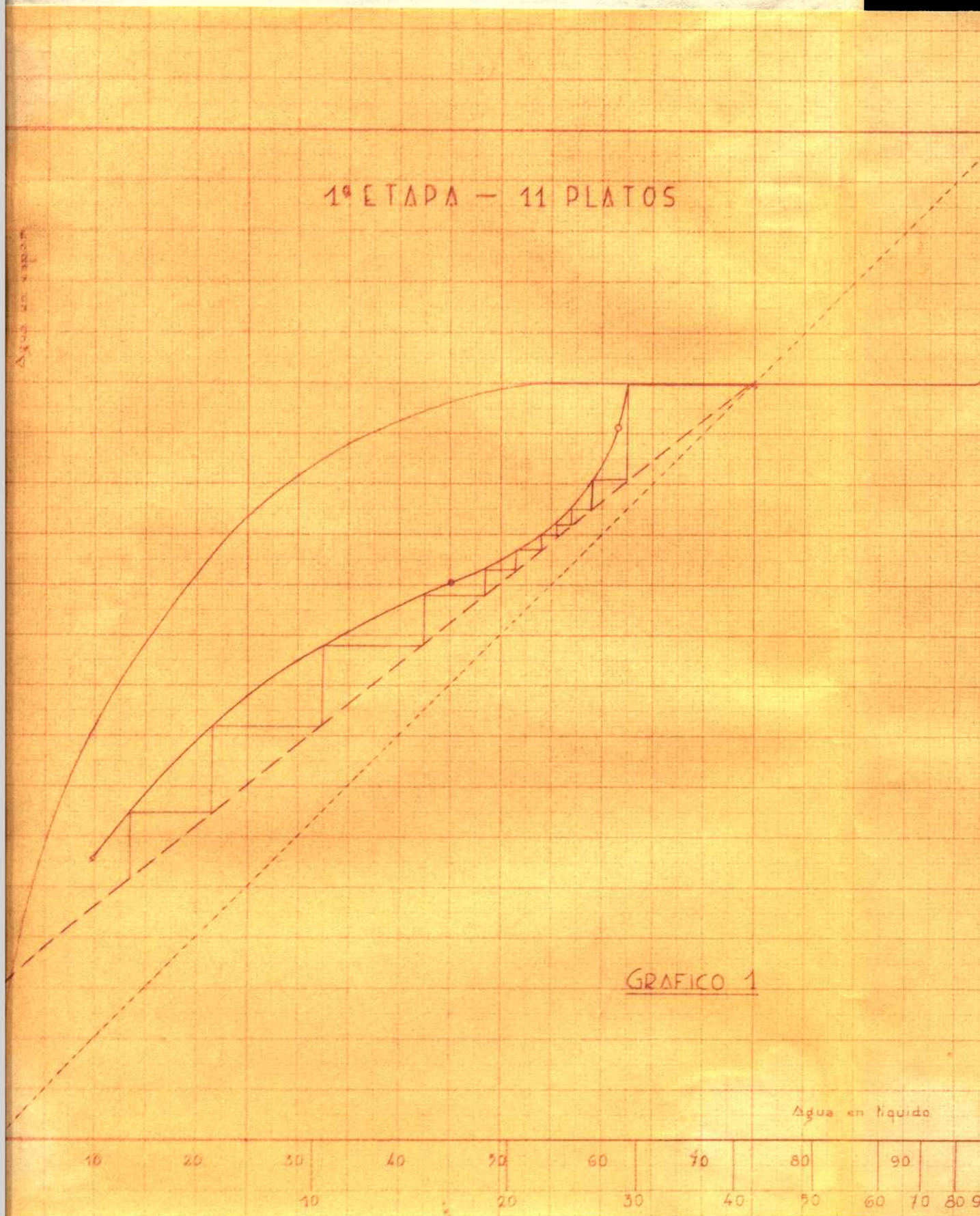


Fig. 4

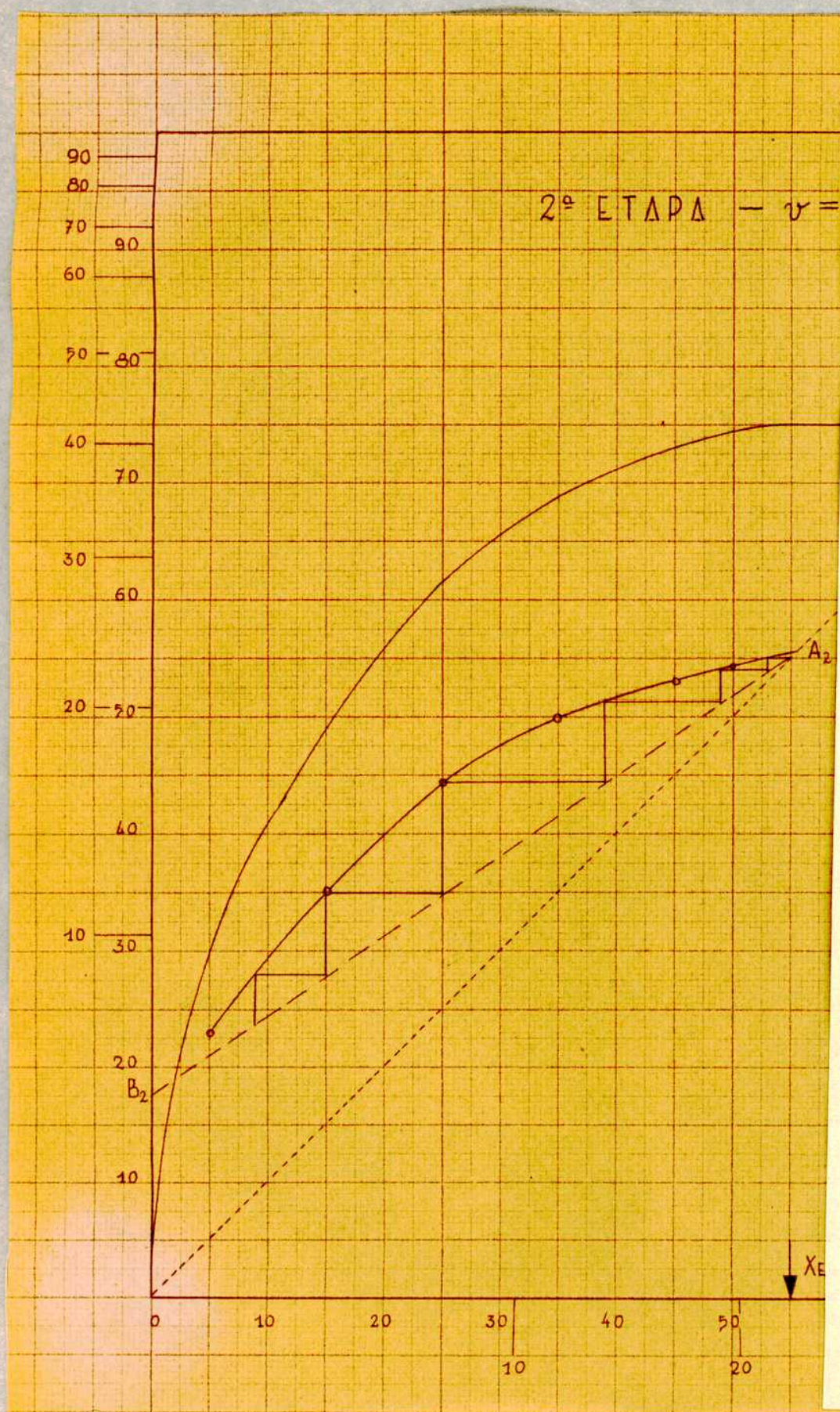


Fig. 5

2ª ETAPA - $v=2:1$ (comienzo)

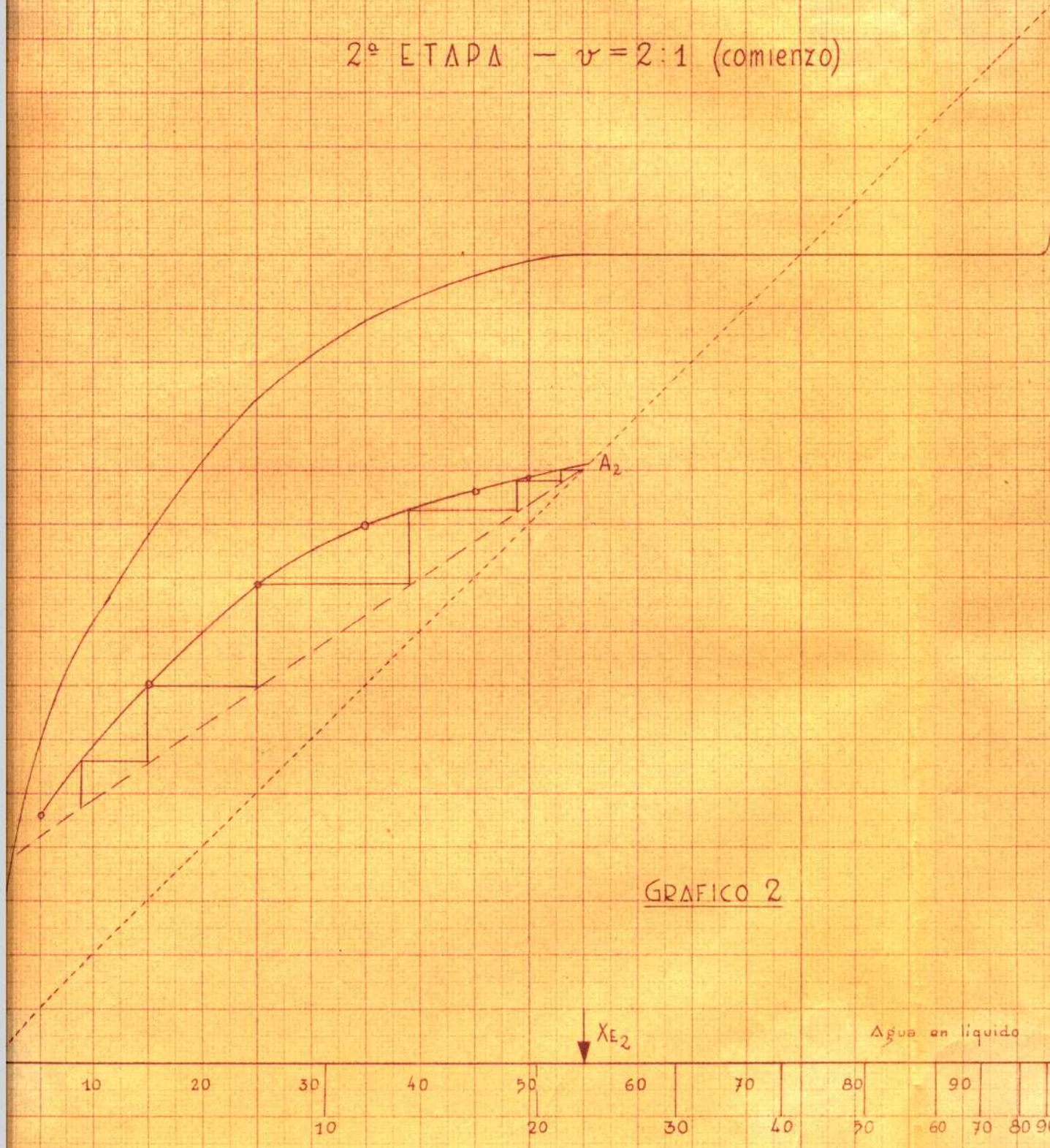


Fig. 5



Fig. 6

2ª ETAPA - $v=2:1$ (Final)

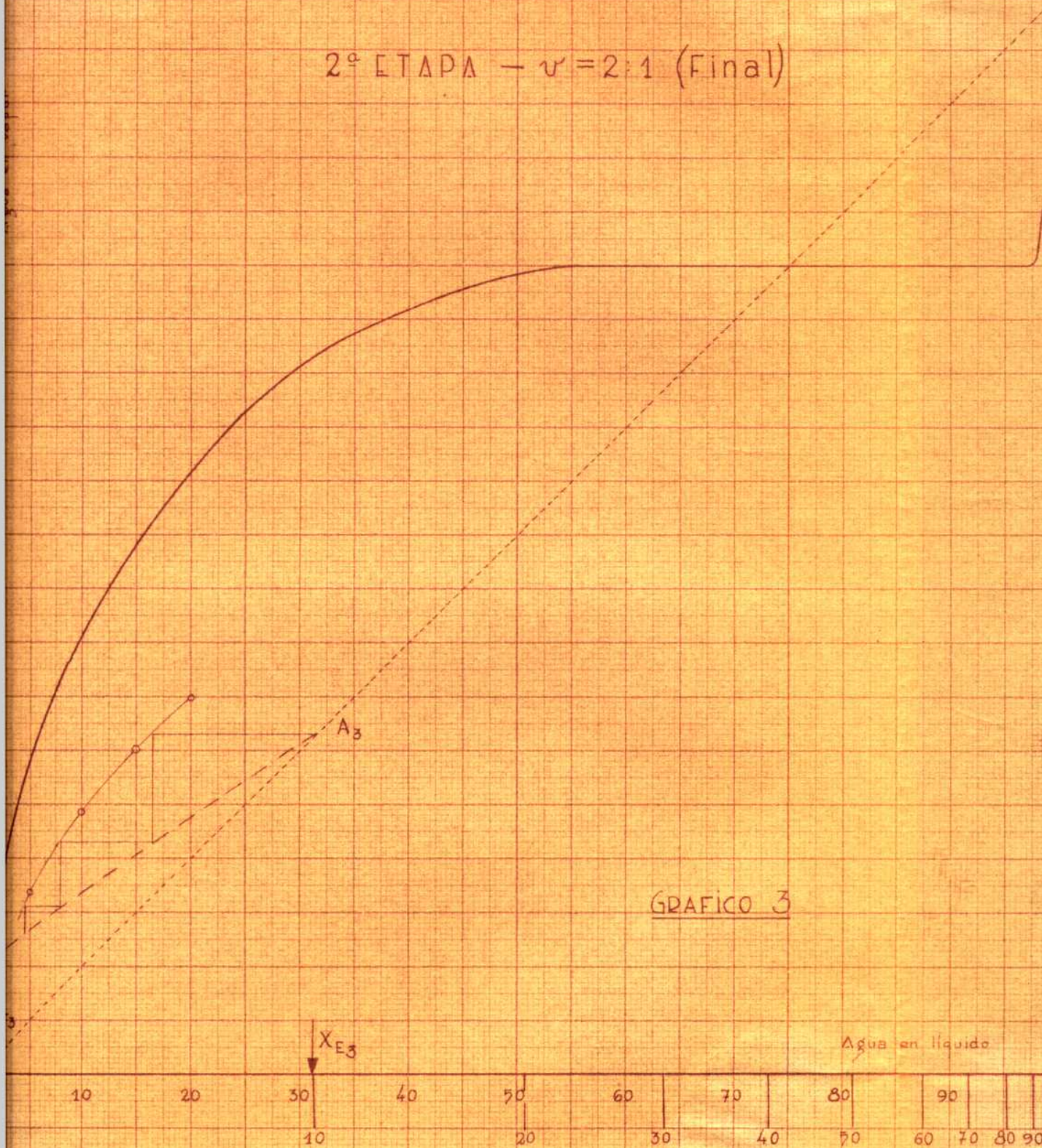


Fig. 6

C - CONCLUSIONES

De acuerdo con el cálculo serían necesarios unos once platos durante la primer etapa, seis al comenzar la segunda y tres hacia el fin de ésta.

Nosotros recomendamos SEIS platos como mínimo y, en el caso de ser económicamente factible DIEZ platos.

En la práctica tendremos oportunidad de ver como se comporta una columna de CINCO platos y hacer una recomendación definitiva.

IV - CALCULOS DE DIMENSIONES

- A - CALCULO DEL DECONTADOR**
- B - CALCULO DE LA CANTIDAD DE CALOR NECESARIA PARA LA EVAPORACION DEL D-BUTANOL-AQUA**
- C - CALCULO DEL ELEMENTO CALEFACTOR**
- D - CALCULO DEL CONDENSADOR**
- E - CALCULO DE LAS DIMENSIONES DE LA COLUMNA**
- F - DIMENSIONES DE LA CALDERA**

A - CALCULO DEL DECANADOR

1 - INFLUENCIA DE LAS VARIABLES

El cálculo de este elemento es muy complejo y conviene guiarse por una serie completa de medidas obtenidas de la práctica. Los elementos que tendremos en cuenta son:

- 1) Tiempo de inducción y su variación con la temperatura y porcentaje de agua.
- 2) Influencia de la temperatura en la velocidad de decantación.
- 3) Influencia del porcentaje de agua en la velocidad de decantación.
- 4) Influencia del diámetro del decantador en la velocidad de decantación.

a . Tiempo de inducción:

Cuando entra a un recipiente una suspensión sólido - líquido o una emulsión, se producen movimientos turbulentos que impiden en el primer momento la decantación.

Al cabo de un determinado período de tiempo, comienza la decantación normal recibiendo este lapso el nombre de "tiempo de inducción".

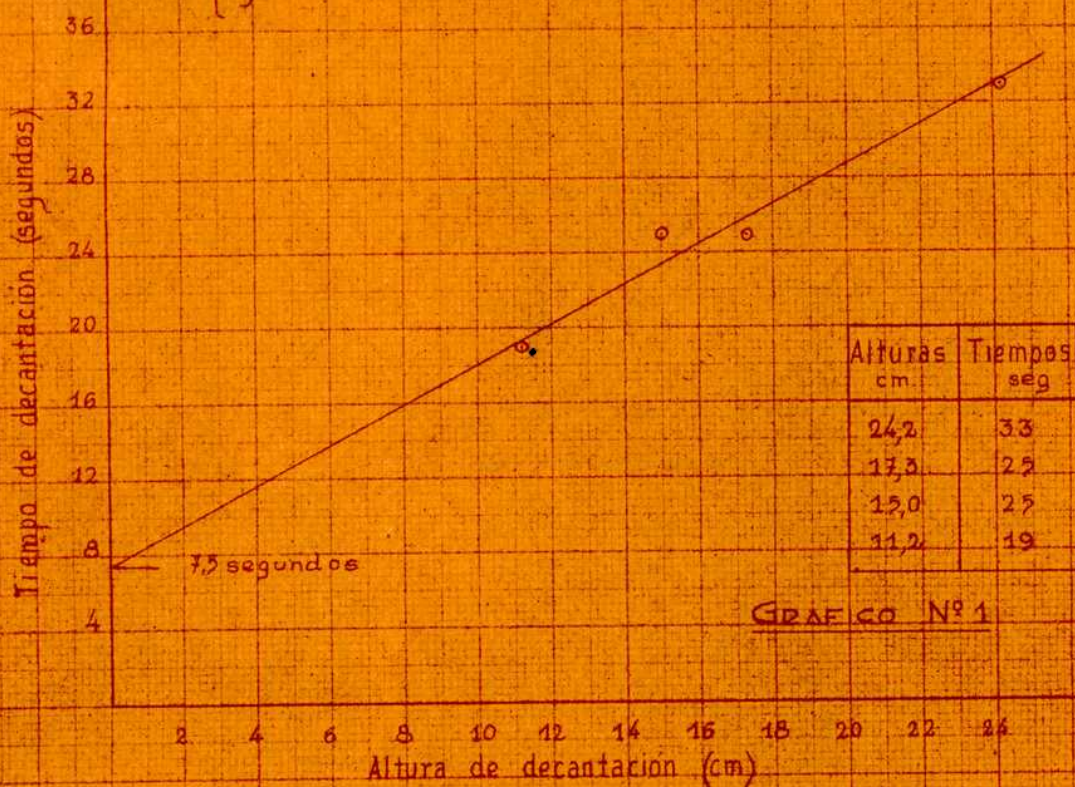
Podemos hacer visible este fenómeno provocando la decantación en recipientes de vidrio. En nuestro caso hemos empleado probetas de vidrio tomando muestras directamente a la salida del condensador del destilador en funcionamiento. Hemos medido el tiempo de inducción por extrapolación en la siguiente manera:

Se recogió en cuatro probetas distintas cantidades de condensado, anotando la altura de lo recogido en cada una. Se anotó el tiempo necesario para la decantación total y se trazó una curva altura de decantación - vs. tiempo de decantación. El punto donde la recta resultante corta a las ordenadas y que representa al tiempo de

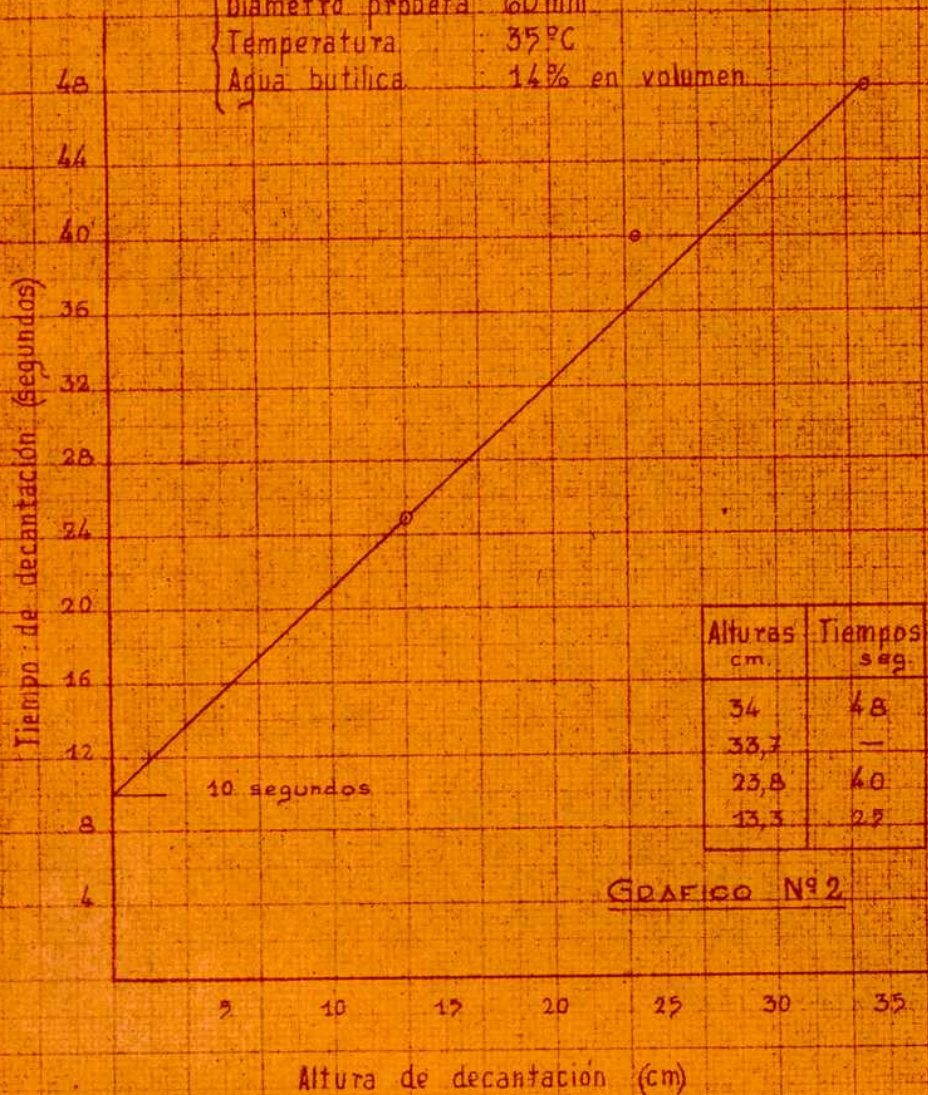
decantación para la altura cero, es el "tiempo de inducción" para las condiciones en que se ha efectuado la prueba.

Se ven en los gráficos 1 y 2 el tiempo de inducción para dos capas con 14 % de agua en volumen.

{ Diámetro probeta: 33 mm
 { Temperatura: 40°C
 { Agua butilica: 14% en volumen



{ Diámetro probeta: 60 mm
 { Temperatura: 35°C
 { Agua butilica: 14% en volumen



Estos tiempos de inducción hallados por extrapolación coinciden exactamente con el tiempo que tarda en aparecer la primera etapa de agua en el fondo de la probeta. Por ello, se midió en adelante el tiempo de inducción en esa forma, que resulta mucho más sencilla y tan exacta como la anterior.

Gráfico 1 - tiempo de inducción para diámetro = 33 mm.

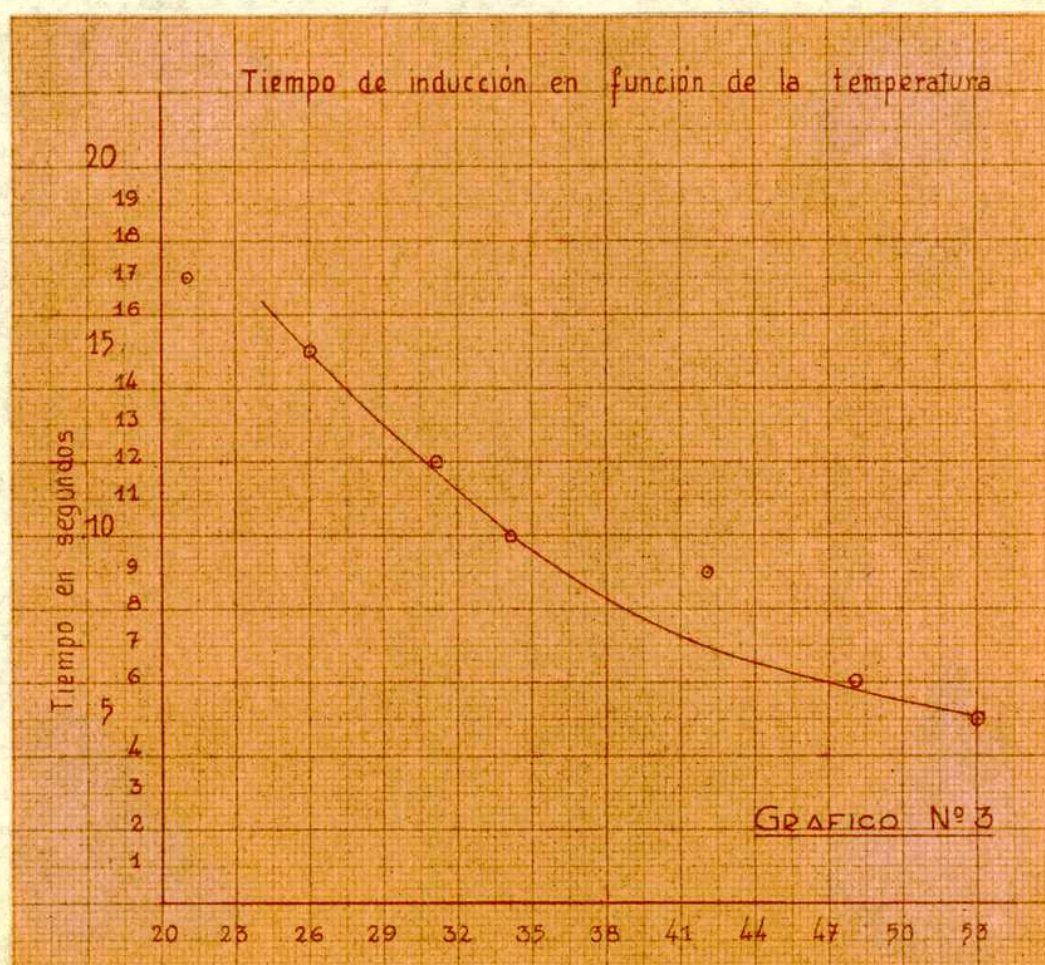
Gráfico 2 - tiempo de inducción para diámetro = 60 mm.

El tiempo de inducción no varía prácticamente con el diámetro del decantador.

El tiempo de inducción no varía prácticamente con el tenor en agua.

El tiempo de inducción disminuye al aumentar la temperatura.

Eso se comprueba de la simple observación del gráfico N° 3 obtenidos midiéndolos en una probeta de $\phi = 60$ mm, con una capa acuosa de 20 % en volumen.



b . Influencia de la temperatura en la velocidad de decantación

Se midió la velocidad de decantación en una probeta de las siguientes características:

Volumen 1 litro

Diámetro mm 60 mm.

Se empleó en forma permanente una altura de mezcla BuOH - agua de 34,5 cm.

El tenor en agua butílica fué de 20 % en volumen.

En estas determinaciones, se hizo variar la temperatura del condensador del destilador dejándola durante cinco minutos para que se estabilice. Se sacó la muestra en la probeta y se midió el tiempo de decantación.

Se hallaron de los datos obtenidos los siguientes valores.

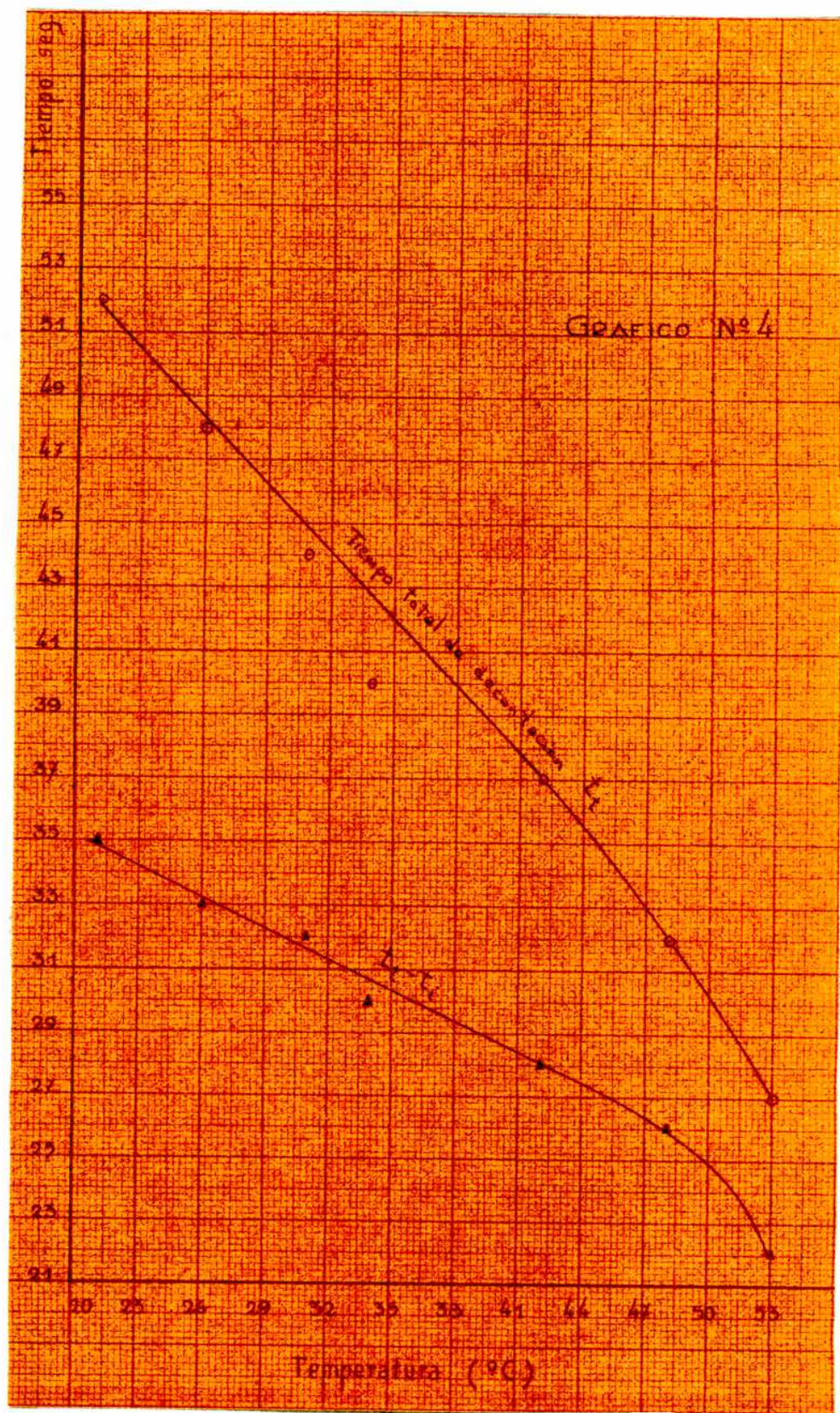
Velocidad aparente: $v_a = \frac{h_t}{t_t - t_1}$ donde $\begin{cases} (h_t = \text{altura de decantación (34,5 cm)}) \\ (t_t = \text{tiempo total de decantación}) \\ (t_1 = \text{tiempo de inducción}) \end{cases}$

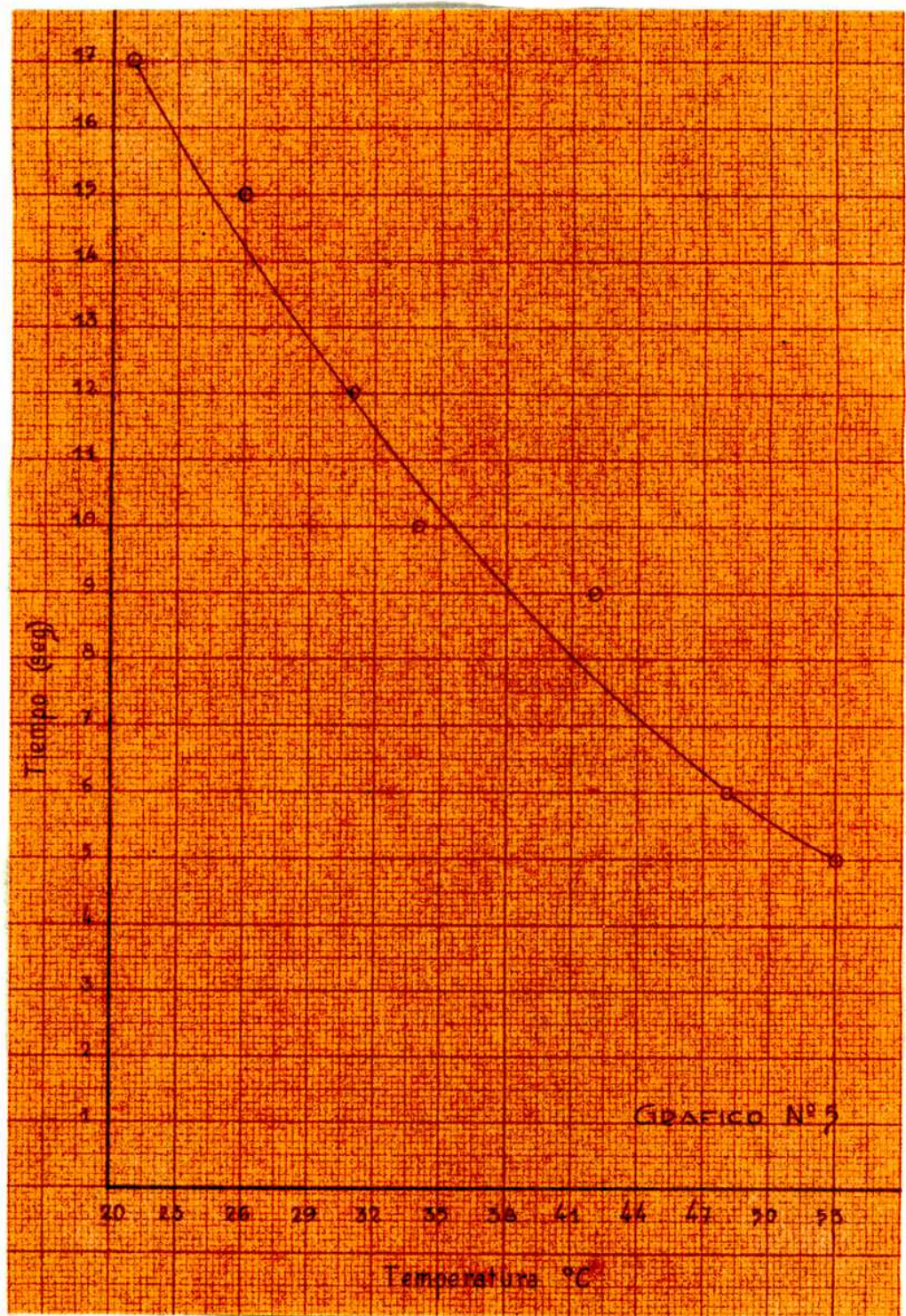
Velocidad absoluta: Es distinta de la anterior. Simplemente es la velocidad corregida por el hecho que la altura de decantación no es h_t , si no $h_t - h_{H_2O}$ es decir, la altura total descontada la altura de la capa de agua.

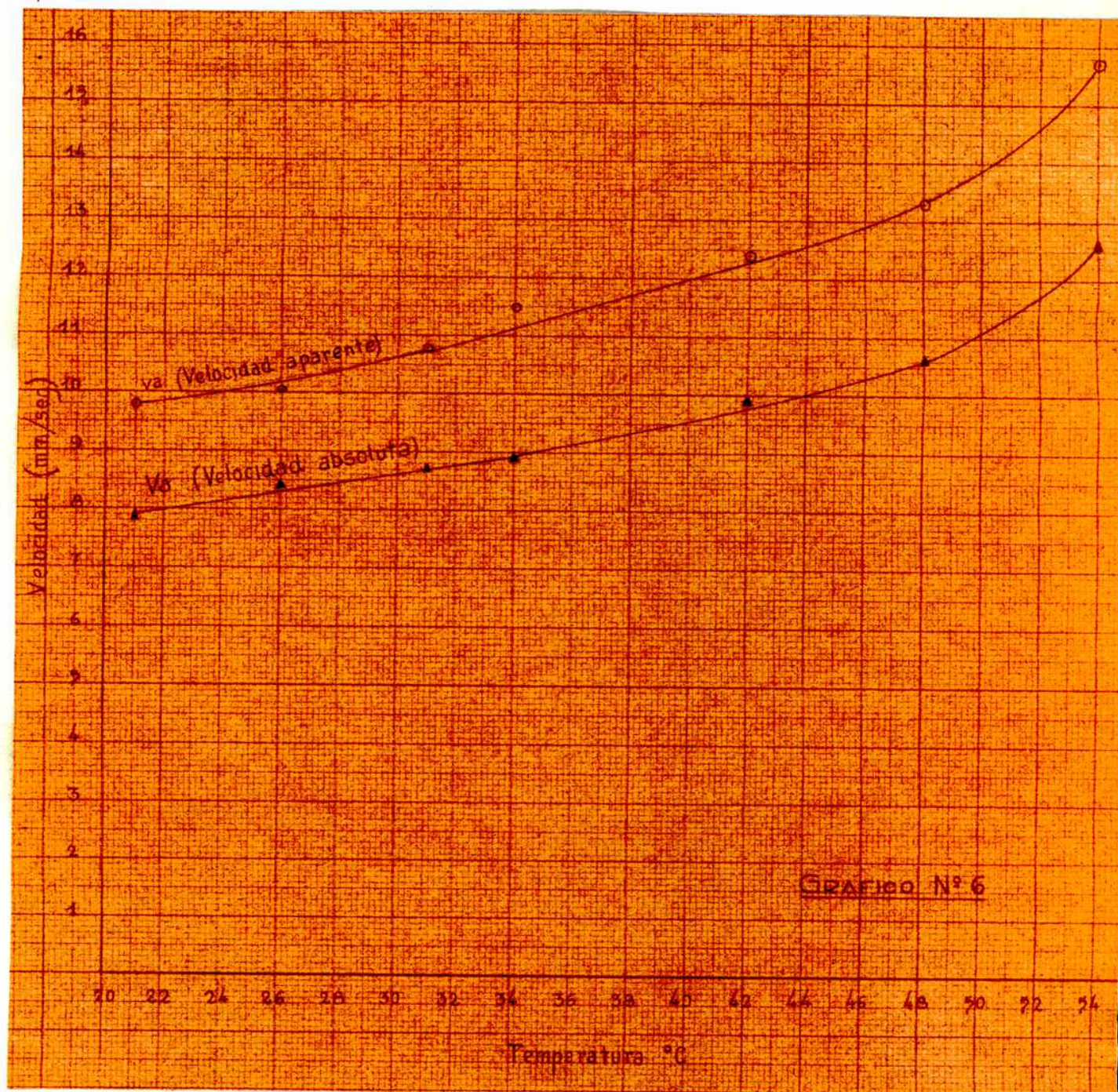
Velocidad absoluta: $v_a = \frac{h_t - h_{H_2O}}{t_t - t_1}$ donde $\begin{cases} h_t = \text{altura de decantación (34,5 cm).} \\ t_t = \text{tiempo de decantación total} \\ t_1 = \text{tiempo de inducción} \\ h_{H_2O} = \text{altura de la capa de agua al final de la decantación (cm).} \end{cases}$

Temperatura	$t_2(\text{seg})$	$t_1(\text{seg})$	$t_2 - t_1 = \Delta t$ seg	V_a (cm/seg)	v_a (cm/seg)
21	52	17	35	0,79	0,98
26	48	15	33	0,84	1,05
31	44	12	32	0,87	1,08
34	40	10	30	0,92	1,15
42	37	9	28	0,99	1,24
48	32	6	26	1,06	1,33
53	27	5	22	1,25	1,57

El efecto puede verse en los gráficos 4, 5 y 6.







Conclusiones:

La temperatura tiene un notable efecto en la velocidad de decantación, valor que aumenta muy rápidamente por encima de los 43° C. El inconveniente de trabajar a esta temperatura es que el olor es ya muy intenso. Es conveniente trabajar a 40° C donde la velocidad de decantación es buena y enteramente aceptable la emanación de vapores de butanol.

c . Influencia del porcentaje de agua en la velocidad de decantación

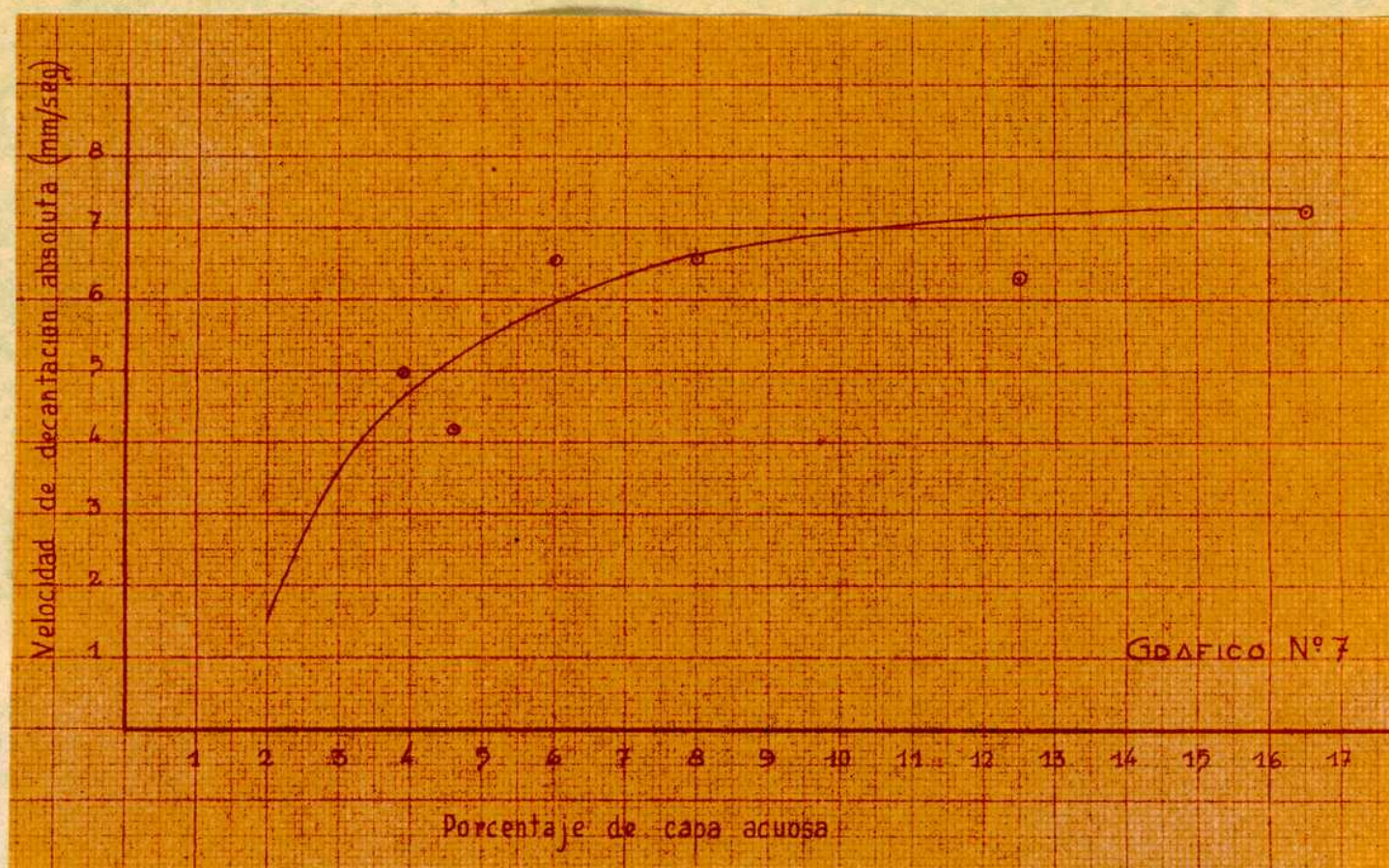
Para esta determinación se recibieron en una probeta las mezclas BuOH - agua de primer etapa a la misma temperatura y con porcentajes decrecientes de agua a medida que progresaba primera etapa.

Se empleó una probeta de capacidad = 1 litro ; diámetro = 60 mm.

Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

% de agua	temperatura ° C	tiempo de decantación (seg)	velocidad de decantación absoluta (mm/seg)
3,8	40	9	4,95
4,6	40	9	4,26
6,0	40	9	6,56
8,0	40	9	6,56
12,5	40	9	6,30
16,5	40	9	7,20

Los resultados pueden apreciarse en el gráfico a continuación



Conclusiones:

De acuerdo a lo que muestra el gráfico conviene terminar la decantación entre 2 y 3 % en volumen de capa acuosa, ya que si se intentase ir más lejos, la velocidad de decantación bajaría mucho y obligaría a la adopción de un decantador de excesivo diámetro, o, en caso de haber un decantador instalado, este fallaría.

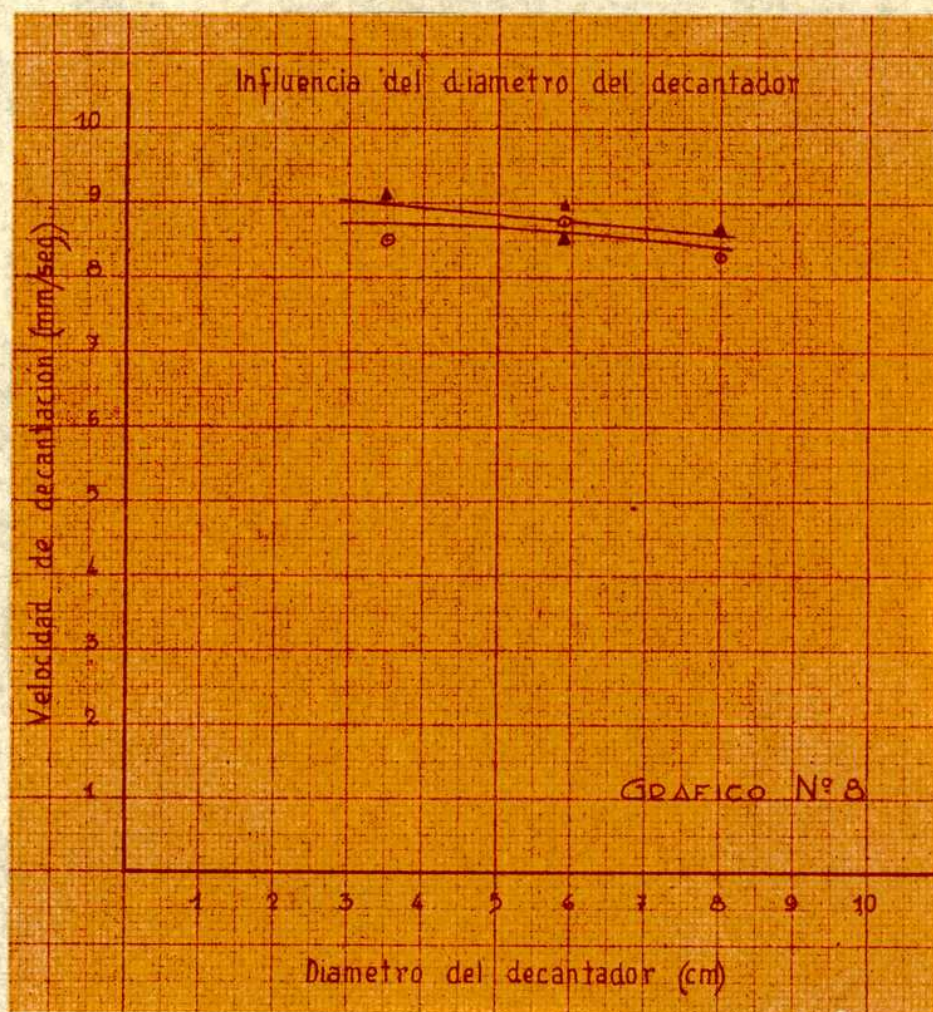
d . Influencia del diámetro del decantador

Se estudia esto porque ocurre en decantadores, que, siendo de poco diámetro y manejando soluciones viscosas, se hace sentir el efecto de las paredes. En los de gran diámetro, ocurre que, formándose corrientes extrañas, se altera la normal decantación. Se efectuó la prueba, recibiendo la misma altura de líquido en probetas de distinto diámetro.

Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

diámetro (cm)	Temperatura °C	% capa acuosa	velocidad de decantación absoluta (mm/seg)
3,5	41	7,82	8,48
5,8	41	7,00	8,70
8,0	41	6,65	8,30
3,5	40	6,03	9,1
5,8	40	4,80	8,6
5,8	41	4,30	8,9
8,0	40	4,90	8,63

Estos datos se representan en el gráfico N° 8



Conclusiones:

La velocidad de decantación, no se vé influenciada en los límites de la práctica por el diámetro del decantador.

2 - CALCULO DE LAS DIMENSIONES DEL DECANTADOR

Lo calcularemos poniéndonos en las peores condiciones para seguridad.

Nos pondremos en el punto final en el cual el tenor en agua es de 2 %.

Las condiciones seleccionadas para el cálculo son las siguientes:

temperatura	40° C
tiempo de inducción	9 segundos
velocidad de decantación	2 mm/seg.
volumen destilado	450 lt./hora

Lo calcularemos para una velocidad de 1,5 mm/seg. por razones de seguridad

$$\frac{450,000}{3,600} = 125 \text{ cm}^3/\text{seg.}$$

$$s = \frac{V}{v} \quad \begin{array}{ll} V = \text{volumen decantador} & 125 \text{ cm}^3/\text{seg.} \\ s = \text{sección del decantador} & \text{cm}^2 \\ v = \text{velocidad de decantación} & 0,15 \text{ cm/seg.} \end{array}$$

$$s = \frac{125}{0,15} = 836 \text{ cm}^2$$

$$s = 836 \text{ cm}^2$$

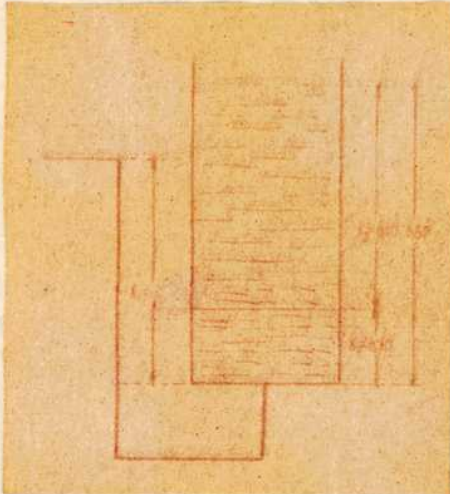
$$d = 29 \text{ cm.} \quad \text{diámetro del decantador}$$

La altura debe ser como mínimo la que permita al líquido hacer un recorrido suficiente a vencer el período de inducción. Como este dura 9 segundos y la velocidad de ascensión es de 1,5 mm/seg, alcanza a elevarse 13,5 mm.

Debido a la presencia de corrientes turbulentas provocada por la entrada al decantador, damos a este la altura total de 0,80 m.

Calcularemos el desborde de manera tal que queda una altura de 20 cm. de agua butílica en el mismo

Siendo:



densidad del agua butílica

$$\Delta B = 0,98$$

" del butanol 90%

$$\Delta_u = 0,850$$

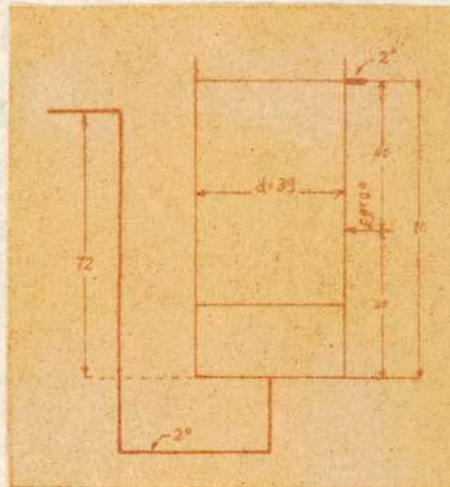
$$h_1 \times 0,98 = h_2 \times 0,98 + h_3 \times 0,850$$

$$h_1 = \frac{0,20 \times 0,98 + 0,60 \times 0,850}{0,98} = 0,72 \text{ m.}$$

$$h_1 = 0,72 \text{ m}$$

Habiendo fluidos en circulación, además de la presión hidrostática en ambas ramas, influye la pérdida de carga. Para reducirla, ya que depende del cuadrado de la velocidad hacemos el tubo de eliminación de agua de 50 mm de diámetro.

El decantador queda finalmente así, estando la entrada a media altura



B - CALCULO DE LA CANTIDAD DE CALOR NECESARIA PARA LA EVAPORACION DEL BUTANOL - AGUA

Se efectúa el cálculo sobre la base de lo destilado en una primera etapa y controlando este valor con la cantidad de vapor condensada en el mismo tiempo.

. Para esta determinación se midió el butanol-agua condensado durante 10 minutos y el condensado liberado por el elemento calefactor en el mismo período de tiempo.

Los resultados fueron los siguientes:

(Butanol en dos capas (Capa acuosa : 13 %
(Capa butanol : 87 %
(Temperatura de ebullición : 104 ° C
(Cantidad destilada : 450 lt/hora
(Presión de vapor : 50 p.s.i.
(Cantidad de condensado : 192/Kg./hora

Cálculo del calor necesario en base al butanol destilado:

Consideraremos en la mezcla butanol agua que el calor latente de la mezcla es igual a la suma de los calores latentes de los componentes según sus proporciones.

Lo destilado por hora será:

$$450 \times 13 = 59 \text{ lts. de agua butílica saturada}$$

$$450 \times 87 = 391 \text{ lts. de butanol saturado de agua}$$

Siendo la densidad del butanol saturado de 0,850

$$391 \times 0,850 = 332 \text{ Kgs.}$$

Las cantidades de agua y butanol correspondientes al butanol saturado será, considerando la solubilidad del agua de 21,5 % en peso.

$$(332 \times 0,785 = 260 \text{ Kgs. de butanol}$$

$$(332 \times 0,215 = 71,5 \text{ Kgs. de agua}$$

Para el agua butílica saturada en la que la solubilidad del butanol es de 6,6 % en peso

$$(59 \times 0,066 = 4 \text{ Kg. de butanol}$$

$$(59 \times 0,933 = 55 \text{ Kg. de agua}$$

Las cantidades de agua y butanol destilado por hora será

$$\begin{cases} \text{Butanol} = 264 \text{ Kg/hora} \\ \text{Agua} = 126,5 \text{ Kg./hora} \end{cases}$$

Los calores latentes de los componentes son:

$$\begin{cases} \text{Butanol} = 141 \text{ Cal/Kg} \\ \text{Agua} = 537 \text{ Cal/Kg} \end{cases}$$

Las calorías necesarias para la evaporación resultan así:

$$\begin{aligned} \text{Butanol} &= 264 \times 141 = 37.300 \\ \text{Agua} &= 126,5 \times 537 = \underline{68.000} \\ \text{Calorías totales} &= 105.300 \text{ Cal/hora} \\ \underline{\text{Calor total}} &= \underline{105.300 \text{ Cal/hora}} \end{aligned}$$

Verificamos este valor con el obtenido por medida del agua condensada. Como la descarga de vapor se hace a la atmósfera el calor latente considerado será $H = 537 \text{ Cal/Kg.}$

El consumo de vapor teórico es de :

$$\frac{105.300}{537} = 196 \text{ Kg/hora}$$

El práctico medida directa es de:

$$192 \text{ Kg/hora}$$

Valores prácticamente coincidentes.

C - CALCULO DEL ELEMENTO CALEFACTOR

El valor coeficiente pelicular para el butanol podemos obtenerlo haciendo las siguientes consideraciones. Calculamos dicho coeficiente según Steover pág. 83.

Tomados en el punto de ebullición a presión atmosférica, los elementos que intervienen en las fórmulas son muy parecidos para el butanol y el alcohol etílico, con una diferencia en la viscosidad, que es algo menor en el primero. Debido a ello y para ponernos a cubierto de cualquier eventualidad, calcularemos nuestro elemento calefactor para alcohol etílico, agregándole un porciento en exceso.

El valor del coeficiente laminar dado por Steover, depende únicamente del salto térmico entre la pared y el líquido.

El valor del coeficiente total será:

$$h = 74.5 \text{ B.T.U./ft.}^2 \text{ h. } ^\circ \text{ F}$$

$$h = 74.5 \times 4.88 = 364 \text{ Cal/m}^2 \text{ h. } ^\circ \text{ C}$$

Este valor lo verificaremos con el que hemos obtenido de la práctica. El elemento calefactor es un haz tubular con 6.5 m^2 de superficie de calefacción y caños de diámetro = $3/4"$.

La cantidad de calorías suministrada es, de acuerdo a los datos obtenidos por medida directa, que resultaron de:

Consumo de vapor	192 Kg/hora
Presión	50 P.s.i.
Temperatura	148° C
Calor latente (50 p.s.i.)	507 Cal./kg.

$$Q = 192 \times 507 = 97,500 \text{ Cal/hora}$$

Siendo

$$Q = \text{hr. } S \cdot \Delta t$$

$$97,500 = \text{hr. } \times 6.5 \times 44$$

$$\text{hr} = 370 \text{ Cal/m}^2 \text{ h. } ^\circ \text{ C}$$

hr = coeficiente to-

Obtenido el valor del coeficiente total y sabiendo que corresponde a caños de diámetro = 3/4", determinaremos la longitud de los mismos:

$$3,14 \times 0,75 \times \frac{2,54}{100} \times 1 (m) = 6,5 m^2$$

$$1 \approx 107 m$$

Adoptamos por
seguridad : $1 \approx 150 m.$

D - CALCULO DEL CONDENSADOR

Como no poseemos datos concretos respecto al coeficiente de transmisión en el caso de mezcla de butanol agua, calcularemos el condensador para la tercera etapa.

En ella la : $\left\{ \begin{array}{l} \text{Cantidad destilada es de } 720 \text{ lt/hora} \\ \text{Densidad: } 0,816 \text{ a } 15^\circ \text{ C} \end{array} \right.$

La cantidad de calorías a eliminar es

$$Q = 720 \times 0,816 \times 141 = 82.500 \text{ Cal/hora}$$

Calcularemos el coeficiente de conductibilidad total.

Adoptaremos un condensador multitubular, de tubos horizontales, con el vapor condensado dentro de los tubos. La refrigeración por salmuera, ya que se desea el butanol lo más frío posible y la circulación de la misma guiada por baffles.

Lo colocaremos horizontal por razones de espacio.

Necesitamos en primer lugar, adoptar la velocidad de circulación de la salmuera, que estimamos en 0,5 ft/seg.

Según Steever, pág. 116, para líquidos calentados fuera de tubos (salmuera)

$$h_1 = h_o \times F_t \times F_d$$

$$\text{velocidad de la salmuera} = 0,5 \text{ ft/seg.}$$

$$\text{temp. media salmuera} = 2^\circ \text{ C} = 36^\circ \text{ F}$$

$$\text{adoptaremos tubos de diámetro} = 22,2 \text{ mm.}$$

Resulta así:

$$h_1 = 227 \text{ B.T.U./h. } ^\circ \text{F ft}^2$$

Para vapores condensándose en el interior de tubos horizontales, Steever, pág. 141

$$h_2 = H_o \quad F_t, F_d, F_n.$$

$$\text{La cantidad destilada es: } 720 \times 0,815 = 587 \text{ Kg/h}$$

$$587 \times 2,2 = 1300 \text{ lb/h.}$$

Adoptamos una superficie de condensación de 2 m^2

$$S = 2 \times 1,09 = 21,8 \text{ ft}^2$$

$$\frac{1300}{21,8} = 59,5 \text{ lb/ft}^2/\text{h/}$$

Para este valor considerando el valor para etanol:

$$h_0 = 300$$

La temperatura la consideramos la de cond. del alcohol etílico:

$$\text{temperatura} = 78,3^\circ \text{C}$$

$$\text{diámetro de los tubos} = 22,2 \text{ mm.} = 0,87 \text{ "}$$

$$\text{número de tubos} = 1 \text{ (por condensarse en el interior)}$$

$$F_t (116^\circ \text{F}) = 1,16$$

$$F_d (0,86") = 1,05$$

$$F_n (1) = 1,00$$

$$h_2 = \frac{300 \times 1,16 \times 1,05 \times 1,00}{1}$$

$$h_2 = 365 \text{ B.T.U./}^\circ \text{F} \times \text{ft}^2/\text{h.}$$

$$\frac{1}{h} = \frac{1}{h_1} + \frac{1}{h_2} = \frac{1}{227} + \frac{1}{365} = \frac{365 + 227}{227 \times 365} = \frac{592}{82855} = \frac{1}{140}$$

$$h = 140 \text{ B.T.U./h ft}^2 \text{ }^\circ \text{F}$$

$$h = 140 \times 4,88$$

$$h = 682 \text{ Cal/m}^2 \text{ h.}^\circ \text{C}$$

Este valor del coeficiente de transmisión corresponde a la condensación.

Para el enfriamiento, siendo el h . igual, calentaremos sólo el h_2 de Steever 106

$$h_2 = h_0 \times F_t \times F_d$$

El mínimo valor dado por la tabla es para una velocidad de líquido de 1 ft/seg. al cual corresponde

$$h_0 = 60 \text{ para } v = 1 \text{ ft./seg.}$$

Adoptamos, por seguridad, ya que el líquido corre únicamente por de-

clive y los tubos no trabajan inundados

$$h_0 = 20 \text{ B.T.U./ft. } 2 \text{ h.}^{\circ} F$$

$$h_2 = 20 \times 1,40 \times 1,03 = 28,8$$

$$h_2 = 28,8 \text{ B.T.U./ft}^2 \text{ h. }^{\circ} F$$

$$\frac{1}{h} = \frac{1}{h_1} + \frac{1}{h_2} \quad 2 \quad \frac{1}{227} + \frac{1}{28,8} = \frac{22,7 + 28,8}{227 \times 28,8} = \frac{255,8}{227 \times 28,8}$$

$$h = 25,7 \text{ B.T.U./ft}^2 \text{ h. }^{\circ} F$$

$$h = 125 \text{ Cal/m}^2 \text{ h. }^{\circ} C$$

Calcularemos la superficie condensante. Siendo $h = 662 \text{ Cal/m}^2 \text{ h. }^{\circ} C$ y la cantidad total de calor a eliminar $Q = 97.500 \text{ Cal/h.}$

$$Q = h.s. \Delta t.$$

$$97.500 = 662 \times s. (117-2)$$

$$s = \frac{97.500}{662 \times 115} = 1,28$$

$$s_1 = 1,28 \text{ m}^2 \text{ Superficie condensadora}$$

Calcularemos la superficie refrigerante. El valor de $h = 125 \text{ Ca /m}^2 \text{ h.}^{\circ} C$

El valor de:

$$Q = 720 \times 0,815 \times 0,45 (117 - 20) = 2570$$

$$Q = 2570 \text{ Cal/h}$$

$$Q = 2570 = 125 \times s. \Delta t = 125 \times s \times \frac{97}{2} \quad \Delta t = \frac{\Delta t_1 - \Delta t_2}{2,3 \log \frac{\Delta t_1}{\Delta t_2}}$$

$$s_2 = \frac{2570}{125 \times 40,5} = 0,45$$

$$s_2 = 0,45 \text{ m}^2$$

La superficie necesaria sería entonces de

$$s = 1,28 + 0,45 = 1,73$$

Por razones de seguridad adoptamos un condensador de $S = 5 \text{ m}^2$, ya que nos resulta muy conveniente el butanol muy frío. Además, siendo tubos horizontales y no trabajando inundado, la superficie que intercambia calor en el butanol líquido, es el hilo de agua que se desliza por la parte inferior de los tubos.

Adoptamos:

$$\begin{cases} 28 \text{ tubos de } 7/8" \approx 22.2 \text{ mm} \\ \text{long. } 260 \text{ cm} \\ \text{Carcasa } d \approx 25.6 \text{ cm. (10")} \\ \text{baffles } \approx \text{ distancia entre ellos } \approx 18.6 \text{ cm (van 13 baffles)} \end{cases}$$

Calcularemos el caudal de salmuera necesario para la velocidad adoptada. Según Stoever

$$V = \frac{Q}{(D_s - nd) l}$$

$$Q = V (ds - nd) l$$

$Q =$ caudal en lt/seg.

$ds =$ diámetro interno en cm.

$d =$ diámetro externo de los caños en cm.

$n =$ número de tubos en la parte más ancha del blindaje

$l =$ distancia entre baffles en cm.

hemos adoptado:

$$v \approx 1.5$$

$$ds = 2.5$$

$$d = 0.22$$

$$n = 5$$

$$l = 1.86$$

$$Q = 1.5 \times (2.5 - 5 \times 0.22), 1.86$$

$$Q = 3.92 \text{ lt/seg}$$

$$Q = 3.92 \times 3,600 \approx 14,100$$

$$Q \approx 14,100 \text{ lt/hora}$$

E - CALCULO DE LAS DIMENSIONES DE LA COLUMNA

El primer paso necesario es el cálculo del volumen de vapor generado por hora.

Como sabemos, se producen vapores con las siguientes características:

$$\begin{cases} \text{Cantidad evaporada} & : & 450 \text{ lt/hora} \\ \text{Composición} & : & 13 \% \text{ de capa acuosa a } 40^\circ \text{ C} \end{cases}$$

Del cálculo realizado para determinar la cantidad de calorías/hora necesaria a la evaporación, sabemos que esos destilados se componen así:

$$\begin{aligned} & 450 \text{ lts. mezcla} \quad \begin{cases} (264 \text{ Kg/hora} & \text{BuOH} \\ (126,5 \text{ Kg/hr.} & \text{H}_2\text{O} \end{cases} \\ & \begin{cases} \left(\frac{264}{74} = 3,57 \text{ Kg. mol/hora} & \text{BOH} \right. \\ \left(\frac{126,5}{18} = 7,0 \text{ Kg. mol/hora} & \text{H}_2\text{O} \right. \end{cases} \\ & 3,57 + 7,0 = 10,57 \text{ Kg. mol/hora} \end{aligned}$$

El volumen de vapores por segundo, considerando destilación a presión atmosférica será:

$$\begin{aligned} V &= \frac{10,57 \times 22,400}{3,600} \times \frac{273 + 104}{273} \\ V &= \frac{10,57 \times 22,400}{3,600} = \frac{377}{273} = 0,092 \text{ m}^3/\text{seg.} \\ V &= 92 \text{ cm}^3/\text{seg.} \end{aligned}$$

Verifiquemos con la velocidad al final de la destilación. Entonces destila BuOH anhidro a 720 lt/hora.

$$\frac{720 \times 0,810}{74 \times 3600} \times \frac{273 + 117}{273} \times 22,4 = 0,071 \text{ m}^3/\text{seg.}$$

Calcularemos para el caso más desfavorable, que es al comienzo, con una destilación de 0,092 m³/seg.

Según Kirschbaum pág. 228 para el caso de alcohol etílico, análogo al nuestro, la velocidad máxima de pasaje de vapores a presión atmosférica es de 0,9 m/seg. para un espaciamiento entre platos adoptados de 400 mm. (Se lo hace alto en nuestro caso para evitar en todo lo posible el arrastre, ya que en las indicaciones de nuestro trabajo el EtOH posee muchas impurezas coloreadas y aromáticas). Calcularemos nuestra columna con un amplio margen de seguridad, adoptamos entonces como velocidad superficial la de $v = 0,4$ m/seg.

El diámetro resulta entonces de:

$$S = \frac{V}{v} \text{ donde } S = \text{succión de pasaje (m}^2\text{)} \\ v = \text{velocidad superficial (m/seg)}$$

$$S = \frac{0,092}{0,4} = 0,23 \text{ m}^2 \quad V = \text{Volumen de vapores (m}^3\text{/seg)}.$$

$$S = 0,23 \text{ m}^2$$

$$d = 0,48 \text{ m. diámetro interior de la columna}$$

Adoptamos campana de burbujeo de diámetro $d = 75$ mm. y distancia entre centros de 140 mm., a verificar de acuerdo a la disposición en el diseño.

F - DIMENSIONES DE LA CALDERA

La caldera se adopta de 3.500 lts. de capacidad, que se considera suficiente para las condiciones de nuestro trabajo. Adoptamos un diámetro de 160 cms. para evitar una caldera demasiado alta, lo cual no favorece las corrientes de convección de la calefacción para el caso particular de nuestro calentador. Los fondos serán Standard.

V - VERIFICACIONES DE LA COLUMNA

A - RESUMEN DE LOS ENSAYOS REALIZADOS

B - PRIMER GRUPO DE VERIFICACIONES

C - SEGUNDO GRUPO DE VERIFICACIONES

D - TERCER GRUPO DE VERIFICACIONES

E - CUARTO GRUPO DE VERIFICACIONES

F - PLANILLAS DE ENSAYOS REALIZADOS

A - RESEÑA DE LOS ENSAYOS REALIZADOS

Se realizaron determinaciones que según su objetivo dividimos en cuatro grupos.

En algunas destilaciones se tomó datos para más de un grupo.

PRIMER GRUPO

Se estableció en la práctica lo que ocurre en la primera etapa, tratando de hallar una expresión matemática que lo represente y permita calcular el rendimiento de esta etapa. Destilaciones Nº 1 - 2 - 3 - 4 - 5 - 6.

SEGUNDO GRUPO

Se tomó datos periódicos de peso específico del destilado y de la caldera para poder construir la curva $\frac{1}{x_g - x_f}$, que una vez integrada nos daría las curvas de capacidad de la unidad destiladora. También este tipo de datos se tomó en el primer grupo de determinaciones. Destilaciones Nº 1, 2, 3, 7A, 7B, 8A, 8B.

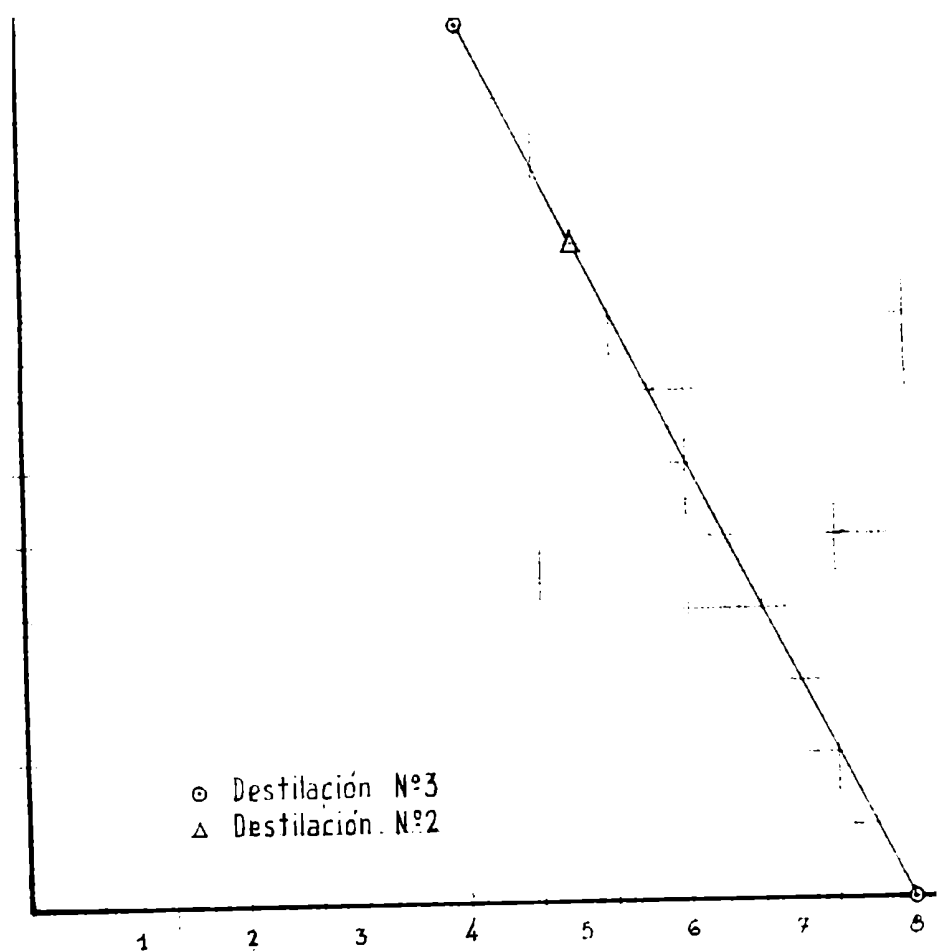
TERCER GRUPO

Estuvo destinado a la verificación de las razones de enriquecimiento, para lo cual se tomó series de muestras para peso específico de todos los platos simultáneamente y periódicamente durante las dos primeras etapas. Destilaciones Nº 7A, 7B, 8A, 8B.

CUARTO GRUPO

Estuvo destinado a encontrar las condiciones óptimas de trabajo en cuanto a velocidad y relación de reflujo. Destilaciones Nº 9 a 17.

B - PRIMER GRUPO DE VERIFICACIONES



VARIACION DEL VOLUMEN % DE AGUA BUTIL
EN EL DESTILADO EN FUNCION DEL TIEMPO

Fig. 1.

1 - CALCULO DEL VOLUMEN DE CAPA INFERIOR ACUOSA OBTENIBLE EN PRIMERA ETAPA EN BASE A DATOS PRACTICOS

Nos basamos en el siguiente hecho observado:

"En todas las destilaciones realizadas (N^o 2,3,4,5,6, etc.) la disminución del volumen relativo de agua butílica que se separa por sedimentación ha sido una función lineal decreciente con el tiempo, a todas las demás variables constantes".

a - Velocidad de destilación de agua butílica

Tomando como ejemplo la destilación N^o 3 establecamos la siguiente ecuación:

$$V(1/hora) = 480 (0,260 - 0,03 t) \quad (1)$$

Donde

t : tiempo en horas

480 : velocidad total en litros/hora determinada prácticamente.

0,260 : litros de agua butílica separado por litro de azeótropo destilado. Esta es una constante.

0,03 : disminución de volumen de agua butílica por litro de destilado y por hora. Esta cifra puede aceptarse como otra constante. En verdad depende de la velocidad total de destilación pero el error de considerarla constante es tan pequeño que no justifica la búsqueda de la función.

Estudiando en la práctica como varía la velocidad de destilación total en función de la presión de calefacción se puede modificar la fórmula para expresar la velocidad de destilación de agua butílica en función de la presión de calefacción.

b - Volumen de agua butílica destilado en función del tiempo

$$dV = v dt \quad (2)$$

Reemplazando v por su valor de (1)

$$dV = 480 (0,260 - 0,03 t) dt$$

$$\text{Integrando} \quad V = 480 \times 0,26 t - 480 \times 0,03 \frac{t^2}{2} \quad (3)$$

Donde V es el volumen en litros de agua butílica separado en t horas.

Se supone un tiempo máximo de 8 horas en este régimen de 35 lb/ " y 480 l/hora para llegar a un destilado con 2% de agua butílica en volumen en el destilado, momento en que en la práctica comienza la 2ª etapa.

Esto significa que una carga de 3000 l con peso específico 0,850 produce

$$V = 480 \times 0,26 \times 8 - 480 \times 0,03 \times \frac{64}{2}$$

$$V = 540 \text{ litros}$$

Este volumen ha sido verificado en todas las destilaciones realizadas.

C - SEGUNDO GRUPO DE VERIFICACIONES

1 - BALANCE MATERIAL SEGUNDA ETAPA

En un instante durante la destilación, el contenido del calderín tiene una concentración x_F mol % de agua y el destilado x_D mol % de agua. La cantidad de destilado dD , obtenida durante un tiempo infinitesimal es igual a la disminución dB del contenido de la caldera.

$$dB = dD \quad (1)$$

Durante el mismo período, la concentración de agua en la caldera decrece en dx_F , de modo que para el agua

$$B \cdot x_F = dB \cdot x_D + (B - dB) (x_F - dx_F) \quad (2)$$

de aquí

$$\frac{dB}{B} = \frac{dx_F}{x_D - x_F} \quad (3)$$

Si B_1 = N° de moles de la carga cuando comienza la destilación

B_2 = N° de moles de la carga al fin de la destilación

$$\ln \frac{B_1}{B_2} = \int_{x_{F2}}^{x_{F1}} \frac{dx_F}{x_D - x_F} \quad (4)$$

La integral del segundo miembro se resuelve gráficamente en figura 3. Con este propósito se representa el valor $\frac{1}{x_D - x_F}$ en función de x_F (concentración en la caldera)

$$\ln \frac{B_1}{B_2} = J_1 - J_2 \quad (5)$$

$$\log \frac{B_1}{B_2} = 0,434 (J_1 - J_2) \quad (6)$$

$$\log B_2 = \log B_1 - 0,434 (J_1 - J_2) \quad (7)$$

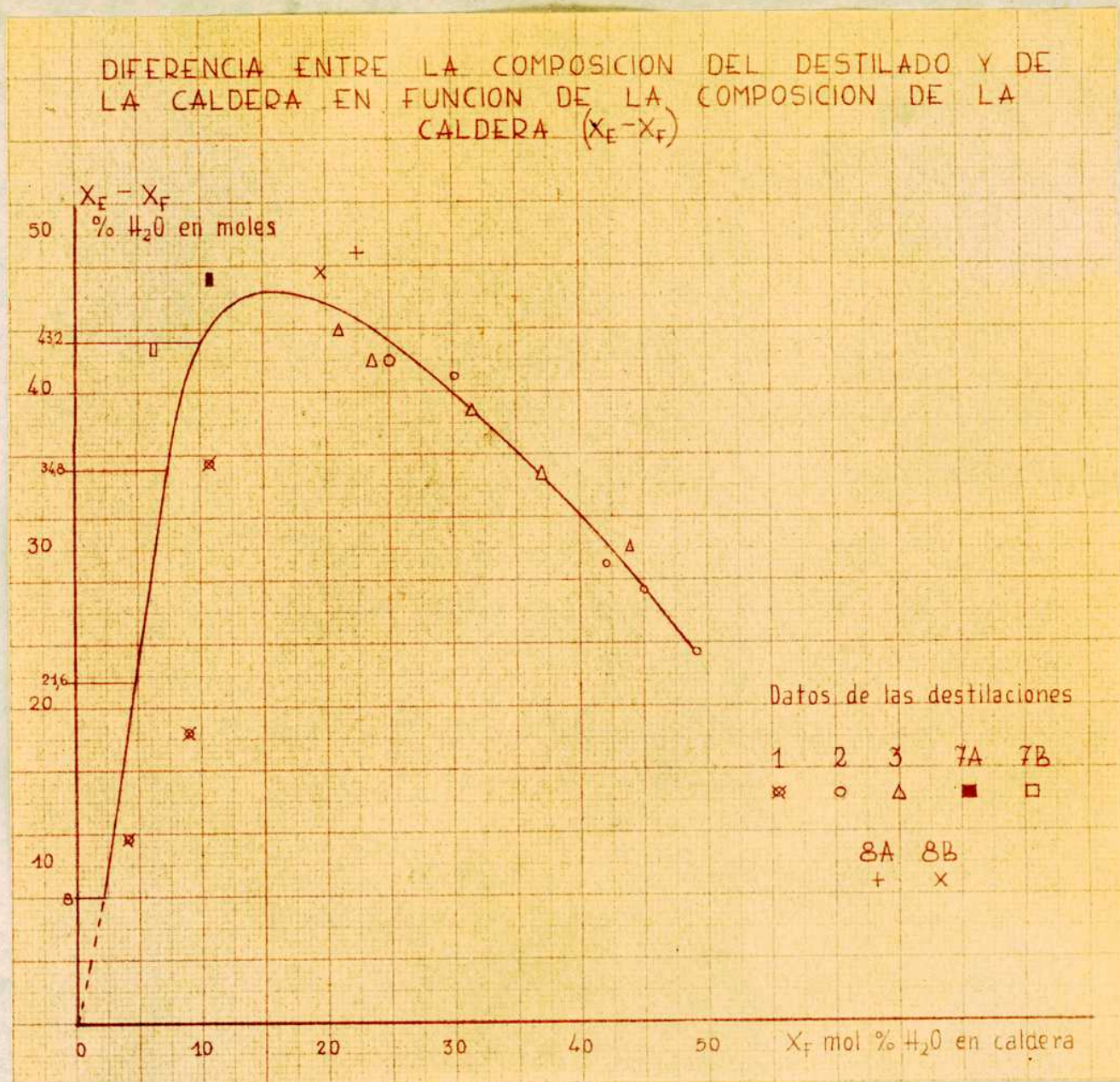


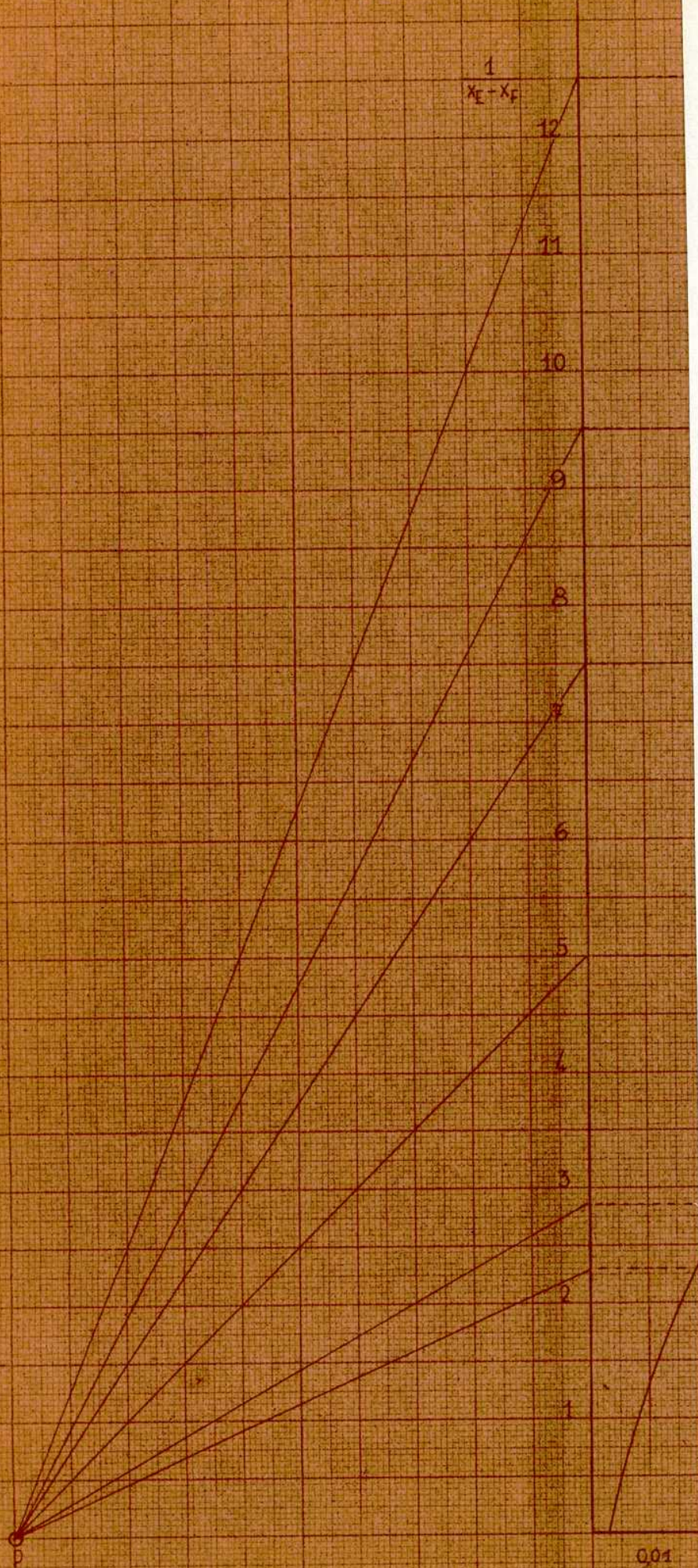
Fig. 2

De la curva anterior $x_E - x_F$ función de x_F que es un promedio de siete destilaciones obtenemos los siguientes valores de $x_E - x_F$ que nos permiten construir la curva $\frac{1}{x_E - x_F}$ en función de x_F , que integrada gráficamente nos permite resolver la ecuación

$$\ln \frac{B_1}{B_2} = \int_{x_{F2}}^{x_{F1}} \frac{dx_F}{x_E - x_F}$$

x_F	$x_E - x_F$	$\frac{1}{x_E - x_F}$
0,100	0,432	2,31
0,075	0,348	2,88
0,050	0,216	4,64
0,025	0,080	12,50

INTEGRACION GRAFICA



INTEGRACION GRAFICA DE LA FUNCION $\int \frac{dx}{x_E - x_F}$

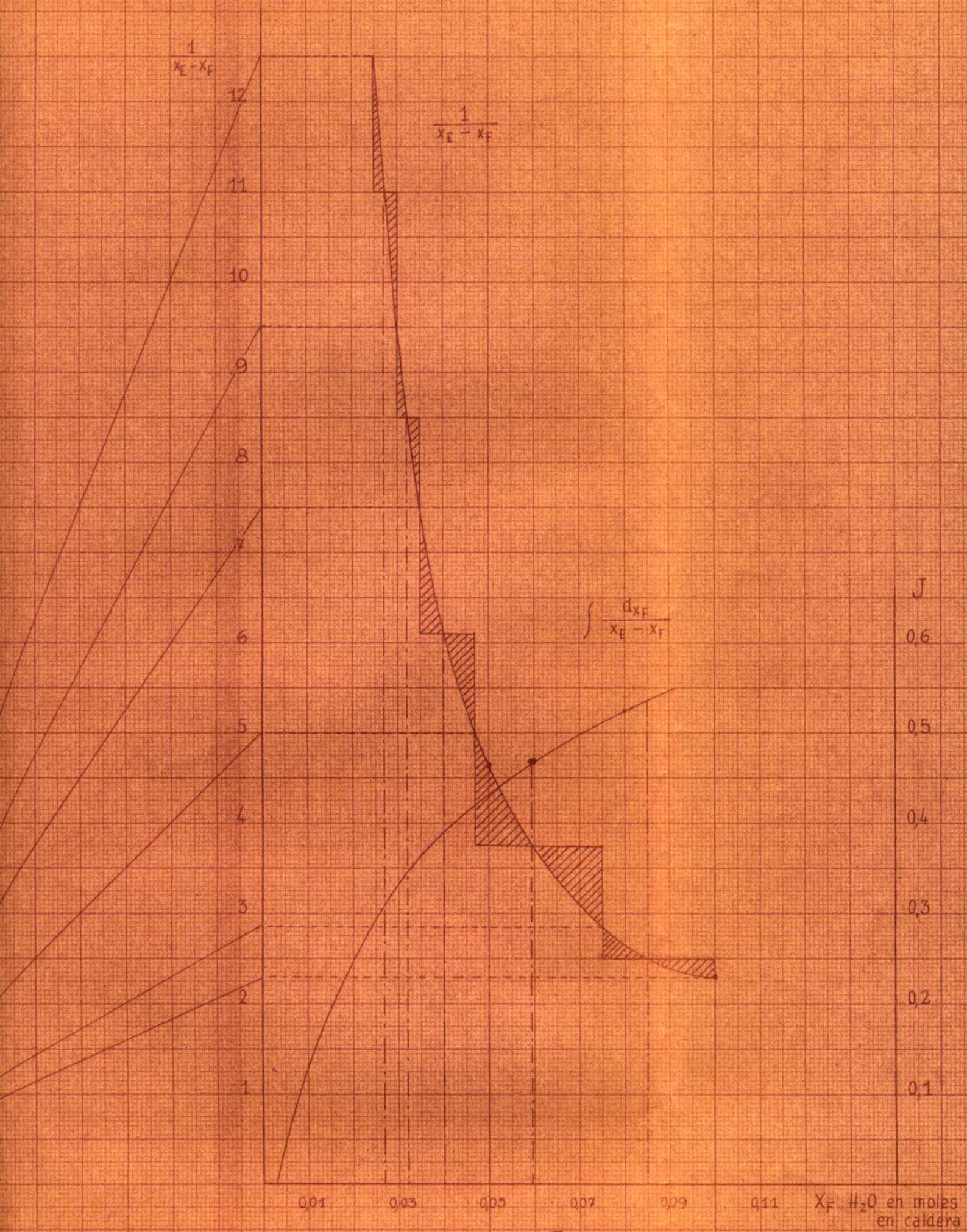


Fig. 3

Módulo de ordenadas $2 \frac{\text{cm}}{u}$

Módulo de abscisas : 100 cm/u

Distancia polar : 10 cm

Módulo de la escala integral : $\frac{2 \times 100}{10} = 20 \frac{\text{cm}}{u}$

Ver figura 3

Dada la concentración de la carga inicial x_{F1} buscamos en la curva integral el valor que le corresponde J_1 . Elegimos luego una serie de valores de concentraciones finales x_{F2} a cada uno de los cuales le corresponde un valor en la integral J_2 . Hacemos la diferencia de $J_1 - J_2 = \ln \frac{B_1}{B_2}$. Luego multiplicamos este valor por 0,434 y obtenemos el valor de $\log \frac{B_1}{B_2}$. Suponiendo una carga inicial $\approx N$ moles, podemos hallar restando del $\log B_1$ ese último valor hallado y obtenemos el valor de $\log B_2$. El antilogaritmo será el número de moles que queda en la caldera con cada una de las concentraciones elegidas x_{F2} . Este número de moles que queda multiplicado por la concentración x_{F2} nos da el número de moles de agua que queda en la caldera.

Cálculo del número de moles en una carga de 2500 l. con p.e. 20°C 0,815 o sea cuando empieza segunda etapa.

$$\begin{array}{l}
 2500 \text{ l} \times 0,815_{20^\circ\text{C}} = 2040 \text{ Kg} \left\{ \begin{array}{l} \text{Kg en 1980} \quad 27 \text{ mol Kg} \\ 10\% \text{ en moles} = 2,5\% \text{ en} \\ \text{peso H}_2\text{O} = \\ \hline 51 \text{ Kg} \quad 2,8 \text{ mol Kg} \\ \hline 20,8 \quad 30 \end{array} \right.
 \end{array}$$

$$B_1 = 30 \text{ mol Kg.}$$

$$\log B_1 = 1,478$$

x_{F1}	J_1	x_{F2}	J_2	$J_1 - J_2$	$a = 0,434$ $(J_1 - J_2)$	$\log B_1 - a$ $= \log B_2$	B_2 totales	Moles Kg de agua remanen- tes en caldera $B_2 \times x_{F2}$
0,10	0,530	0,08	0,525	0,005	0,002	1,476	29,90	2,39
		0,06	0,470	0,060	0,026	1,452	28,30	1,70
		0,04	0,375	0,155	0,067	1,411	25,80	1,03
		0,02	0,230	0,300	0,120	1,358	22,80	0,45
		0,01	0,100	0,430	0,186	1,292	19,60	0,19
		0,0025	0,000	0,530	0,230	1,248	17,70	0,04

Cálculo del volumen correspondiente a 17,70 Kg. de Butanol anhidro:

$$17,70 \text{ mol Kg} \times 74 = 1310 \text{ Kg} \quad \frac{1310}{0,811_{20^{\circ}\text{C}}} = 1620 \text{ l} \quad \frac{1310}{0,734_{120^{\circ}\text{C}}} = 1780 \text{ l.}$$

CONCLUSION

2500 litros de butanol-agua con peso específico 0,815 a 20° C y 10 % en moles 2,5 % en peso de agua; que es el contenido de la caldera cuando suponemos que empezará la segunda etapa producen 17,70 moles kg de butanol técnicamente anhidro (0,25 % en moles; 0,10 % en peso de agua) a los que corresponde un volumen de 1,620 litros a 20° C con peso específico 0,811, o sea 1.310 kg.

2 - CURVAS DE CAPACIDAD DE UNA DESTILACION

Del cuadro de valores anteriores obtenemos datos para el trazado de una de estas curvas, que como ya vimos nos permiten encontrar rápidamente la cantidad que hay que destilar para pasar de una concentración dada en el calderín a otra deseada. Multiplicando o dividiendo por un mismo número todos los valores de ordenada se obtiene una serie de curvas que nos permiten cubrir cualquier posibilidad.

$\%$ en moles H_2O en calderín	Curva A	Curva B $\frac{a}{1,5}$	Curva C $\frac{a}{1,2}$	Curva D $\frac{a}{1,2}$	Curva E $\frac{a}{1,5}$
10	30	45	36	25	20
8	29,9				
6	28,3	34	23,6	18,8	
4	25,8				
2	22,8	34,2	27,4	19	15,2
1	19,6				
0,25	17,7	26,6	21,2	14,7	11,8

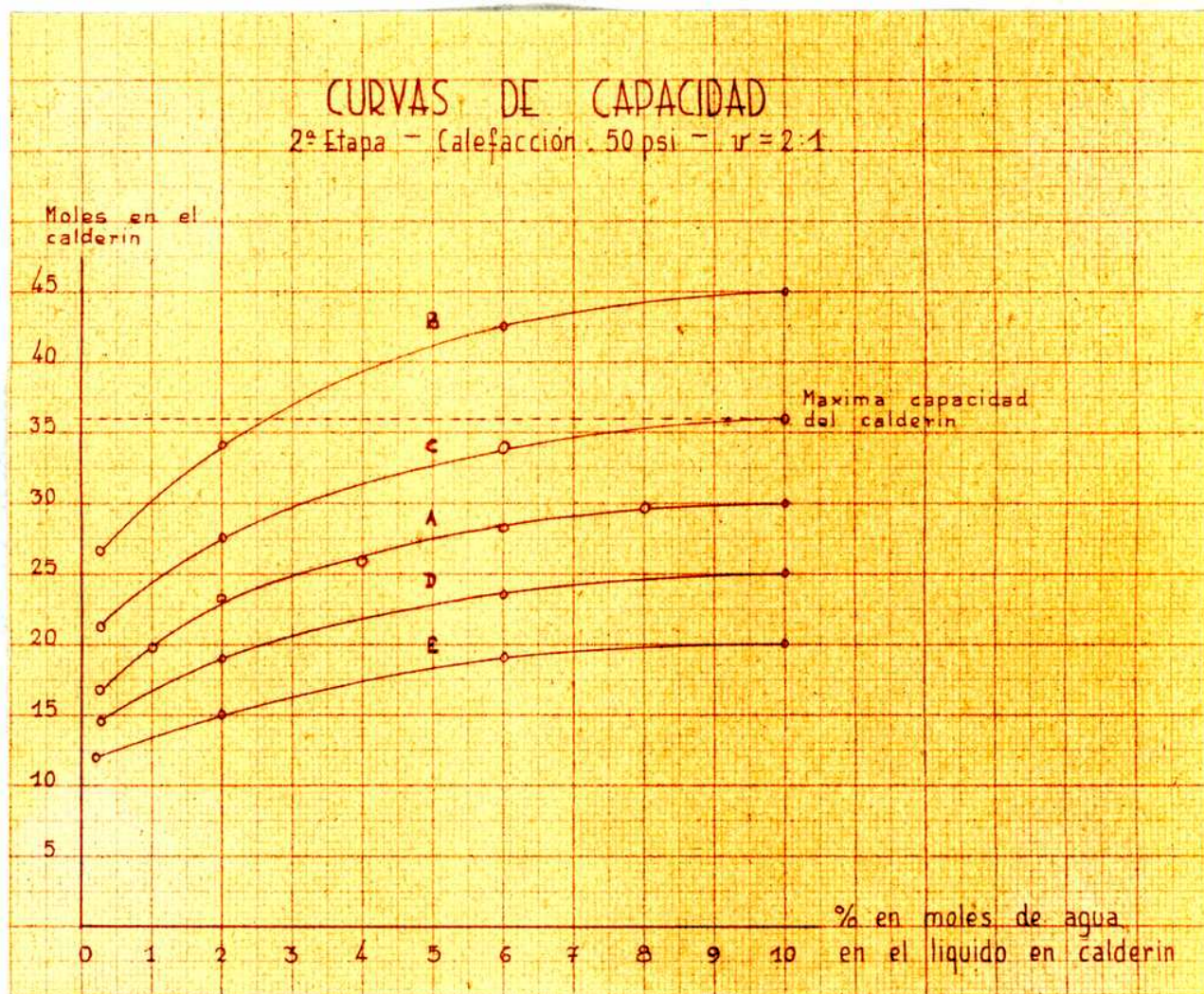


Fig 4

D . TERCER GRUPO DE VERIFICACIONES

1 - DETERMINACION PRACTICA DE RAZONES DE ENRIQUECIMIENTO

Se ha realizado en las destilaciones N° 7 y 8. Para ello se tomó una muestra del líquido de cada plato y de la caldera simultáneamente dos veces durante cada una de esas destilaciones. En la N° 7 se hizo en segunda etapa y en la 8 en primera etapa. Conociendo la relación de reflujo en cada caso, hemos reconstruido gráficamente la variación de composición de los líquidos que desbordan de cada plato y la de los vapores que se desprenden de ellos. Las figuras 5 - 6 - 7 - 8 son la representación gráfica de cada caso. En ella hemos representado también la variación de la razón de enriquecimiento con la concentración de cada plato según lo calculamos (ver cuadro de valores) en Sección F- Destilaciones 7A - 7B - 8A - 8B. Para este cálculo nos basamos en lo dicho en III. B.2 y utilizamos como datos la composición del líquido que desborda de cada plato según lo determinamos en la práctica y la del vapor que se desprende según lo deducimos en las reconstrucciones gráficas figuras N° 5 - 6 - 7 - 8.

Nótese como al introducir el reflujo constituido por la capa superior del decantador o sea butanol con 50 % en moles o 20 % en peso de agua en el último plato obtenemos un gran enriquecimiento debido a que este líquido desprende vapores cuya composición es la del azeótropo.

Lo mismo debería ocurrir en los otros platos, pero no ocurre debido a que en ellos no se cumple la composición ideal del intercambio de calor y masa. De acuerdo con la experiencia en el último plato sí se cumple.

Esto corrobora lo que habíamos previsto en III B.3 c.

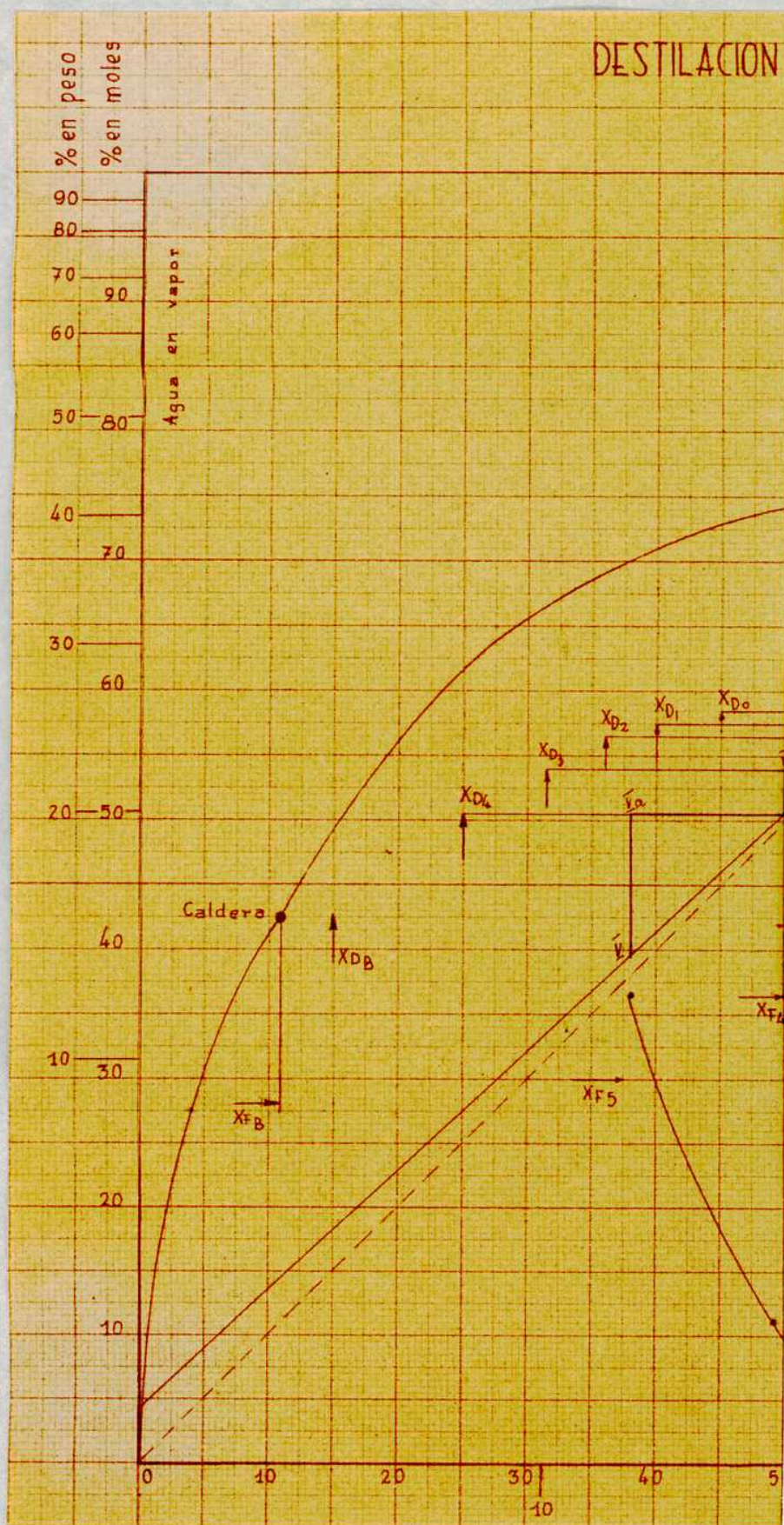


Fig. 5

DESTILACION N° 7A

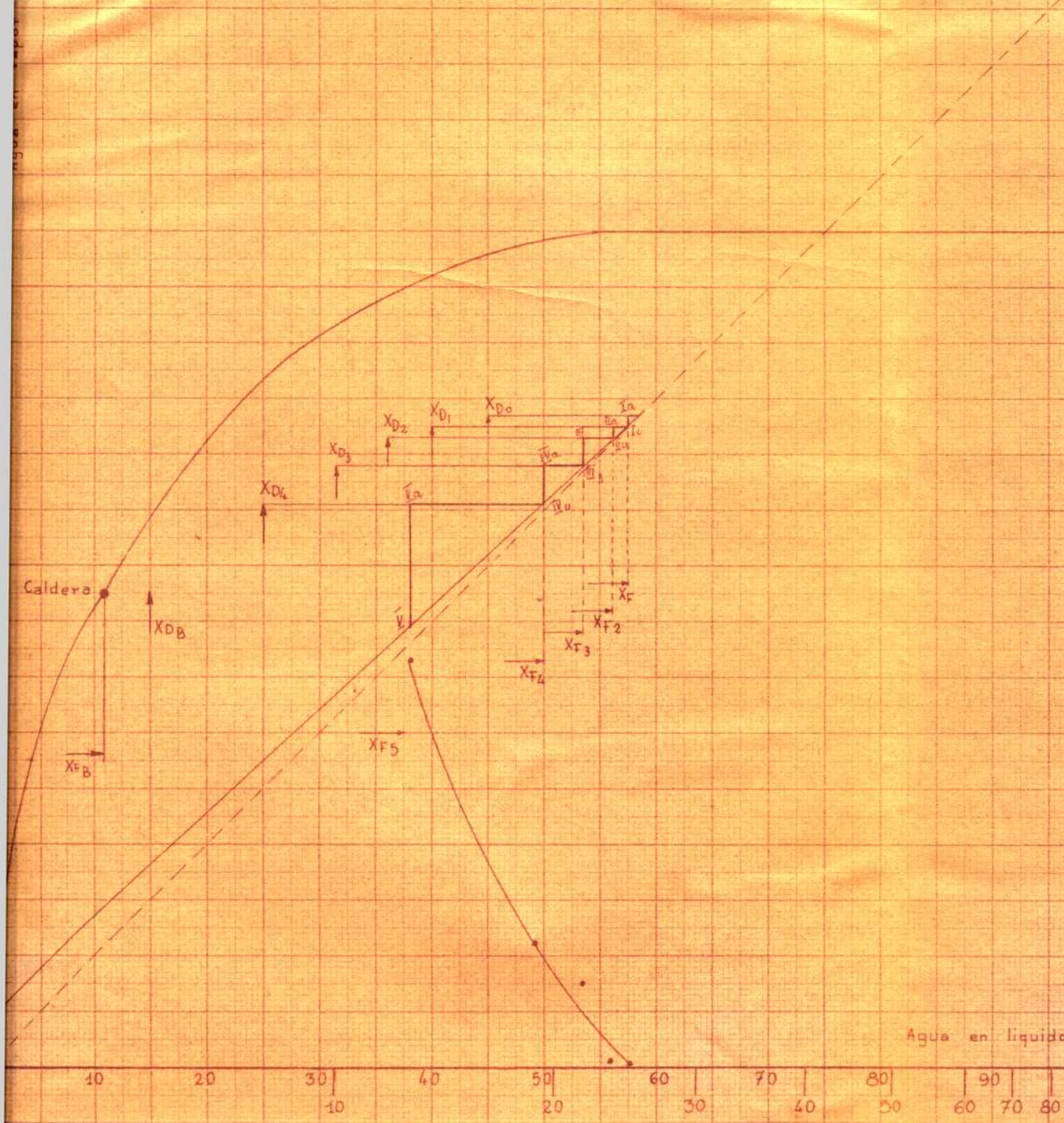


Fig. 5

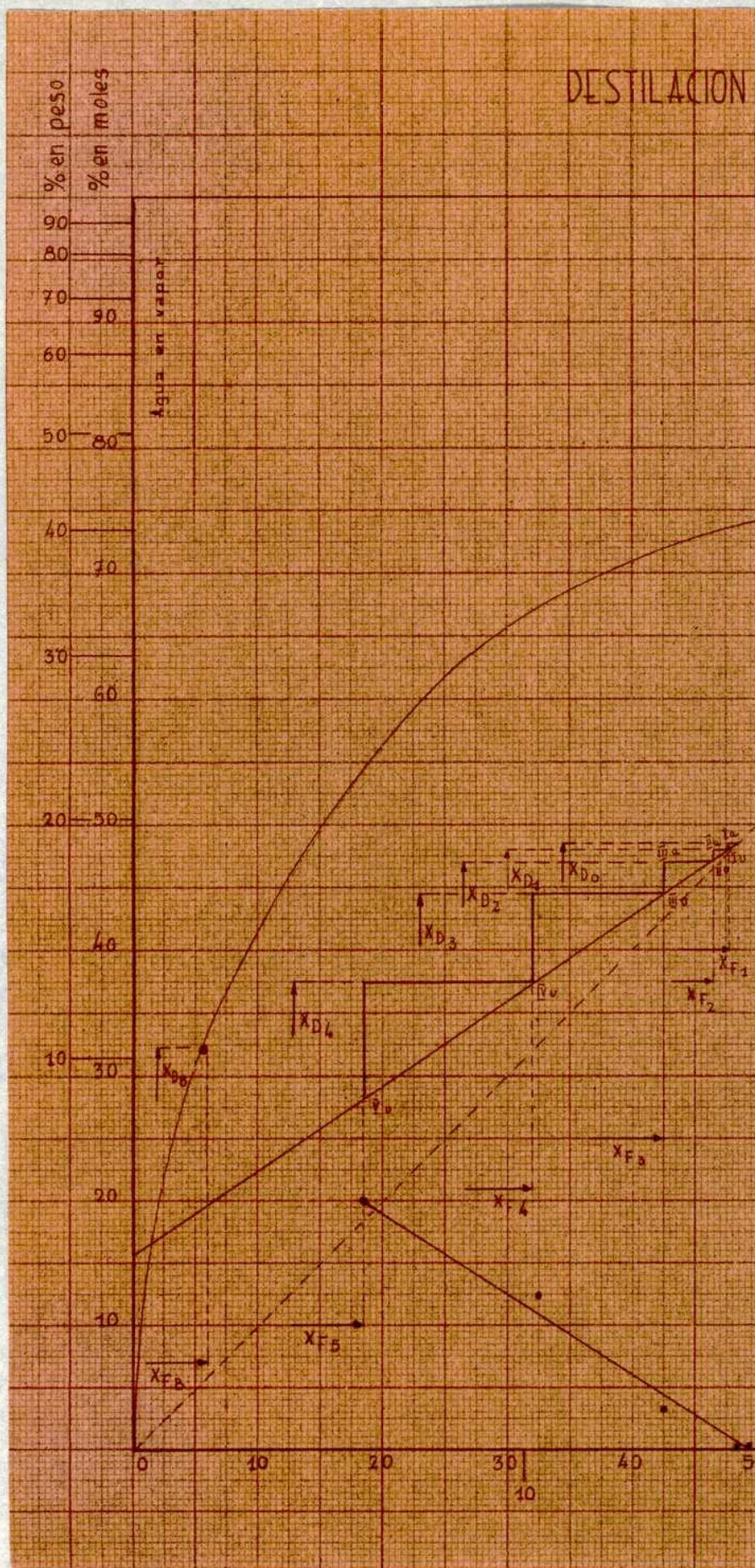


Fig 6

DESTILACION N° 7B

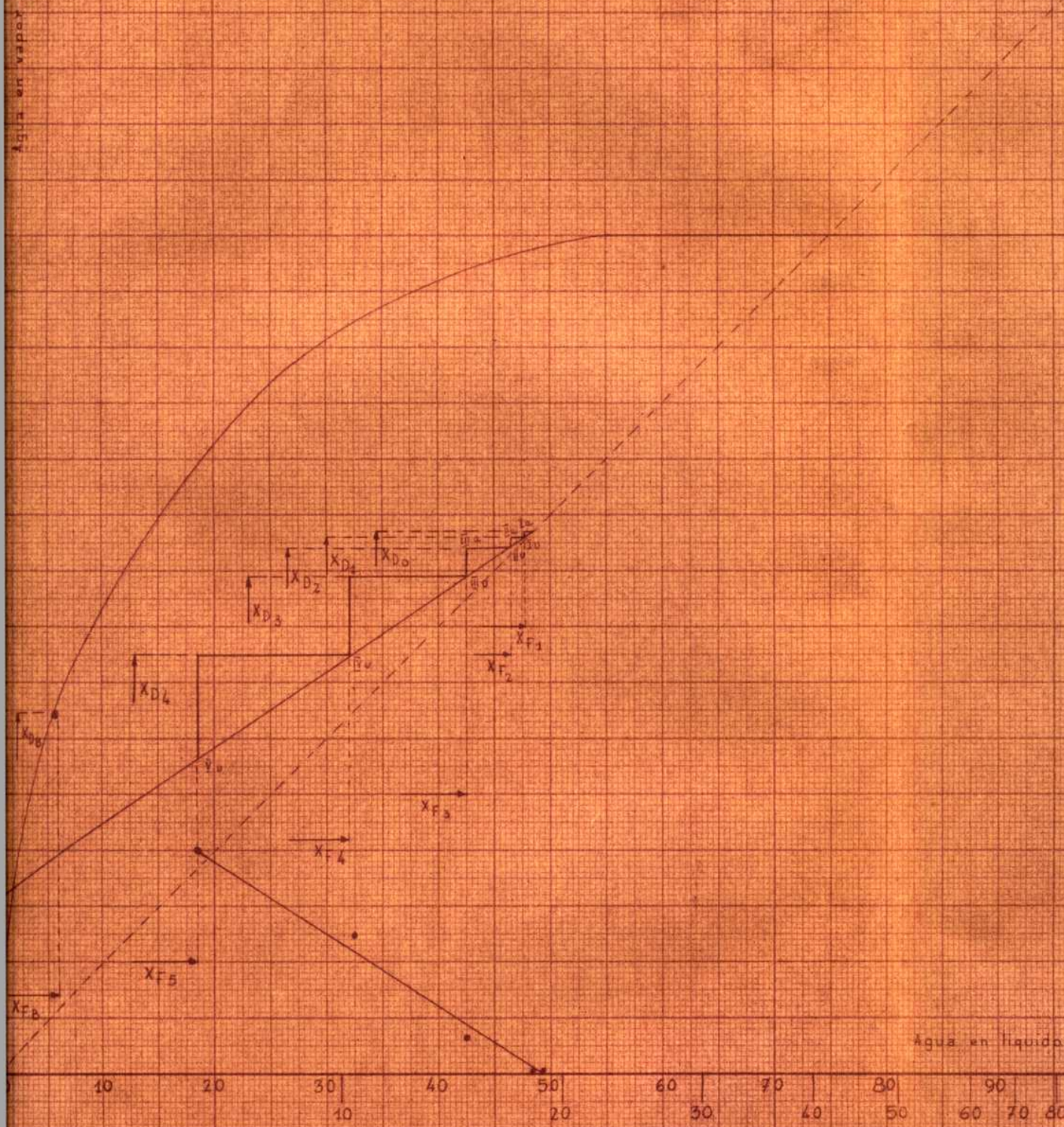


Fig 6

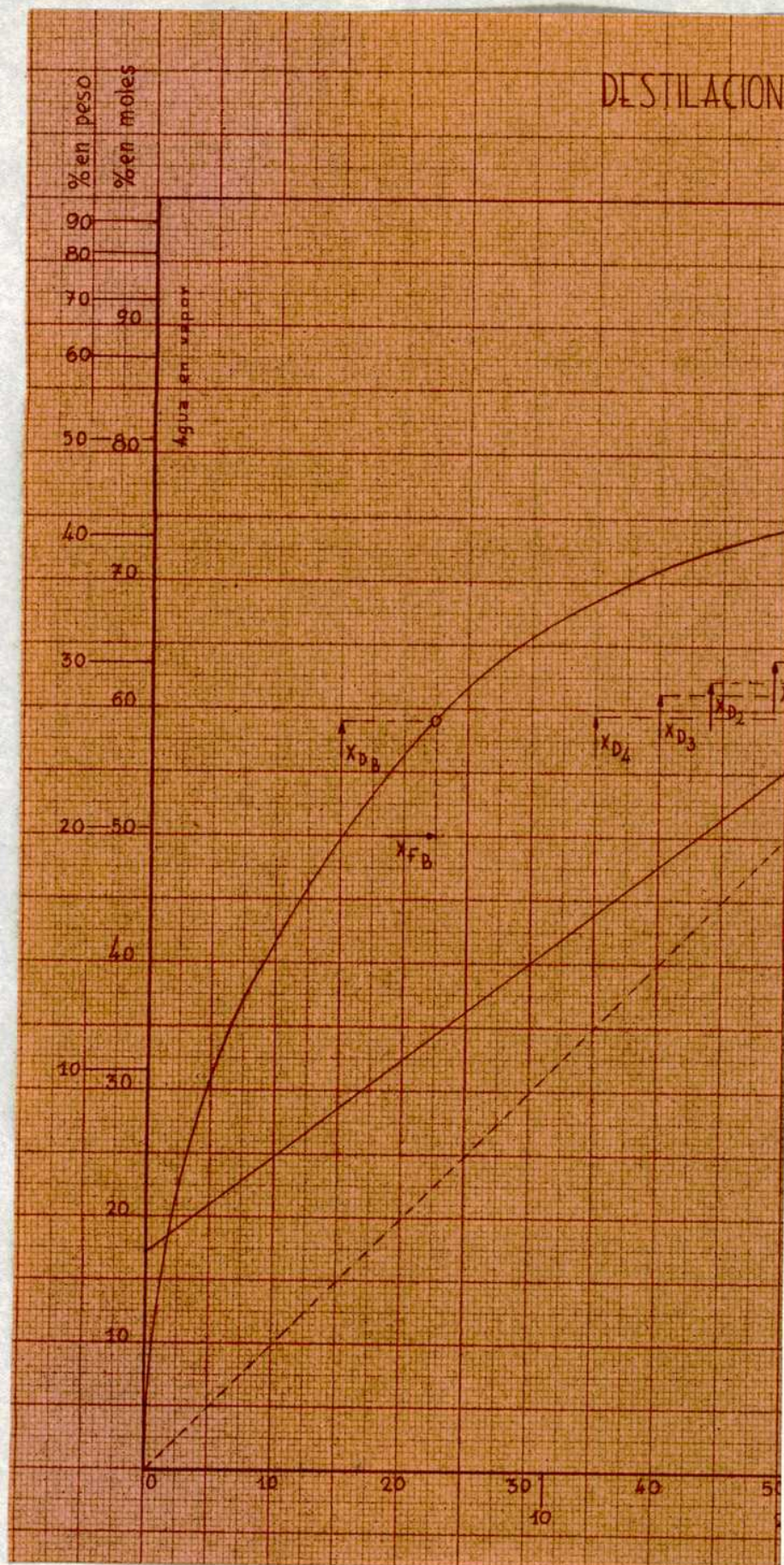


Fig 7

DESTILACION N° 8A

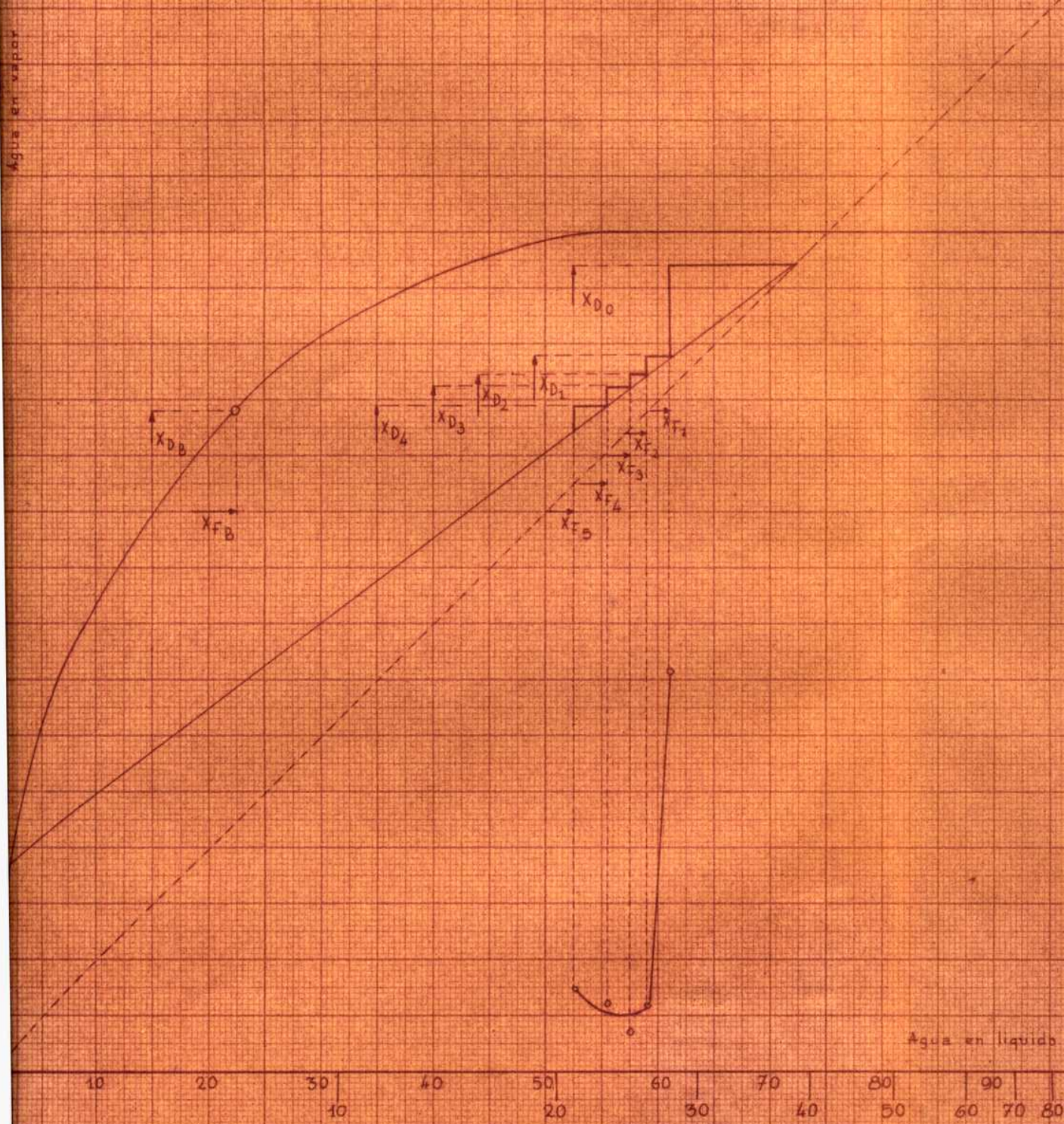


Fig 7

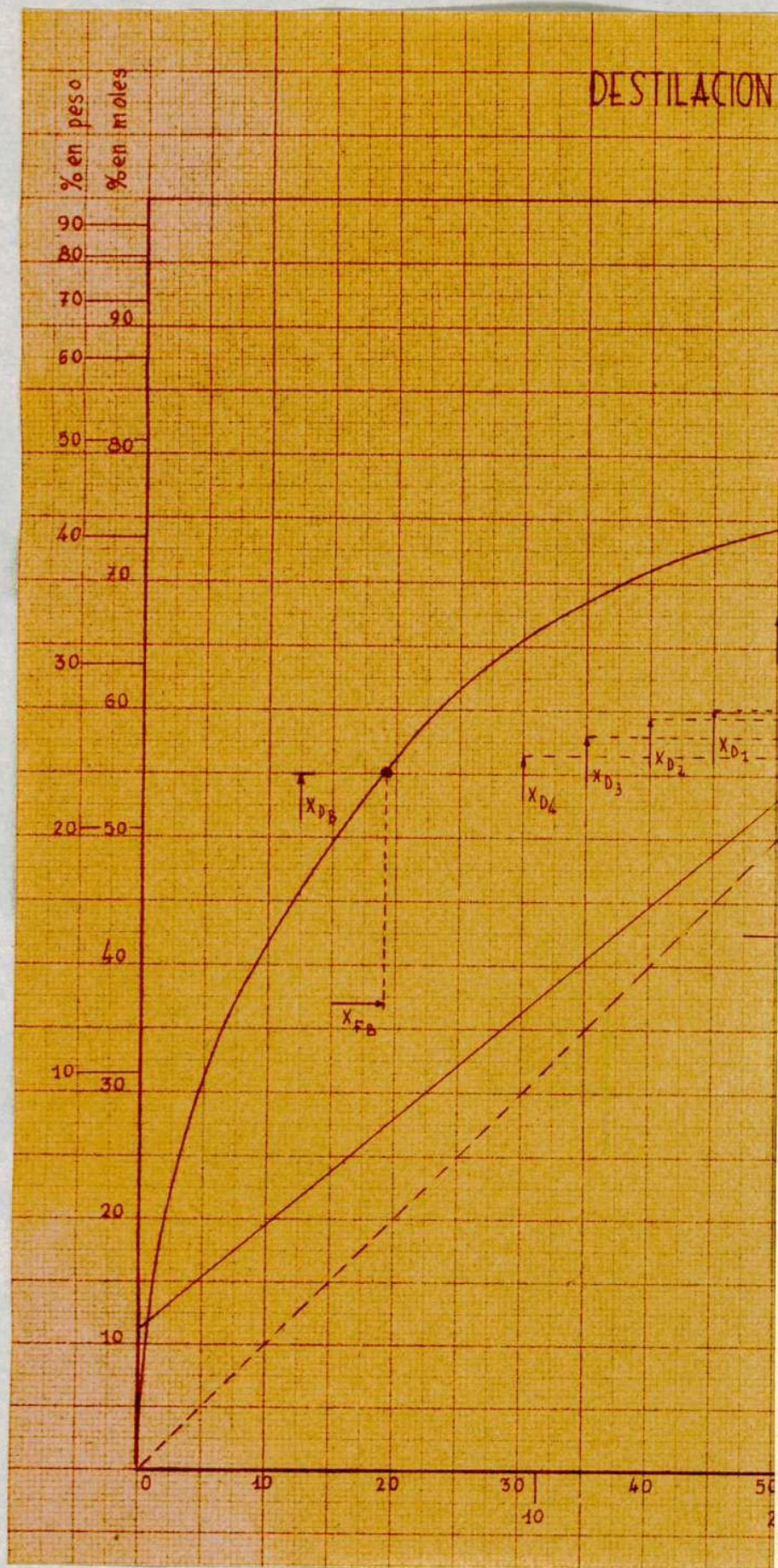


Fig 8

DESTILACION N° 8 B

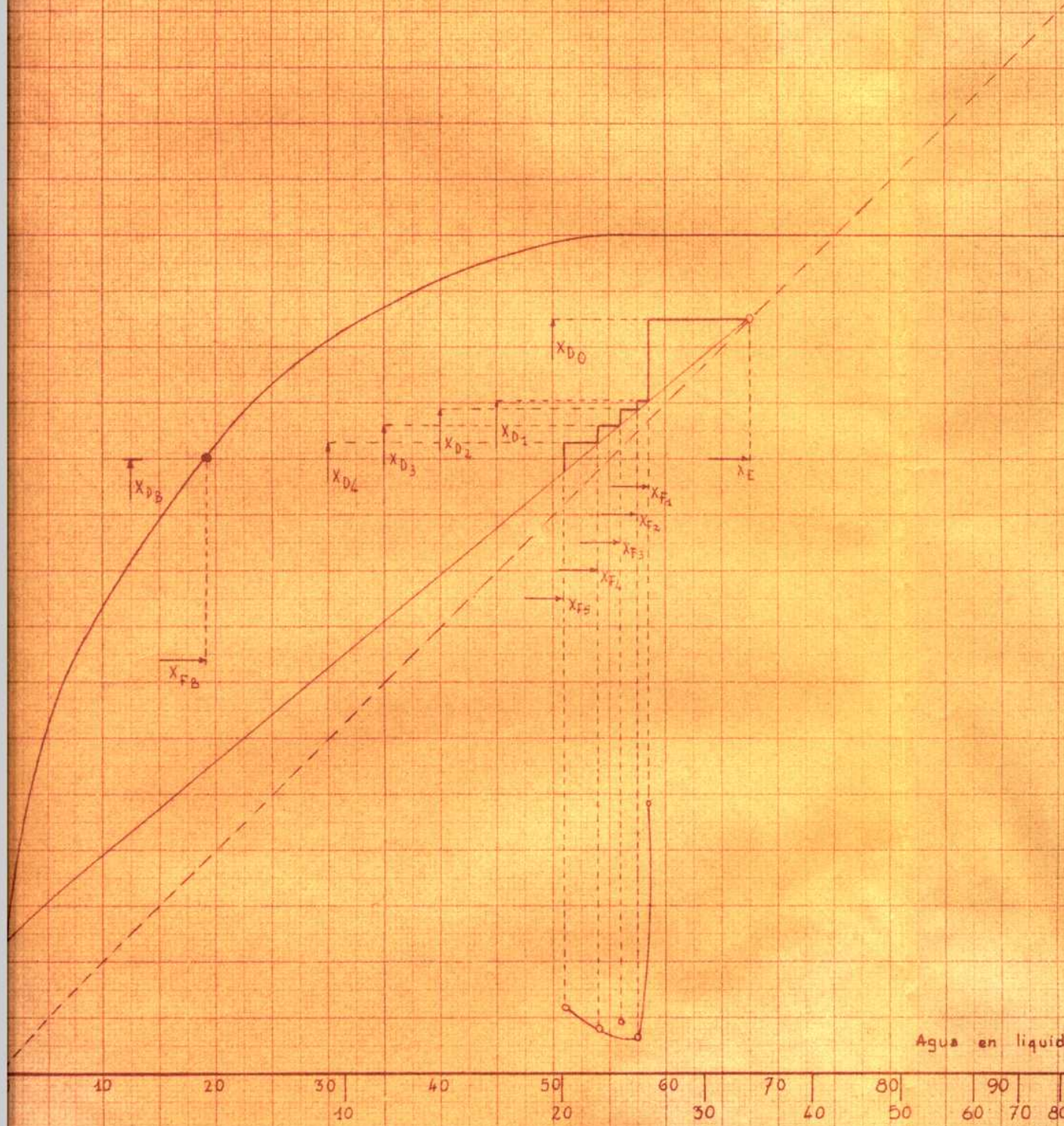


Fig 8

2 - REPRESENTACION DE LA RAZON DE ENRIQUECIMIENTO EN FUNCION DE LA COMPOSICION DEL LIQUIDO QUE DESBORDA DE LOS PLATOS

Hacemos esta representación con datos tomados de las destilaciones 7A - 7B - 8A - 8B.

El número que figura al lado de cada punto marcado en el gráfico es el número del plato en que se hizo la determinación.

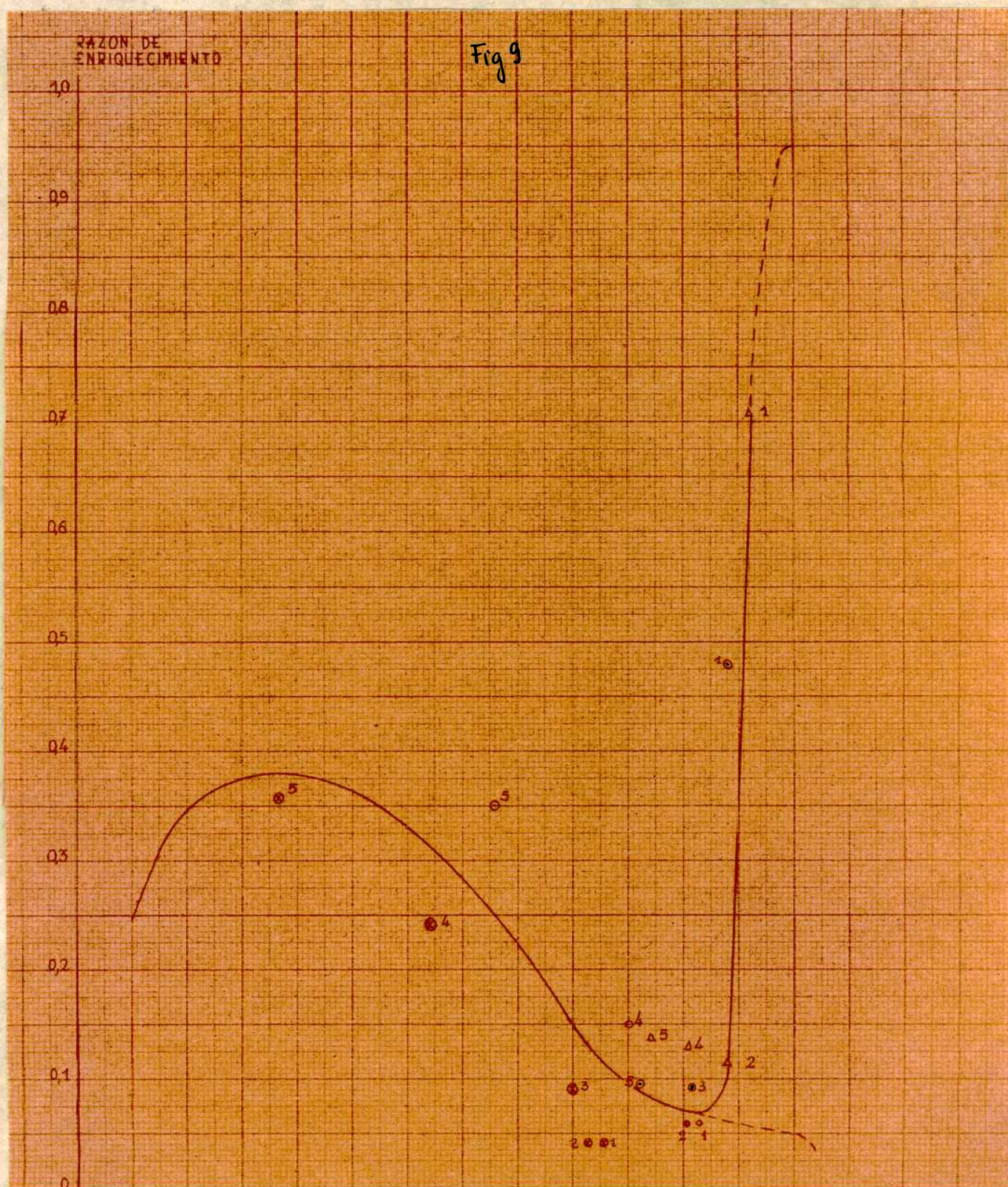
La siguiente es la clave de símbolos:

○ Destilación 7A

△ Destilación 8A

◐ Destilación 7B

◑ Destilación 8B



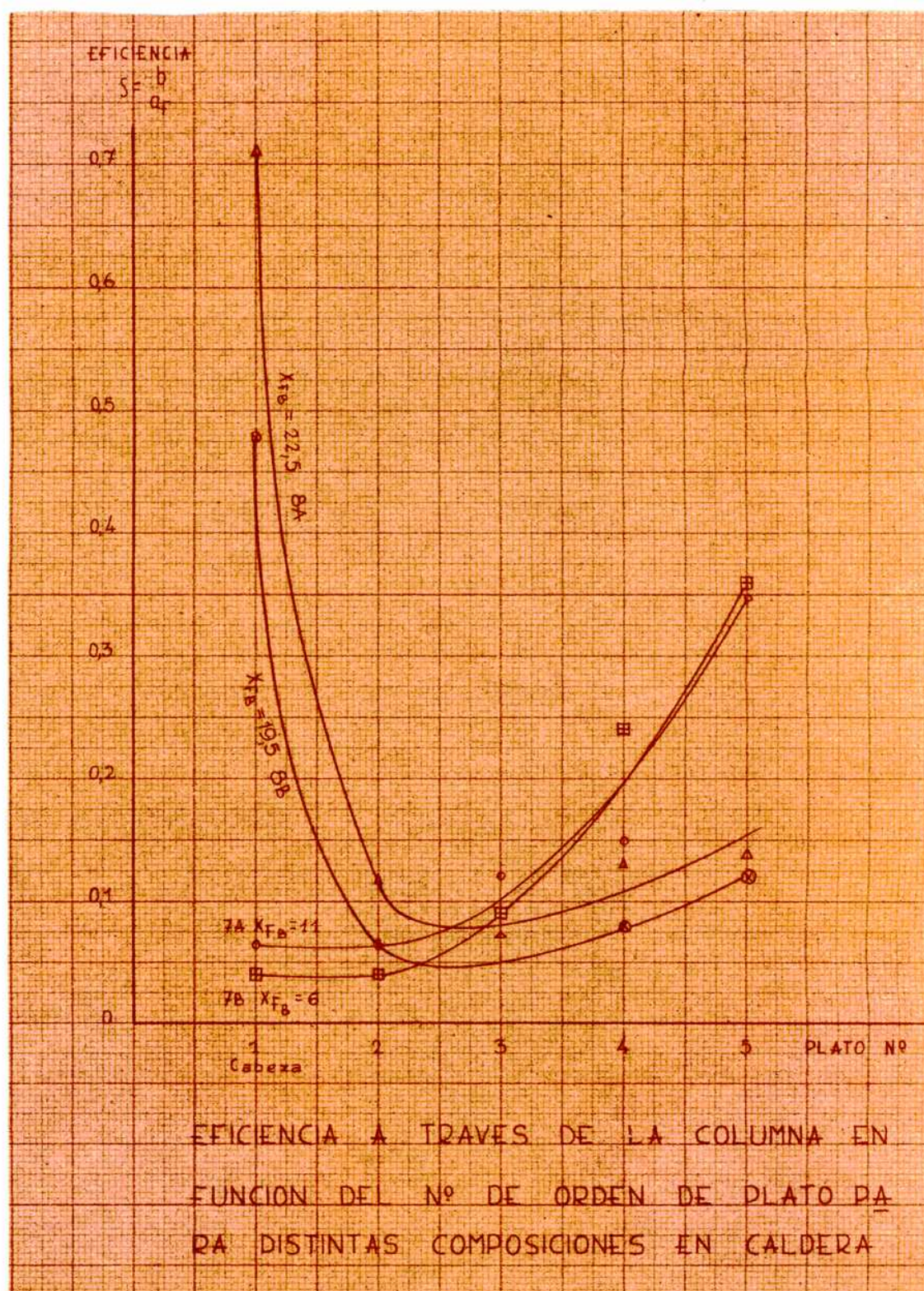


Fig. 10

4 - EFICIENCIA DE CADA PLATO EN FUNCION DE LA COMPOSICION DEL LIQUIDO EN LA CALDERA

(Según va variando esta a medida que progresa la destilación)

Primera etapa:

La eficiencia del primer plato (el de la cabeza) alcanza a 1,0 mientras la composición en la caldera está comprendida entre 50% y 25% en moles de agua. Luego decrece a medida que disminuye la cantidad de agua en la caldera hasta alcanzar 0,4 con 8 % en moles en caldera.

La eficiencia de los otros platos es muy inferior (0,26 en promedio y decrece desde el quinto hasta el tercero para aumentar algo en el segundo.)

Cuando en caldera la composición es de 15% el primer plato y el quinto rectifican igual (0,226, valor interpolado en el gráfico 11).

Los otros tienen una eficiencia promedio de 0,1.

Segunda etapa:

Durante toda la etapa el mejor plato es el quinto (0,32) la eficiencia del primer plato sigue disminuyendo hasta que prácticamente no rectifica más cuando en caldera hay 10 % en moles de H_2O (eficiencia 0,05). En igual condición está el segundo. El tercero y cuarto rectifican algo más (0,1 en promedio).

CONCLUSION

En primera etapa bastarían dos platos ya que casi toda la rectificación ocurre en el decantador y en el plato de la cabeza. En segunda etapa dada la escasa eficiencia de todos los platos se considera conveniente disponer de DIEZ platos.

Las eficiencias medidas son sospechosamente bajas, pensamos que podrían deberse a que el líquido no alcance en cada plato el nivel debido por pérdidas en las juntas o por muy poca velocidad de destilación.

EFICIENCIA DE CADA PLATO EN FUNCION DE LA COMPOSICION
DE LA CALDERA
(CON DATOS DE LAS DESTILACIONES 7A-7B-8A-8B)

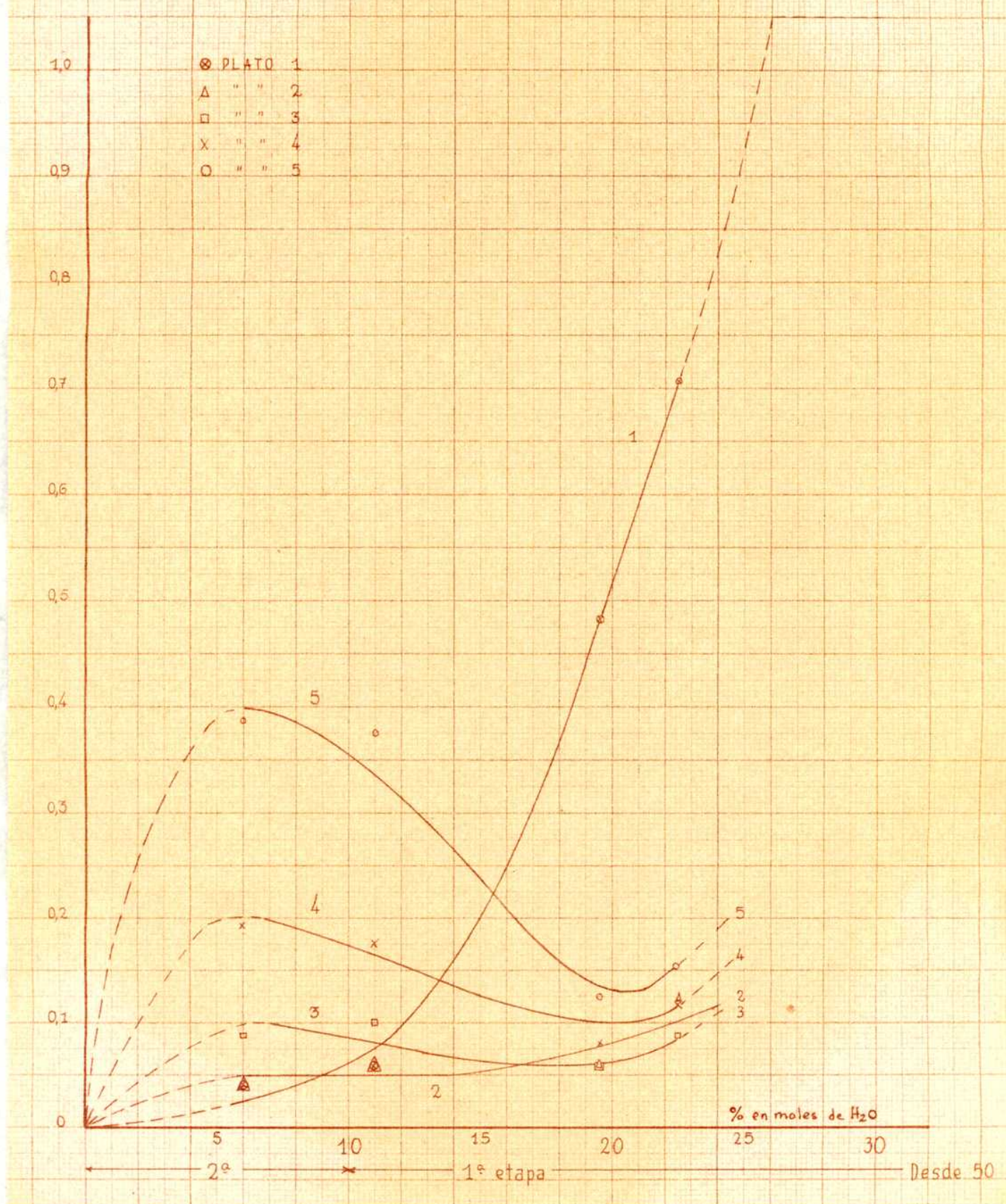


Fig. 11

E - CUANTO GRUPO DE VERIFICACIONES

VERIFICACIONES TENDIENTES A DETERMINAR LAS CONDICIONES OPTIMAS
DE TRABAJO EN CUANTO A VELOCIDAD DE DESTILACION Y RELACION DE REFLU-
JO EN SEGUNDA ETAPA

Para esto hemos realizado las destilaciones número 9, 10, 11, 12, 13 y 14 con relación de reflujo constante en segunda etapa 2:1 y presión de calefacción 20, 30, 40 y 50 psi, y las número 13, 14, 15, 16, 17, a presión de calefacción constante 50 psi y relación de reflujo 1:2, 1:1, 2:1, 3:1.

Para comparar los resultados de cada destilación hemos calculado en cada una los litros de butanol anhidro obtenidos por litro en caldera al comienzo de segunda etapa y por hora de duración de esta etapa.

También hemos calculado en cada destilación los litros de butanol anhidro obtenidos por litro en caldera al comienzo de segunda etapa independientemente del tiempo, ya que este último es un factor que interesa desde el punto de vista económico pero no del teórico.

Los datos así obtenidos correspondientes a las destilaciones N° 9, 10, 11, 12, 13 y 14 los hemos representado en función de la presión de calefacción en el gráfico N° 12 y los correspondientes a las destilaciones 13, 14, 15, 16 y 17 las hemos representado en función de la relación de reflujo en el gráfico N° 13.

1 - ESTUDIO DEL RENDIMIENTO VARIANDO LA VELOCIDAD DE DESTILACION

(en la práctica variamos la presión de calefacción)

(relación de reflujo constante en segunda etapa: 2:1)

Datos de la destilación N°	Presión de calefacción	Litros Bu-anhid. L4-tro en cald ncia 2a.	Diferencia % respecto de 0.230	Litros Bu-anhid. L4-tro en cald ncia 2a. hora	Diferencia res- pecto de 0.24
----------------------------	------------------------	--	--------------------------------	---	-------------------------------

Desde el punto de vista del rendimiento independiente del tiempo vemos que el máximo se obtiene con la velocidad de destilación que corresponde a una presión de calefacción de 30 psi.

Teniendo en cuenta el tiempo que dura la segunda etapa vemos que la presión de calefacción más conveniente es 50 psi.

Considerando que si destilamos con 50 psi en la calefacción perdemos un 5,4 % de butanol anhidro respecto de lo que podríamos obtener si destilamos a 30 psi pero ganamos un 82 % en velocidad, optamos por destilar con 50 psi.

Curva A Litros de Bu anhidro obtenidos por litro en caldera al comienzo de 2ª etapa y por hora de duración de esta etapa en función de la presión de calefacción.

Curva B Litros de Bu anhidro obtenidos por litro en caldera al comienzo de 2ª etapa en función de la presión de calefacción.

U EN TODAS LAS DESTILACIONES 2-1

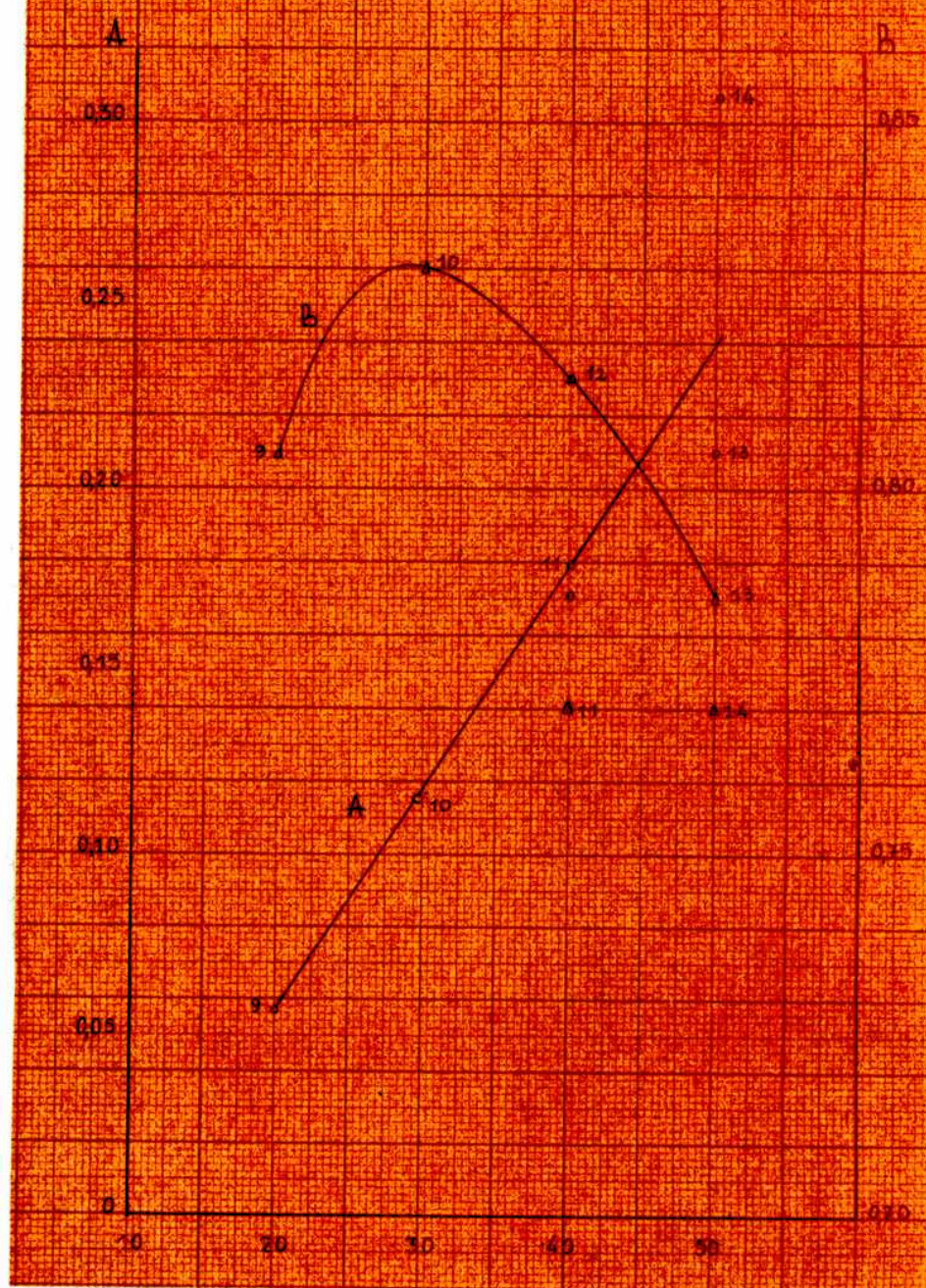


Fig. 12

2 - ESTUDIO DEL RENDIMIENTO VARIANDO LA RELACION DE REFLUJO

(Presión de calefacción constante 50 psi.)

Datos de la destilación Nº	Relación de reflujo	Litros B.U. anhidro Litro en caldera ppio 2ª etapa	Diferencia % res- pecto de 0,790	Lts. B.U. anh. Ltr. en calde- ra ppdio 2ª x hora	Dife- rencia % res- pecto de 0,21
17	1:2	0,645	18,3	0,37	77
15	1:1	0,680	13,9	0,33	57
13 - 14	2:1	0,770	2,5	0,27	28
16	3:1	0,790	0	0,21	0

Vemos que el rendimiento considerado independientemente del tiempo es máximo para una relación de reflujo de 3:1.

Teniendo en cuenta el tiempo que dura la segunda etapa lógicamente el rendimiento es mayor cuanto menor sea el reflujo.

Pensemos que la relación de reflujo 2:1 es la más con-
veniente porque sólo se pierde un 2,5 % en volumen de butanol anhi-
dro respecto del que se podría obtener si destilamos con relación de
reflujo 3:1 y la operación es un 28 % más rápida de lo que sería si
destilamos con relación de reflujo 3:1

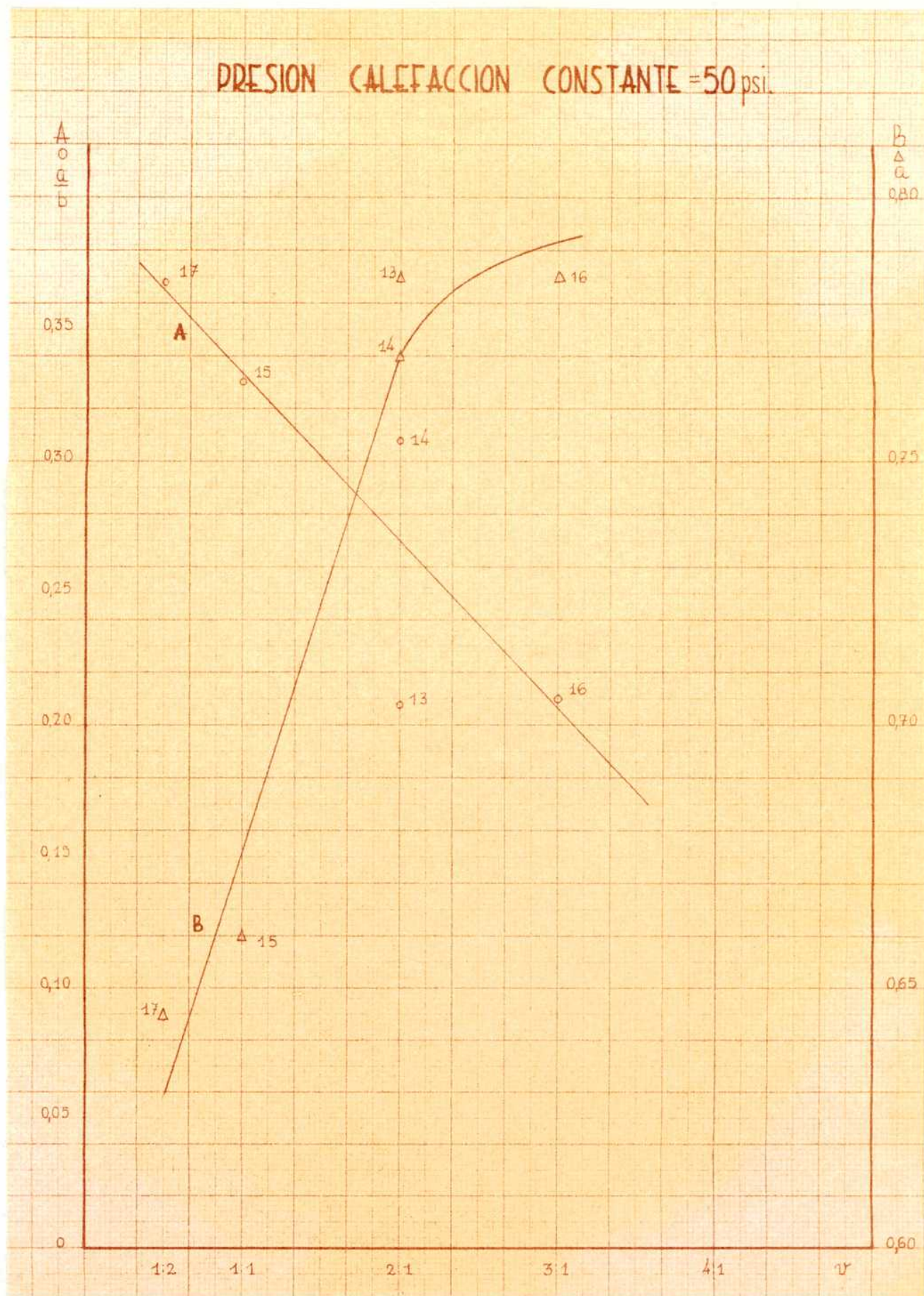


Fig. 13

CONCLUSIONES DEL CUARTO GRUPO DE VERIFICACIONES

Recomendamos destilar en esta unidad con la velocidad de destilación que corresponde a una calefacción de vapor de 50 psi. y con una relación de reflujo de 2:1.

F - PLANILLAS DE ENSAYOS REALIZADOS

DESTILACION N° 1

Presión de calefacción : 35 lb.

Relación de reflujo: 2:1

Velocidad de destilación: 8 l/min - 480 l/hora en 2ª etapa

CUADROS DE VALORES REGISTRADOS DURANTE LA DESTILACION

A : Tiempo en horas a partir del momento inicial

B : Composición del destilado. En la primera etapa se expresa el volumen % de agua butílica o capa acuosa inferior sedimentada en una probeta graduada de 100 cc.
En la segunda etapa se expresa el peso específico a 20° C.

C : Composición del destilado convertida del dato anterior a % en peso de agua.

D : Composición del destilado convertida del dato anterior a % en moles de agua a 20° C.

E : Peso específico del líquido en ebullición en la caldera.

F : Composición del líquido en la caldera deducida del anterior y expresado en % en peso de agua.

G : Idem, expresada en % en moles de agua.

H : Diferencia entre la composición en moles % de agua del destilado y de la caldera.

I : Recíproca de este valor.

A : Temperatura de ebullición.

A	X	B	C	D	E	F	G	H	I
Temper. ebullic. ° C	Tiem- po-Ho- ras	Comp. Dest. % Agua But. en vol. P.E. 20° C	X_D % en peso	X_D % en Mol.	Peso Esp. cald. a 20°C	X_F % en pes.	X_F % en mol.	$X_D - X_F$	$\frac{100}{X_D - X_F}$
106	0	7 %	26.1	59.0	0,817	4,0	14	4.6	2.2
107	1	2 %	21.6	52.5	0,815	2,8	11	41.5	2.4
109	2	0.843	17.4	46.5	0,815	2,8	11	35.5	2.6
111	3	0.827	9.0	28	0,814	2,3	9.5	18.5	5.4
112,5	4	0.818	4.4	15.5	0,812	1,2	4.0	11.5	8.7

DESTILACION No 2

Presión de calefacción: 35 lb.

Velocidad de destilación: 420 l/hora - 480 l/hora

Cuadro de valores registrados durante la destilación

A	X	B	C	D	E	F	G	H	I
Temp. ebull. ° C	Tien- po- Horas	Compo- sición del destil.	X_E % H ₂ O en peso	X_E % H ₂ O en mol.	Peso esp. en cald.	X_F % en peso H ₂ O	X_F % en Mol. H ₂ O	$X_E - X_F$	$\frac{100}{X_E - X_F}$
92	0	26 %	40,8	74,0	0,846	19,0	49	25,0	4,0
94	1	24 %	39,2	72,5	0,8417	16,7	45	27,5	3,6
94,5	1,5	22 %	37,6	71,0	0,838	14,8	42	29,0	3,4
96,5	3	22 %	37,6	71,0	0,828	9,5	30	41,0	2,4
98,5	4	16,8 %	33,5	67,0	0,8233	7,1	26	42,0	2,3
101	5	11,0 %	28,8	62,5					

DESTILACION Nº 3

Presión de calefacción : 35 lb

Velocidad de destilación durante las dos primeras horas 480 l/no-
ra.

X	A	B	C	D	E	F	G	H	I
Tien- po- Heras	Temp. ebull. ° C	Comp. del desti- lado	X_E % H_2O en pe- so	X_E % H_2O en mol.	Peso esp. en cald. 20°C	X_F % en peso H_2O	X_F % en Mol. H_2O	$X_E - X_F$	$\frac{100}{X_E - X_F}$
0	92	26 %	40,8	74,0	0,840	15,9	44,0	30,0	3,3
1	93	24 %	39,2	72,5	0,834	12,7	37,0	35,5	2,8
2	93	21 %	36,8	70,5	0,8286	9,9	31,5	39,0	2,5
3	95	15,5 %	32,3	66,0	0,8234	7,2	24,0	42,0	2,3
4	99	14 %	31,3	65,0	0,8215	6,2	21,0	44,0	2,2
5	101	11 %	30,0	64,0	0,8190	5,0	17,0	47,0	2,1

% Agua But P. esp

35 845

30 840

25 835

20 830

15 825

10 820

5 815

0

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17

1ª etapa

2ª etapa

DESTILACION Nº 4

PREISION DE CALEFACCION 50 lbs/pul²

Interrumpe

850

% Agua But. D esp

30 840

25 835

20 830

15 825

10 820

5 815

DESTILACION N°5

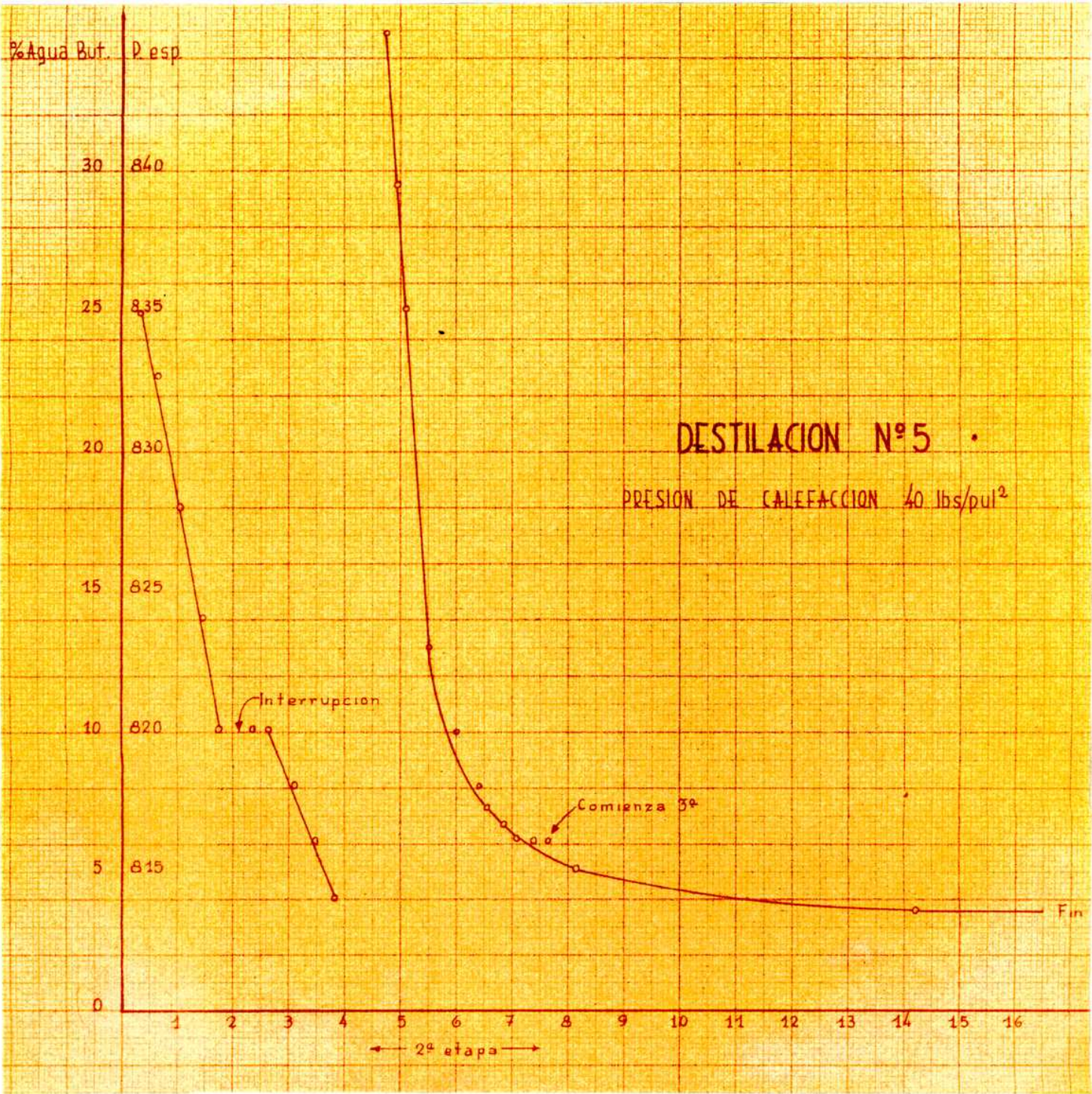
PREISION DE CALEFACCION 40 lbs/pul²

Interrupcion

Comienza 3ª

Fin

← 2ª etapa →



DESTILACION N° 6

Volumenes en caldera:

Inicial: 2700 l

Al final de la. etapa: 2450

Al final de 2a. etapa: 1630

Presión de calefacción:

Primera etapa: 50 psi.

Segunda etapa: " "

Tercera etapa: 25 psi.

Relación de reflujo

Segunda etapa Reflujo: 2

Producto: 1

Tiempos:

Primera etapa: 6 h 10 "

Segunda etapa: 2 h 20 " = 2,33 hora

Rendimientos:

$$a = \frac{1630}{2450} = 0,665$$

$$b = 2,33$$

$$\frac{a}{b} = 0,285$$

DESTILACIÓN N° 7 DETERMINACIÓN A

Presión de calefacción 50 psi

Primera etapa : 3 horas 30 min. Se separó 500 litros agua butílica

Relación de reflujo medida $\frac{93}{4} = 13,3$

Segunda etapa : 2 " 800 " butanol húmedo

Ordenada al origen de la línea de enriquecimiento $\varphi = \frac{58,5}{13,3+1} = 4,1$

Tercera etapa : 3 " 1800 " butanol anhidro

Del plato	A		B		C			S prácticos
	Se levanta vapor cuya composición calculada es en % en moles de agua	Desborda líquido cuya composición determinada es en % en moles de agua	Correspondería un vapor en equilibrio $X_D \text{ eq.}$	Corresp. sobre la línea de enriquecimiento $X_D \text{ enriq.}$	B - C a_F	A - C b	$S = \frac{b}{a_F}$	
1	$X_{D0} = X_E = 58,5$	$X_{F1} = 57,0$	75	57,5	17,5	1,0	0,057	0,06
2	$X_{D1} = 57,5$	$X_{F2} = 56,5$	75	56,5	18,5	1,0	0,054	0,06
3	$X_{D2} = 56,5$	$X_{F3} = 53,5$	75	54,0	21,0	2,5	0,119	0,12
4	$X_{D3} = 54,0$	$X_{F4} = 50,0$	74	50,5	23,5	3,5	0,149	0,15
5	$X_{D4} = 50,0$	$X_{F5} = 38,0$	70	39,0	31,0	11,0	0,350	0,35
CALDERA	$X_{DB} = 42,5$	$X_{FB} = 11,0$						

DESTILACIÓN N° 7 DETERMINACIÓN B

Relación de reflujo medida : $\frac{66}{33} = 2$

$X_E = 49$

Ordenada al origen de la línea de enriquecimiento $\varphi = \frac{49}{2+1} = 16$

Del plato	A		B		C			$S = \frac{b}{a_F}$	S prácti
	Se levanta vapor cuya composición calculada es en % en moles de agua	Desborda líquido cuya composición determinada es en % en moles de H_2O	Correspondería un vapor en equilibrio $X_{D\text{eq}}$	Corresp. sobre la línea de enriquecimiento $X_{D\text{enr.}}$	B - C		A - C		
					a_F	b			
1	$X_{D_0} = X_E = 49$	$X_{F_1} = 48$	74,0	48,0	26,0	1	0,038	0,04	
2	$X_{D_1} = 48$	$X_{F_2} = 46,5$	73,5	47,0	26,5	1	0,037	0,04	
3	$X_{D_2} = 47$	$X_{F_3} = 42,5$	72,5	44,5	28,0	2,5	0,089	0,09	
4	$X_{D_3} = 44,5$	$X_{F_4} = 32,0$	66,5	37,5	29,0	7,0	0,24	0,24	
5	$X_{D_4} = 37,5$	$X_{F_5} = 18,5$	53,5	28,5	25,0	9,0	0,36	0,36	
CALDERA	$X_{D_5} = 32,5$	$X_{F_6} = 6,0$							

DESTILACIÓN N° 8 DETERMINACIÓN A

Presión de calefacción 35 psi

Reflujo medido $\frac{17}{23} = 3,3$

X_E 71,8 % en moles de agua

Ordenada al origen de la línea de enriquecimiento $\varphi = \frac{71,8}{3,3+1} = 16,7$

Del plato	A		B		C		
	Se levanta vapor cuya composición calculada es en % en moles de agua	Desborda líquido cuya composición determina da es en % en moles de agua	Correspondería a un vapor en equilibrio X_D eq	Corresponde sobre la línea de enriquecimiento X_D enriq.	B - C a_F	A - C b	$S = \frac{b}{a_F}$
1	$X_{D0} = X_E = 71,8$	$X_{F1} = 61$	75,0	64,0	11,0	7,8	0,71
2	$X_{D1} = 64,0$	$X_{F2} = 59$	75,0	62,5	12,5	15	0,12
3	$X_{D2} = 62,5$	$X_{F3} = 57,5$	75,0	61,5	13,5	1,0	0,074
4	$X_{D3} = 61,5$	$X_{F4} = 55,5$	75,0	59,5	15,5	2,0	0,13
5	$X_{D4} = 59,5$	$X_{F5} = 52,0$	74,5	57,0	17,5	2,5	0,14
CALDERA	$X_{D5} = 58,0$	$X_{F6} = 22,5$					

DESTILACIÓN N°8 DETERMINACIÓN B

Relación de reflujo medida : $\frac{83}{17} = 4,9$

Ordenada al origen de la línea de enriquecimiento : $\phi = \frac{67,5}{54,1} = 11,2$

Del plato	A		B		C		
	Se levanta vapor cuya composición calculada es en % en moles de agua	Desborda líquido cuya composición determinada es en % en moles de H ₂ O	Correspondería un vapor en equilibrio $X_{D\text{eq}}$	Corresp. sobre la línea de enriquecimiento $X_{D\text{enrrique}}$	B - C a_F	A - C b	$S = \frac{b}{a_F}$ S prático
1	$X_{D0} = X_E = 67,5$	$X_{F1} = 59,0$	75	60,5	14,5	7,0	0,48 0,50
2	$X_{D1} = 60,5$	$X_{F2} = 57,0$	75	59,5	15,5	1,0	0,06 0,06
3	$X_{D2} = 59,5$	$X_{F3} = 56,0$	75	58,0	17,0	1,5	0,09 0,10
4	$X_{D3} = 58,0$	$X_{F4} = 54,0$	75	56,5	18,5	1,5	0,08 0,08
5	$X_{D4} = 56,5$	$X_{F5} = 51,0$	74,5	54,0	20,5	2,5	0,12 0,12
CALDERA	$X_{D5} = 55,0$	$X_{F6} = 19,5$					

DESTILACION Nº 9

Volúmenes en caldera:

Inicial: 2250

Peso esp.: 0,848 g/g

Al final de 1a. etapa: 2550

Al final de 2a. etapa: 2050

Presión de calefacción:

Primera etapa: 50 psi.

Segunda etapa: 20 psi.

Caudales:

Reflujo: 1,6 l/min.

Segunda etapa

Producto: 0,8 l/min.

Consumo de vapor:

Segunda etapa: 60 kg/hora.

Tiempos:

Primera etapa: 4 horas

Segunda etapa: 14,5 horas

Rendimientos:

$$a = \frac{2050}{2550} = 0,80$$

$$b = 14,5 \text{ horas (duración 2a etapa)}$$

$$\frac{a}{b} = \frac{0,80}{14,5} = 0,055$$

DESTILACION N° 10

Volúmenes en caldera:

Inicial: 3000

Peso esp.: 0,848

Al final de la. etapa: 2450

Al final de 2a. etapa: 2050

Presión de calefacción:

Segunda etapa: 30 psi.

Caudales:

Segunda etapa Reflujo: 2,8 l/m

Producto: 1,4 l/m

Consumo de vapor:

Segunda etapa: 93 kg/h.

Tiempos:

Segunda etapa: 7,25 h.

Total: 20,25 h.

Rendimientos:

$$a = \frac{2050}{2450} = 0,836$$

$$b = 7,25$$

$$\frac{a}{b} = 0,115$$

DESTILACION Nº 11

Volumenes en caldera:

Inicial: 3000

Peso esp.: 0.9468 15°

Al final de la. etapa: 2625

Al final de 2a. etapa: 2030

Presión de calefacción:

Primera etapa: 50 psi.

Segunda etapa: 40 psi.

Caudales:

Segunda etapa: Reflujo: 4 l/min.

Producto: 2 l/min.

Consumo de vapor:

Segunda etapa: 132 kg/h.

Tiempos:

Segunda etapa: 4 h 20 m = 4,33

Total: 15 h 30 m

Rendimientos:

$$a = \frac{2030}{2625} = 0,77$$

$$b = 4,33$$

$$\frac{a}{b} = 0.178$$

DESTILACION N° 12

Volúmenes en caldera:

Inicial:	1700	Peso esp.:
Al final de la. etapa:	1350	
Al final de 2a. etapa:	1100	

Presión de calefacción:

Primera etapa:	50 psi.
Segunda etapa:	40 psi.
Tercera etapa:	40 psi.

Caudales:

	Reflujo:	4,8
Segunda etapa	Producto:	2,4

Consumo de vapor:

Segunda etapa: 162 kg/hora

Tiempos:

Segunda etapa: 2 h 15 m. $\approx$ 2,25

Rendimientos:

$$a = \frac{1100}{1350} \approx 0,815$$

$$b = 2,25$$

$$\frac{a}{b} = 0,362$$

DESTILACION N° 13

Volúmenes en caldera:

Inicial: 3000 Pese esp.:
Al final de 1a. etapa: 2550
Al final de 2a. etapa: 2000

Presión de calefacción:

Primera etapa: 50 psi
Segunda etapa: 50 psi

Caudales:

Segunda etapa Reflujo: 6
 Producto: 3

Consumo de vapor:

Segunda etapa: 170 kg/h.
Tercera etapa: 154 kg/h.

Tiempos:

Segunda etapa: 3 h 45 m = 3,75

Rendimientos:

$$a = \frac{2000}{2550} = 0,785$$

$$b = 3,75$$

$$\frac{a}{b} = 0,209$$

DISTILACION N° 14

Volumenes en caldera:

Inicial: 3000 peso esp.:

Al final de la. etapa: 2525

Al final de 2a. etapa: 1950

Presión de calefacción:

Primera etapa: 50 psi

Segunda etapa: 50 psi

Tercera etapa: 50 psi

Caudales:

Segunda etapa: Reflujo: 6 l/m

Producto: 3 l/m

Tiempos:

Segunda etapa: 2,5 horas

Rendimientos:

$$a = \frac{1950}{2525} = 0,77$$

$$b = 2,5$$

$$\frac{a}{b} = 0,308$$

DESTILACION N° 15

Volúmenes en caldera:

Inicial: 3000 Peso esp.: 0.862 15°

Al final de 1a. etapa: 1800

Al final de 2a. etapa: 1185

Presión de calefacción:

Primera etapa: 50 psi

Segunda etapa: 50 psi

Tercera etapa: 35 psi

Caudales:

Segunda etapa Reflujo: 5 l/m

Producto: 5 l/m

Tiempos:

Segunda etapa: 2 h.

Rendimientos:

$$a = \frac{1185}{1800} = 0,66$$

$$b = 2$$

$$\frac{a}{b} = 0,33$$

DESTILACION N° 16

Volúmenes en caldera:

Inicial: 3000 Peso esp.: 0.867 15"

Al final de 1a. etapa: 2675

Al final de 2a. etapa: 2100

Presión de calefacción:

Primera etapa: 50 psi

Segunda etapa: 50 psi

Tercera etapa: 50 psi

Caudales:

Reflujo: 7,5 l/min.
Segunda etapa: Producto: 2,5 l/min. 3:1

Tiempos:

Segunda etapa: 3 h. 45 m.

Rendimientos:

$$a = \frac{2100}{2675} = 0,785$$

$$b = 3 \text{ h. } 45 \text{ m} = 3,75$$

$$\frac{a}{b} = 0,21$$

DESTILACION Nº 17

Volumenes en caldera:

Inicial: 3000 peso esp.: 0,861 15°

Al final de 1a. etapa: 2650

Al final de 2a. etapa: 1710

Presión de calefacción:

Primera etapa: 50 psi

Segunda etapa: 50 psi

Caudales:

Segunda etapa: Reflujo: 4 l/m

Producto: 8 l/m

Tiempos:

Segunda etapa: 1 h. 45 m

Rendimientos:

$$a = \frac{1710}{2650} = 0.645$$

$$b = 1,75$$

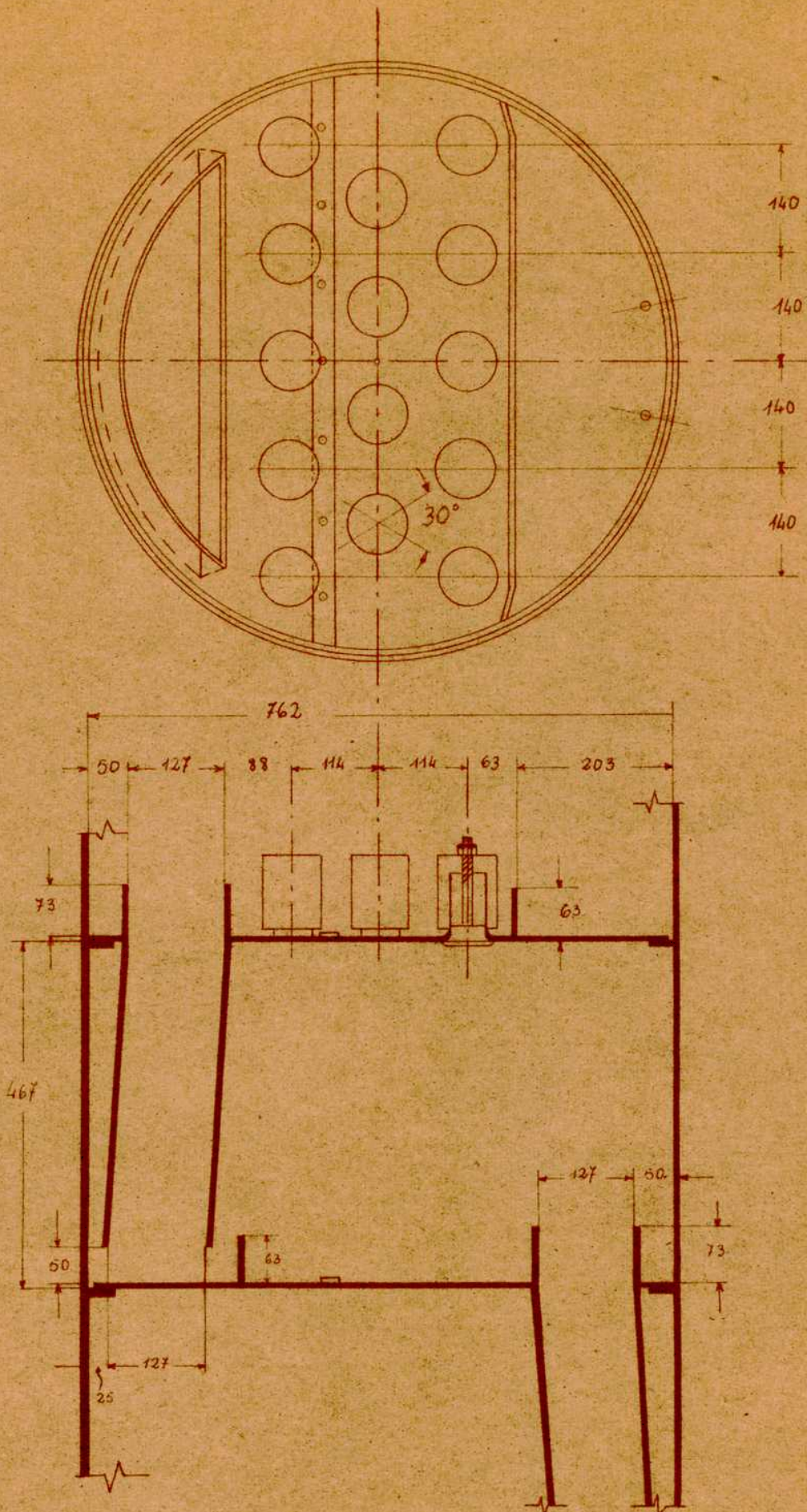
$$\frac{a}{b} = 0,368$$

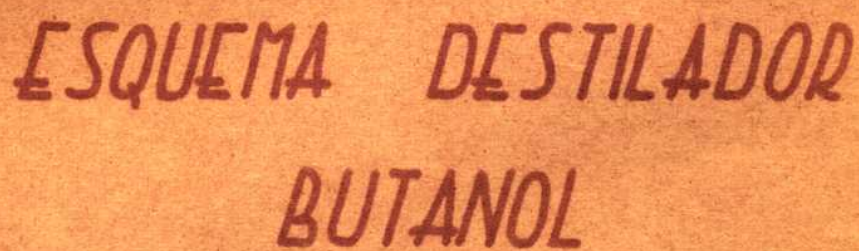
VI - PLANOS

1 - PLATO RECTIFICADOR

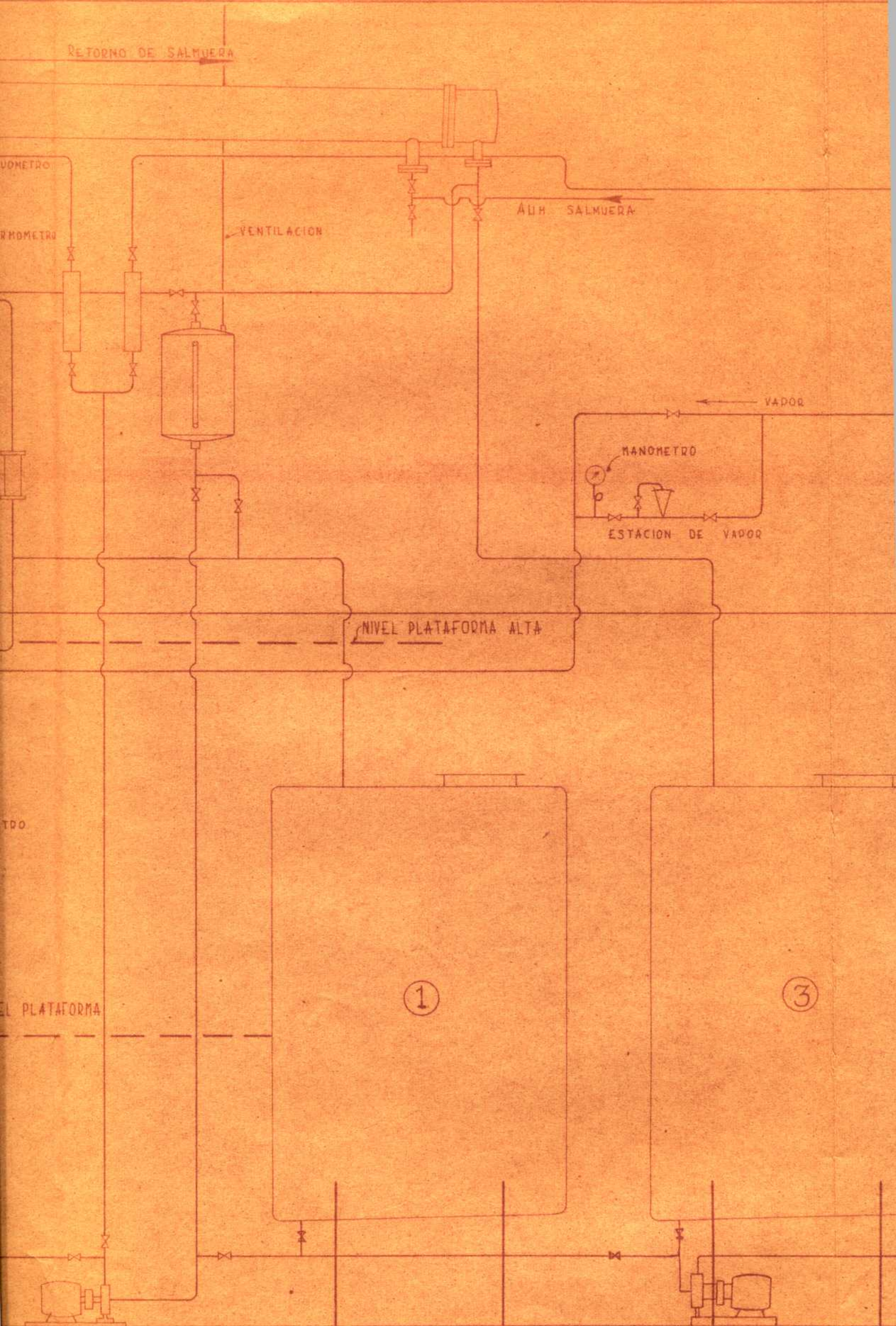
2 - ESQUEMA DEL DESTILADOR DE BUTANOL

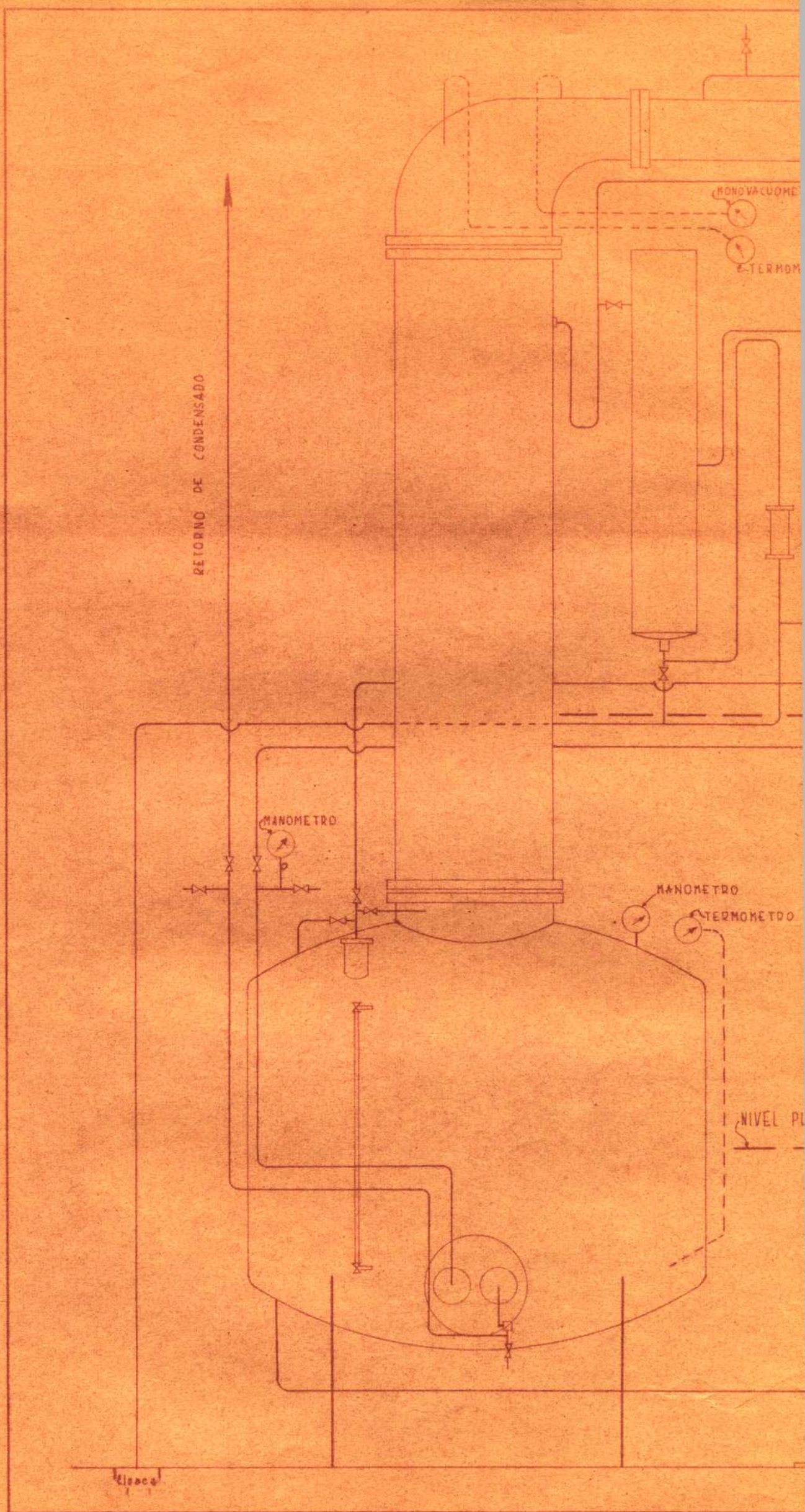
PLATO RECTIFICADOR





- ESCALA 1:20





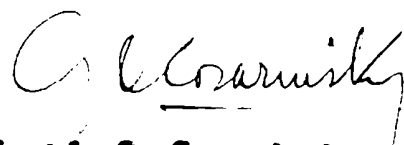
VII - BIBLIOGRAFIA

- Butler, Thomson y Mac Lennan - The partial vapor pressures of aqueous solutions of C, n C₃, n C₄ alcohols.
J. Chem. Soc. 1923 , 674. 86
- Carbide and Carbon Chemicals Company - Alcohols.
- Stockhardt and Hall - "Vapor liquid equilibria and boiling-point composition relations for systems n-butanol-water and isobutanol-water
- Davis - Chemical Engineering Monographs - 1944
- Arthur E. Hill and W. M. Malissow - The mutual solubility of n-butyl alcohol and water
- International Critical Tables - 1^a edición - tomo III , pág. 27-28-III
- Dr. Emil Kirschbaum - Distillation and Rectification - 1948.
- J. H. Perry - Chemical Engineers' Handbook
- Reilly and Ralph - Densities and contractions of mixtures of n-butyl alcohol and water - Scientific Proceedings of the Royal Dublin Society. 18- 887- 1919.
- Herman J. Steever - Applied Heat Transmission. 1960.

Presentado ante la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales en

Buenos Aires, 3 de Octubre de 1955


Ing. José M. Bados


Gastón O. Comarinsky