



CONTRIBUCION AL ESTUDIO DE LA OPERACION

DE DESTILACION DISCONTINUA MEDIANTE

SIMULACION

T 01150
1400354341

BIBLIOTECA DEPARTAMENT D'ENGINYERIA QUÍMICA
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

Memoria de Tesis Doctoral

presentada por

Anna Bonsfills Pedrós

para optar al grado de Doctora en Ciencias (Químicas)

Barcelona, Septiembre de 2001

Director de la Tesis: Dr. Lluís Puigjaner Corbella

Departament d'Enginyeria Química

Escola Tècnica Superior d'Enginyers Industrials de Barcelona

Universitat Politècnica de Catalunya

6.2. SEPARACION DE LA MEZCLA EN PLANTA PILOTO

La mezcla ciclohexano-tolueno-clorobenceno es la segunda mezcla que se experimenta en la planta piloto.

6.2.1. PUESTA EN MARCHA DE LA COLUMNA

Una serie de operaciones previas han sido necesarias antes de poder trabajar con la nueva mezcla.

Para limpiar la columna se han desmontado las partes menos complicadas de la columna tales como condensadores, calderín y matraz de destilado para su posterior limpieza. Para limpiar la parte interior de la columna se ha puesto la columna en marcha a reflujo total con etanol durante dos horas.

Para aislar térmicamente al máximo la columna se ha renovado el aislante del calderín, de los condensadores y de las juntas que hay entre las secciones de la columna.

La mezcla orgánica en estudio es capaz de disolver a temperatura elevada las juntas de plástico que presentan los tubos de la columna. Para resolver esta dificultad se substituyen todas las juntas de plástico por teflón. Por este mismo motivo para extraer muestras de la columna se utilizan jeringuillas de vidrio en lugar de plástico.

6.2.1.1. EXPERIENCIAS PRELIMINARES

La columna trabajará con doble condensador y para determinar el tiempo a reflujo total se procederá de la misma forma que en la separación de la mezcla binaria metanol-agua.

6.2.1.1.1. Razón de reflujo real

Para estudiar la separación de la mezcla ternaria se realizarán distintas experiencias a razón de reflujo exterior constante. Para comprobar la relación entre la razón de reflujo que debemos entrar a través del software del ordenador y la razón de reflujo real, se realiza de nuevo un proceso de calibrado, a través del cual se mide el tiempo en que el embudo está en la posición de destilar y el tiempo en que no lo está. La razón de reflujo real será:

Reflujo real (Re) = tiempo posición de no destilar / tiempo posición de destilar

Los datos indicados en la tabla 6.2.1.1.1.1. nos llevan a la relación:

$$r = 1 / (Re + 1)$$

que es la misma relación utilizada en la separación de la mezcla metanol-agua. Re corresponde a la relación de reflujo real y "r" es la razón de reflujo que debemos entrar a través del software del ordenador.

Tabla 6.2.1.1.1.1. Relación entre la razón de reflujo introducida en el ordenador y la razón de reflujo real.

r (ordenador)	Tiempo posición de destilar (s)	Tiempo posición de no destilar (s)	Re (reflujo real)
0.1	1.00	9.00	9
	0.82	9.03	
	0.89	8.99	
0.2	1.96	8.03	4
	1.95	7.96	
	1.96	8.03	
0.3	2.94	7.01	2.33
	2.98	7.12	
	2.97	6.98	
0.4	3.98	5.98	1.5
	4.01	5.99	
	3.97	6.04	
0.5	4.91	4.98	1
	4.97	4.98	
	4.98	4.99	
0.6	6.00	3.96	0.5
	5.86	3.99	
	4.98	4.00	

6.2.1.1.2. Calibración de las sondas de temperatura

Ya que una parte importante de los resultados que se pretenden obtener es el perfil de temperaturas, se hace un calibrado de las sondas para comprobar su buen funcionamiento. La metodología utilizada es simple y consiste en medir en el mismo momento y en el mismo punto la temperatura del líquido mediante un termómetro y mediante la sonda.

Se realizan algunos cambios en los adaptadores de señales lo que implica un cambio en el fichero de salida que se especificará en el apartado de tratamiento de datos.

Los resultados de la calibración se indican en la tabla siguiente:

Tabla 6.2.1.1.2.1. Temperaturas de calibración de las sondas Pt-100, en °C.

Pt-100 1		Pt-100 2		Pt-100 3		Pt-100 4	
Plato 1		Plato 5		Plato 15		Calderín	
$T_{\text{termómetro}}$	T_{sonda}	$T_{\text{termómetro}}$	T_{sonda}	$T_{\text{termómetro}}$	T_{sonda}	$T_{\text{termómetro}}$	T_{sonda}
8	8.58	8	8.54	8	8.25	8	8.35
28	28.12	29.2	29.46	30	30.96	30.8	30.86
35.1	35.66	39	39.47	45.9	46.88	45	45.4

La concordancia de los resultados obtenidos indica el buen ajuste alcanzado en las sondas Pt-100.

6.2.1.1.3. Instalación de un divisor de potencia

La manta calefactora de la planta piloto puede trabajar con tres potencias de calefacción, 466.7 W, 933.3 W y 1400 W. En el estudio de la mezcla ternaria uno de los objetivos es estudiar la separación de la mezcla a distintas potencias de calefacción. De las tres potencias anteriores sólo es posible trabajar con la primera, ya que con las dos restantes la ebullición es demasiado rápida y en el interior de la columna se observa la formación de

espuma. Con el fin de poder trabajar con potencias de calefacción inferiores se instala un divisor de potencia.

Para dividir la potencia se instala un potenciómetro de 10 vueltas con una resistencia de 5 k Ω , en serie con un amperímetro de 0-20 mA en la fuente de alimentación. Mediante un tester se mide la tensión. En la tabla siguiente se indican distintas posiciones del potenciómetro y sus respectivas potencias.

Tabla 6.2.1.1.3.1. Relación entre la posición del potenciómetro y la potencia.

Posición del potenciómetro	Tensión (V)	Potencia (W)
6.28	29	22.0
4.78	63	103.5
3.89	95	235.5
3.14	126	414.2
2.42	163	693.2
1.60	198	1022.8

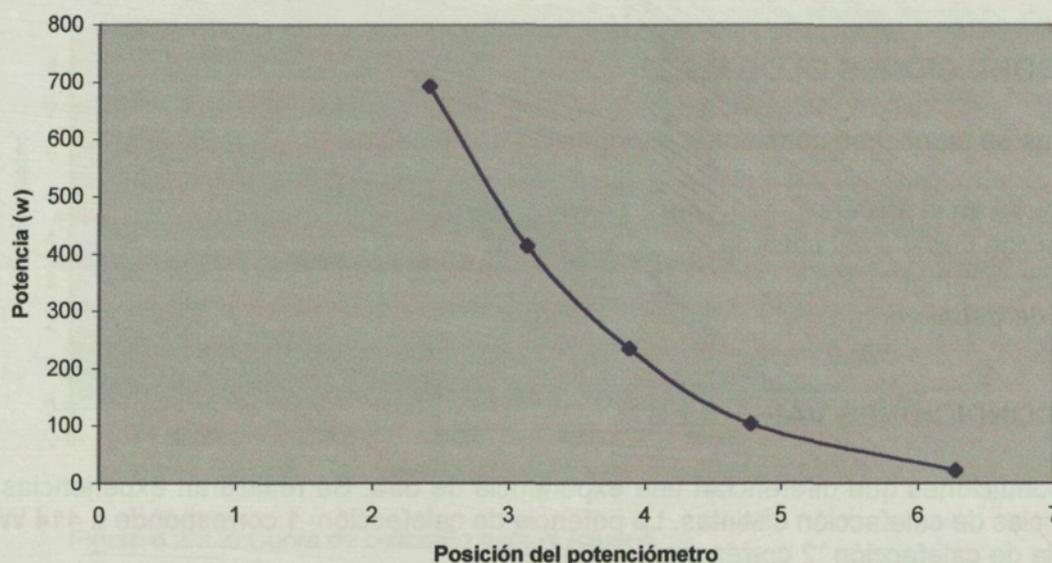


Figura 6.2.1.1.3.1. Relación entre la posición del potenciómetro y la potencia.

La figura anterior sigue una relación exponencial del tipo: $y = 6859.7e^{-0.8975x}$ ($r = 0.9966$). Esta correlación es tanto mejor cuanto más pequeños son los valores de la potencia.

6.2.1.2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

6.2.1.2.1. Carga del calderín

En las experiencias a realizar utilizaremos siempre la misma carga de líquido en el calderín, a fin de poder comparar los resultados. En todos los casos se trabajará con 6 litros de mezcla equimolar de ciclohexano-tolueno-clorobenceno. La muestra que se introduce en el calderín se analiza por cromatografía de gases para conocer con exactitud su concentración y si ésta coincide con la concentración requerida se empieza la experiencia.

6.2.1.2.2. Inicio de la experiencia

Se procede de la misma forma que con la mezcla binaria.

6.2.1.2.3. Reflujo total

Se procede de la misma forma que con la mezcla binaria, pero teniendo en cuenta que cuando se trabaja con la mezcla ternaria a potencia de calefacción 1 (414 W), el tiempo que tarda la columna en estabilizarse es de 1 hora y cuando se trabaja a potencia de calefacción 2 (681.3 W) el tiempo es de media hora.

6.2.1.2.4. Reflujo determinado

Se procede de la misma forma que con la mezcla binaria.

6.2.1.2.5. Análisis de las muestras

Se utilizará la cromatografía de gases para todas las muestras.

6.2.2. CONDICIONES DE OPERACION**6.2.2.1. CONDICIONES GLOBALES**

Son las que se mantienen constantes en todas las experiencias.

- | | |
|--------------------------------------|-----------|
| • Carga inicial en el calderín | 6 litros |
| • Composición inicial en el calderín | equimolar |
| • Caudal agua refrigeración | 2 l/min |
| • Presión de trabajo | 1000 mb |

6.2.2.2. CONDICIONES VARIABLES

Son las condiciones que diferencian una experiencia de otra. Se realizaran experiencias a dos potencias de calefacción distintas. La potencia de calefacción 1 corresponde a 414 W y la potencia de calefacción 2 corresponde a 681.3 W.

- | | |
|-----------------------------------|-----------------------|
| • Potencia de calefacción 1 | Razón de reflujo 1 |
| | Razón de reflujo 1.5 |
| | Razón de reflujo 2.34 |
| | Razón de reflujo 4 |
| • Potencia de calefacción 2 | Razón de reflujo 1 |
| | Razón de reflujo 1.5 |
| | Razón de reflujo 2.34 |
| | Razón de reflujo 4 |

6.2.3. ANALISIS POR CROMATOGRAFIA DE GASES

Se preparan varios patrones de concentración conocida que nos permiten conocer las curvas de calibración para cada componente de la mezcla. Estas curvas se indican en las figuras siguientes.

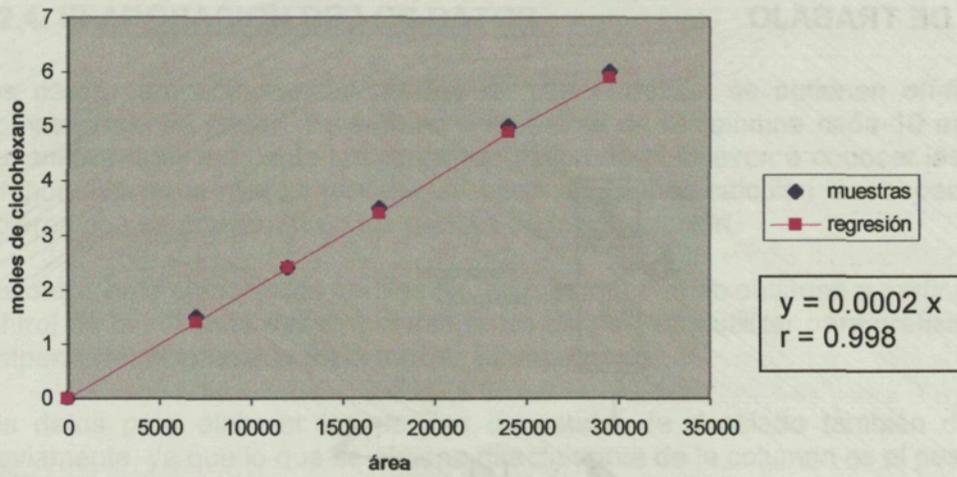


Figura 6.2.3.1. Curva de calibrado para el ciclohexano.

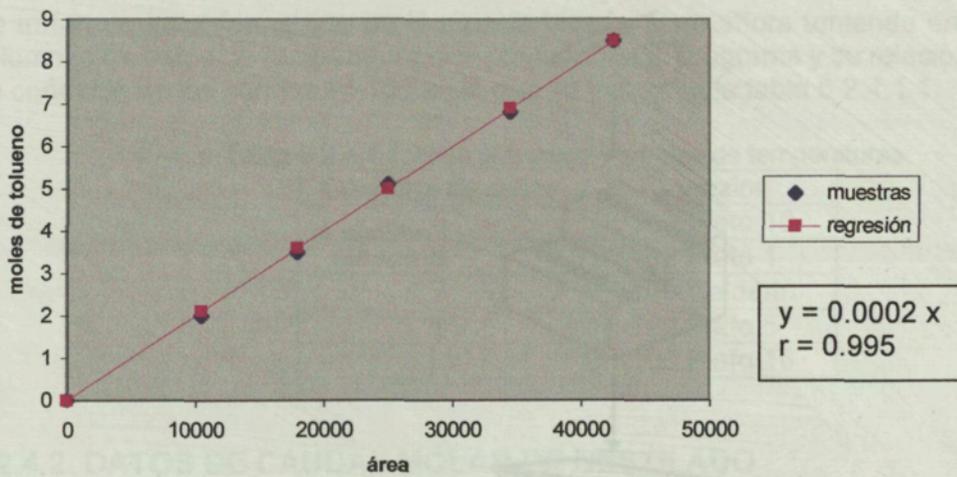


Figura 6.2.3.2. Curva de calibrado para el tolueno.

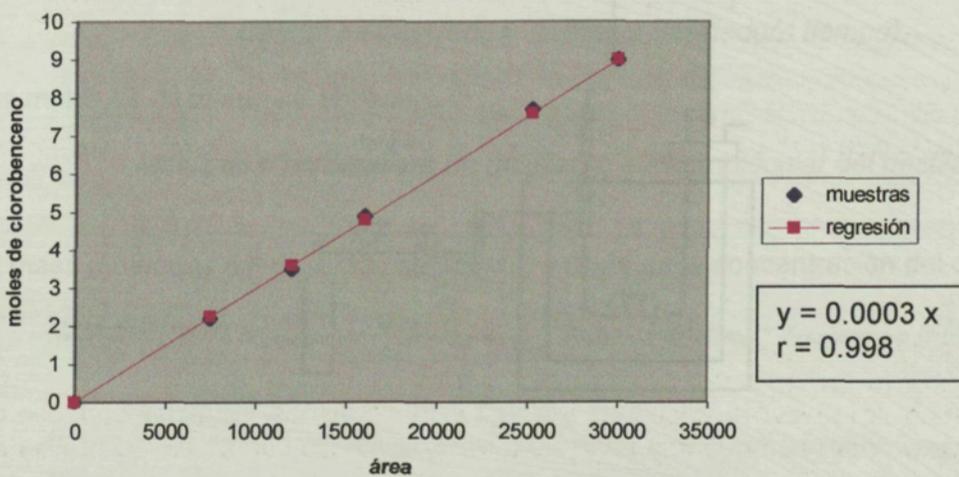
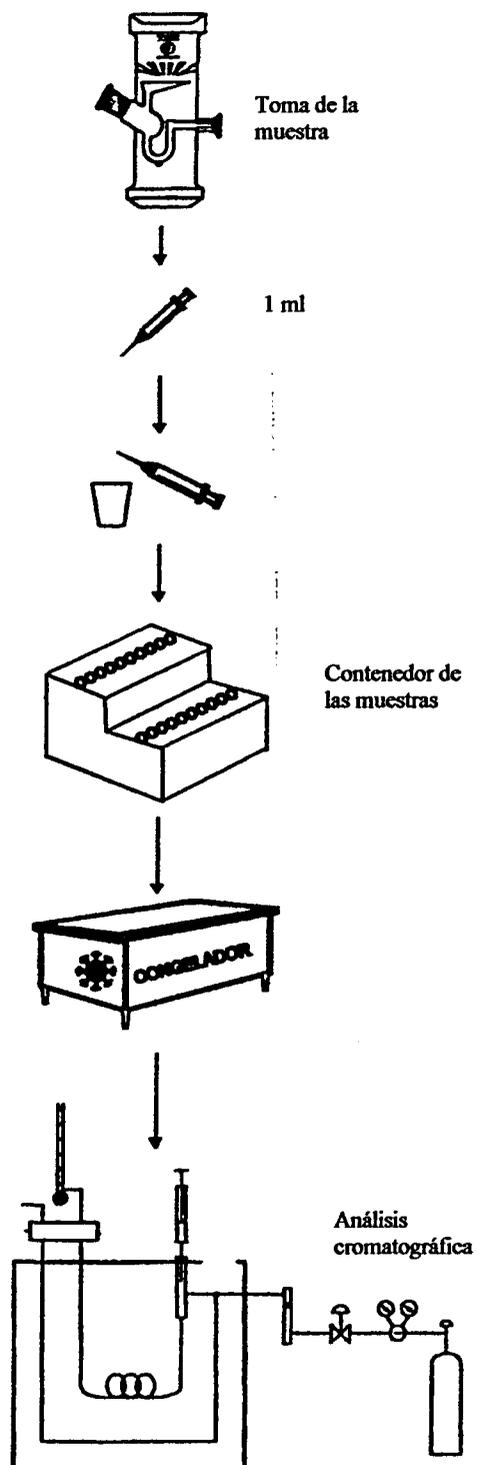


Figura 6.2.3.3. Curva de calibrado para el clorobenceno.

6.2.3.1. FICHA DE TRABAJO



6.2.4. ELABORACION DE LOS DATOS

Los datos para elaborar los perfiles de concentración se obtienen off-line mediante la cromatografía de gases. Se extraen 4 muestras de la columna cada 10 minutos, que una vez analizadas y mediante las curvas de calibrado nos llevan a conocer los moles de cada componente de la mezcla ternaria. A partir de aquí se calculan las respectivas fracciones molares que se graficarán en los perfiles de concentración.

Los datos para elaborar los perfiles de temperatura que se obtienen a partir del programa de control de la columna deben tratarse antes de poderlos utilizar para graficar los perfiles de temperatura, al igual que en la mezcla binaria.

Los datos para elaborar los perfiles de caudal de destilado también deberán tratarse previamente, ya que lo que se obtiene directamente de la columna es el peso de destilado y éste deberá pasarse a caudal.

6.2.4.1. DATOS DE TEMPERATURA

Se tratan de igual forma que en la mezcla binaria, pero ahora teniendo en cuenta que las columnas de datos de temperatura que proporciona el programa y su relación con los puntos de conexión de las sondas Pt-100 es la que se indica en la tabla 6.2.4.1.1.

Tabla 6.2.4.1.1. Relación datos y sondas de temperaturas.

Columna de datos	Conexión
5	Pt-100 Plato 10
6	Pt-100 Plato 1
7	Pt-100 Calderín
8	Pt-100 Plato 5
11	Pt-100 Plato 15

6.2.4.2. DATOS DE CAUDAL MOLAR DE DESTILADO

El caudal molar de destilado se expresará en mol/min. A lo largo de las experiencias se mide el peso en gramos de destilado recogido cada 10 minutos. Este peso deberá pasarse a moles.

$$\text{Caudal de destilado} = (\Delta \text{ moles destilado} / \Delta \text{ tiempo})$$

Los moles de destilado se obtienen:

$$\text{Moles destilado} = \text{peso de destilado} / \text{masa molecular del destilado}$$

La masa molecular del destilado se obtiene a partir de la concentración del destilado:

$$MM_{\text{destilado}} = X_{\text{ciclohexano}} MM_{\text{ciclohexano}} + X_{\text{tolueno}} MM_{\text{tolueno}} + X_{\text{clorobenceno}} MM_{\text{clorobenceno}}$$

6.2.5. RESULTADOS EXPERIMENTALES A POTENCIA DE CALEFACCION 1

Se ha estudiado en la planta piloto la separación de la mezcla ciclohexano-tolueno-clorobenceno trabajando a distintos reflujos constantes (1, 1.5, 2.34 y 4) y utilizando primero una calefacción en el calderín de 414 W que la llamaremos potencia 1 y después una potencia de calefacción de 681.3 W, que llamaremos potencia 2.

Las mezclas de trabajo serán mezclas equimolares con $X_{\text{ciclohexano}} = X_{\text{tolueno}} = X_{\text{clorobenceno}} = 0.333$ y en cada experiencia se utilizará un volumen de 6 litros. La columna trabajará a presión atmosférica. La temperatura exterior de la columna oscila entre 22°C y 25°C. Cada experiencia se ha realizado por duplicado para poder contrastar mejor los resultados. En aquellos casos en que la dispersión de los resultados ha sido apreciable se ha realizado una tercera experiencia.

En este apartado se presentan los resultados experimentales a la potencia de calefacción 1. Estos resultados incluyen:

- Perfil de temperaturas en el calderín y en los platos 15, 10, 5 y 1. Estos gráficos se realizan con los datos que proporciona el fichero de control de la columna.
- Perfil de concentraciones en los platos 1(destilado), 5, 10 y 15. Estos perfiles se han obtenido sacando muestras en distintos puntos de la columna y analizándolas por cromatografía de gases.
- Perfil de caudal molar de destilado.

• Método operativo

1. Introducimos en el calderín 6 litros de mezcla.
2. Abrimos la válvula del agua de refrigeración y estabilizamos su caudal a 2 l/min.
3. Ponemos en marcha la manta calefactora a potencia 1 (414 W).
4. Iniciamos un nuevo fichero en el programa de la columna.
5. Esperamos un tiempo hasta que el vapor llega al primer plato y la columna se estabiliza.
6. Abrimos las llaves de reflujo.
7. Ponemos el reflujo de trabajo (1, 1.5, ...)
8. Sacamos muestras de la columna cada 10 minutos y tomamos los pesos de destilado hasta que la temperatura de ebullición sea próxima a la de ebullición del clorobenceno.
9. Cerramos el programa, las válvulas y la manta calefactora.

• Tiempo de las experiencias

En cada experiencia es preciso tener en cuenta dos fases distintas, al igual que en las experiencias realizadas con la mezcla binaria metanol-agua. La primera fase se realiza a reflujo total y la segunda a un reflujo determinado. El tiempo total de destilación será la suma de los tiempos de cada una de las fases.

$$\boxed{\text{Tiempo total experiencia} = \text{tiempo fase 1} + \text{tiempo fase 2}}$$

6.2.5.1. EXPERIENCIA 1: RAZON DE REFLUJO 1

Tiempo fase 1: 60 min

Tiempo fase 2: 240 min

$$\boxed{\text{Tiempo total Experiencia Reflujo 1: } 300 \text{ min} = 5 \text{ horas}}$$

6.2.5.1.1. Perfiles de temperatura

En la figura 6.2.5.1.1.1. se indica el perfil de temperaturas obtenido en el calderín y en los distintos platos de la columna a una razón de reflujo de 1. Los datos han sido tomados cada 10 minutos. Puede observarse una primera zona que corresponde a la zona de reflujo total entre el minuto 0 y el minuto 60, en la cual la temperatura en el calderín aumenta desde 20°C hasta 100°C. En esta zona, la temperatura en los platos aumenta más bruscamente, hasta estabilizarse. El plato 15, más cercano al calderín, llega a 95°C, y los platos 10, 5 y 1 (destilado) llegan a 80°C.

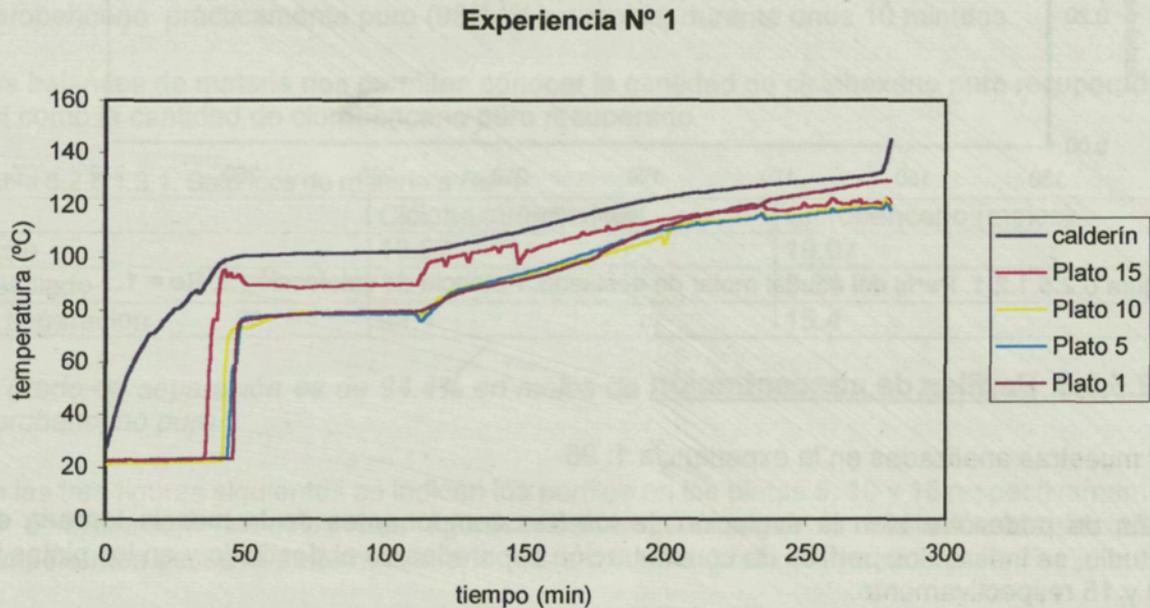


Figura 6.2.5.1.1.1. Perfil de temperatura en cada plato. Potencia de calefacción 1, $Re = 1$.

A partir del minuto 60, se pone el reflujo exterior a 1. La temperatura en el destilado (plato 1) se mantiene constante alrededor de 80°C hasta el minuto 120, lo que nos indica que se está obteniendo ciclohexano prácticamente puro. A continuación aumenta hasta llegar a 130°C, lo que nos indica la presencia de clorobenceno de elevada pureza al final de la destilación, ya que este componente tiene un punto de ebullición de 132°C. No se observa una zona de temperatura constante alrededor de 111°C (temperatura de ebullición del tolueno), lo que nos indica que no se está obteniendo tolueno puro al trabajar a $Re=1$ y 414 W de potencia calefactora. La temperatura en el calderín aumenta hasta que en el minuto 272 experimenta un aumento brusco, lo que significa que en el calderín ya no queda líquido para destilar y se está calentando el vapor que queda. Ya que la temperatura máxima de la manta calefactora es de 200°C, por seguridad damos el experimento por finalizado.

6.2.5.1.2. Perfil del caudal molar de destilado

Mediante la balanza, se controla el peso de destilado recogido a lo largo del tiempo. En la figura 6.2.5.1.2.1. se indica el perfil del caudal molar de destilado.

Nº pesadas de destilado: 14

Para $Re=1$, el caudal molar de destilado medio, D , es :

$$D = 0.30 \text{ moles/min}$$

Experiencia N° 1

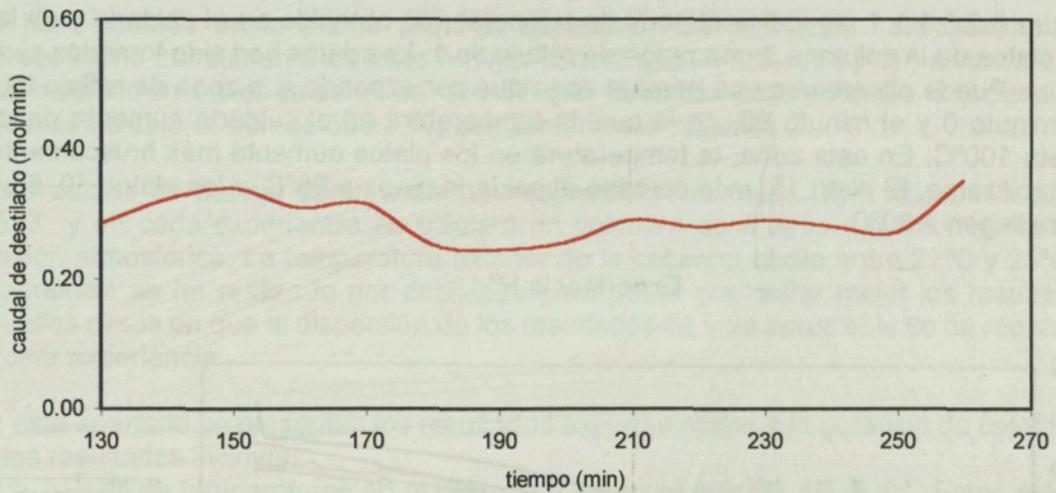


Figura 6.2.5.1.2.1. Perfil del caudal molar de destilado. Potencia de calefacción 1, $Re = 1$.

6.2.5.1.3. Perfiles de concentración

N° muestras analizadas en la experiencia 1: 96

A fin de poder ver bien la evolución de los tres componentes de la mezcla ternaria en estudio, se indican los perfiles de concentración separados en el destilado y en los platos 5, 10 y 15 respectivamente.

• Destilado

El perfil obtenido en el destilado nos indica que a $Re=1$ y 414 W de potencia de calefacción, no es posible obtener los tres componentes totalmente separados y con elevada pureza.

Experiencia N° 1

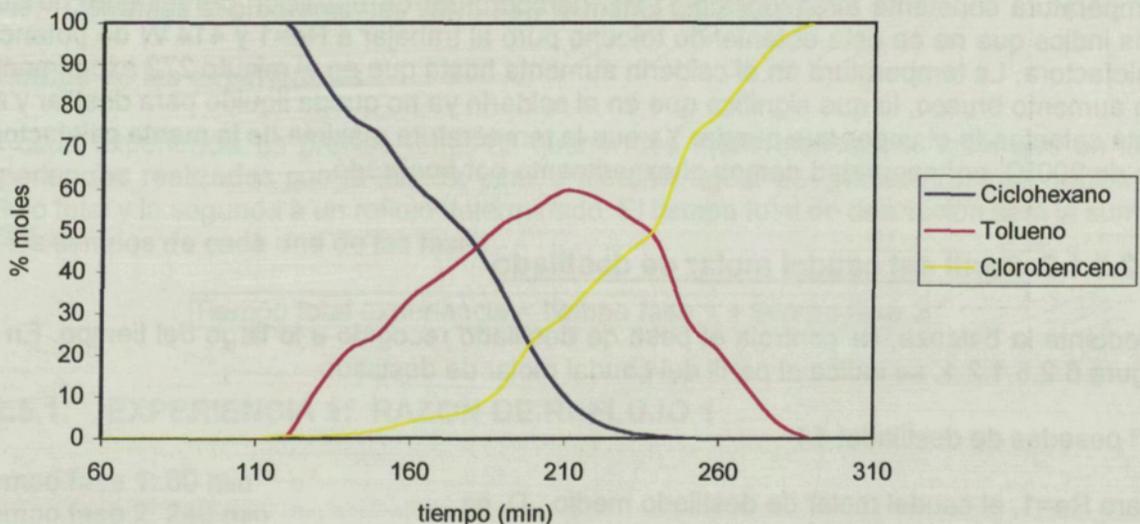


Figura 6.2.5.1.3.1. Perfil de concentraciones en el destilado. Potencia de calefacción 1, $Re = 1$.

Este comportamiento se repetirá a lo largo de todas las experiencias realizadas con esta mezcla ternaria en la planta piloto, tanto a potencia de calefacción 1 (414 W) como a potencia de calefacción 2 (681.3 W). Aunque la mezcla no presenta una separación óptima, tal como nos indicaba la simulación realizada en el apartado 6.1., trataremos de estudiar en qué condiciones presenta mejor separación.

En el destilado (figura 6.2.5.1.3.1.) se obtiene primero ciclohexano puro durante 60 minutos. A continuación la concentración de ciclohexano disminuye y aumenta la del tolueno, presentando un máximo de concentración del 60% en moles en el minuto 210. El clorobenceno aumenta su concentración, pudiéndose obtener al final de la destilación clorobenceno prácticamente puro (98.14% en moles) durante unos 10 minutos.

Los balances de materia nos permiten conocer la cantidad de ciclohexano puro recuperado, así como la cantidad de clorobenceno puro recuperado.

Tabla 6.2.5.1.3.1. Balances de materia a $Re=1$.

	Ciclohexano (moles)	Clorobenceno (moles)
Inicio	19.07	19.07
Destilado	18	2.94
% separación	94.4	15.4

El grado de separación es de 94.4% en moles de ciclohexano puro y 15.4% en moles de clorobenceno puro.

En las tres figuras siguientes se indican los perfiles en los platos 5, 10 y 15 respectivamente. La comparación de estas tres figuras nos permite seguir la evolución de los tres componentes desde la parte más inferior de la columna (plato 15) hasta el plato 5.

• Plato 5

Experiencia N° 1

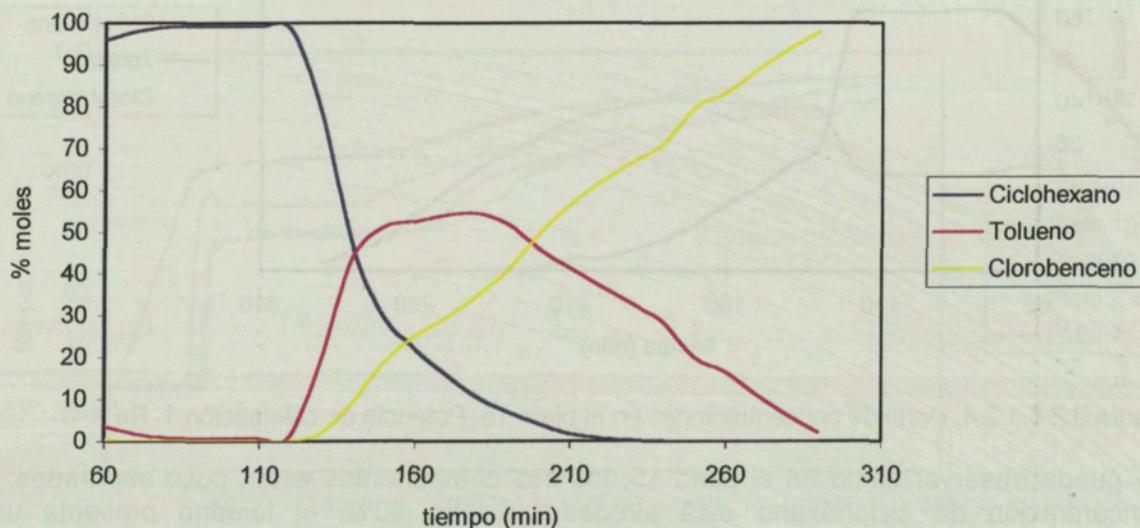


Figura 6.2.5.1.3.2. Perfil de concentraciones en el plato 5. Potencia de calefacción 1, $Re = 1$.

• Plato 10

Experiencia N° 1

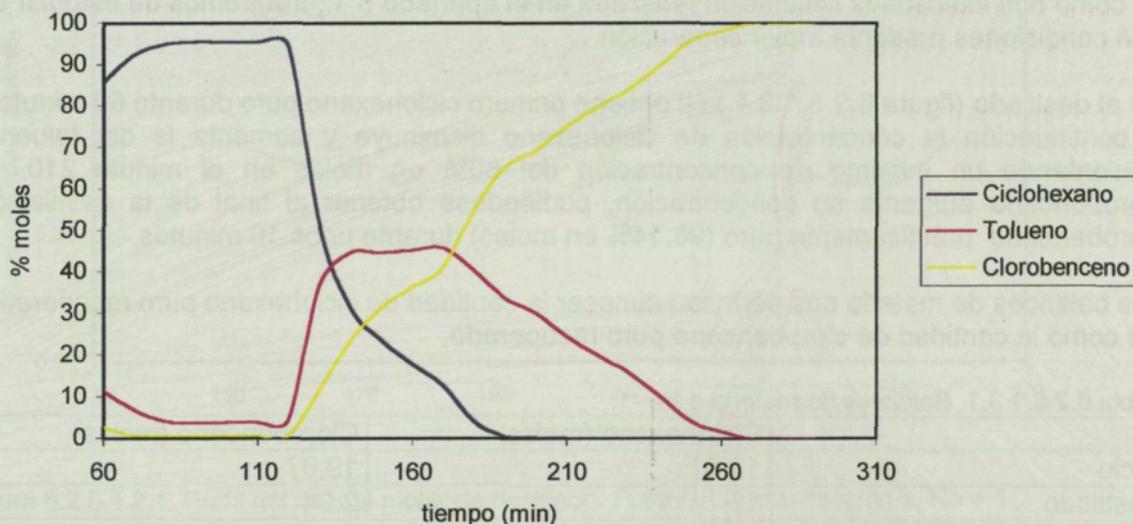


Figura 6.2.5.1.3.3. Perfil de concentraciones en el plato 10. Potencia de calefacción 1, $Re = 1$.

• Plato 15

Experiencia N° 1

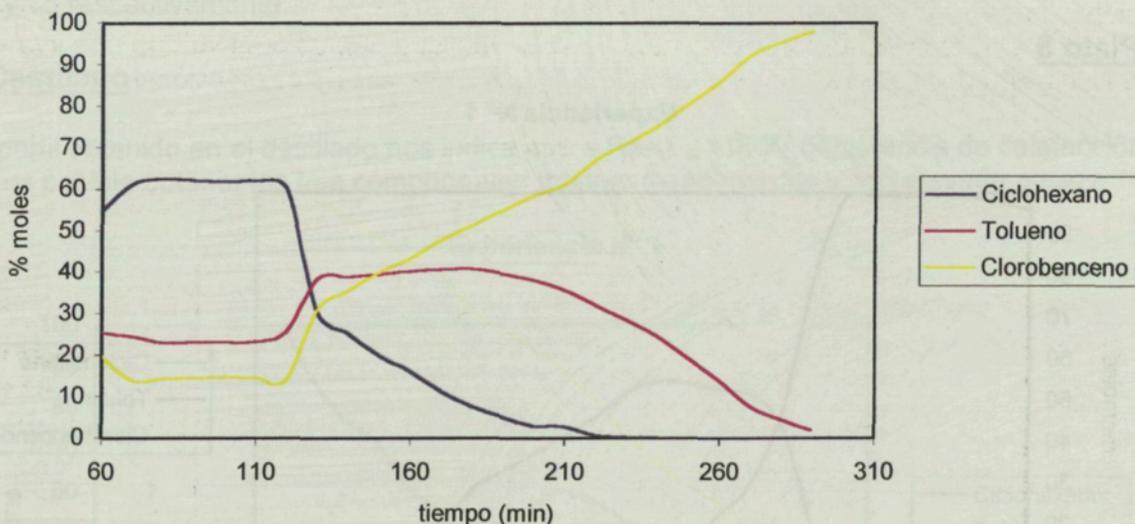


Figura 6.2.5.1.3.4. Perfil de concentraciones en el plato 15. Potencia de calefacción 1, $Re = 1$.

Se puede observar cómo en el plato 15, los tres componentes están poco separados; la concentración de ciclohexano está alrededor de un 60%, el tolueno presenta una concentración baja y el clorobenceno es el único componente que aumenta su concentración, llegando a estar prácticamente puro, al final de la destilación.

Si ahora observamos el perfil en el plato 10, vemos que el ciclohexano ha aumentado considerablemente su concentración ($\approx 95\%$), con lo cual en este plato ya empieza a separarse. El tolueno presenta una composición baja y el clorobenceno tiene un comportamiento parecido al del plato 15.

En el plato 5, se obtiene ciclohexano prácticamente puro ($\approx 99\%$) y la concentración de tolueno aumenta alrededor del 54%. El clorobenceno presenta el mismo comportamiento que en los platos 10 y 15 respectivamente. Si ahora comparamos el plato 5 con el plato 1 (destilado), vemos que no hay grandes cambios, el ciclohexano presenta la misma separación en el destilado que en el plato 5, el tolueno se puede obtener en el destilado algo más concentrado y el clorobenceno se obtiene puro durante más tiempo en el destilado que en los platos inferiores.

6.2.5.2. EXPERIENCIA 2: RAZON DE REFLUJO 1.5

Tiempo fase 1: 60 min

Tiempo fase 2: 260 min

Tiempo total Experiencia Reflujo 1.5: 320 min= 5 horas y 20 minutos

6.2.5.2.1. Perfiles de temperatura

Al aumentar la razón de reflujo a 1.5, el perfil de temperaturas obtenido es similar al de $Re=1$. La zona de reflujo total entre 0 y 60 min es idéntica a la obtenida a $Re=1$, ya que la mezcla en estudio tiene siempre la misma composición y trabajamos con la misma potencia de calefacción. Al poner el reflujo a 1.5, la temperatura en el destilado (plato 1) se mantiene constante alrededor de 80°C , lo que nos indica la obtención de ciclohexano prácticamente puro. Al final de la destilación, la temperatura en el destilado llega a unos 130°C , lo que nos indica que se está obteniendo prácticamente clorobenceno. Esta temperatura sobrepasa ligeramente la temperatura de los platos 5, 10 y 15. Este comportamiento se observa en todas las experiencias realizadas en la planta piloto a potencia de calefacción 1.

Experiencia N° 2

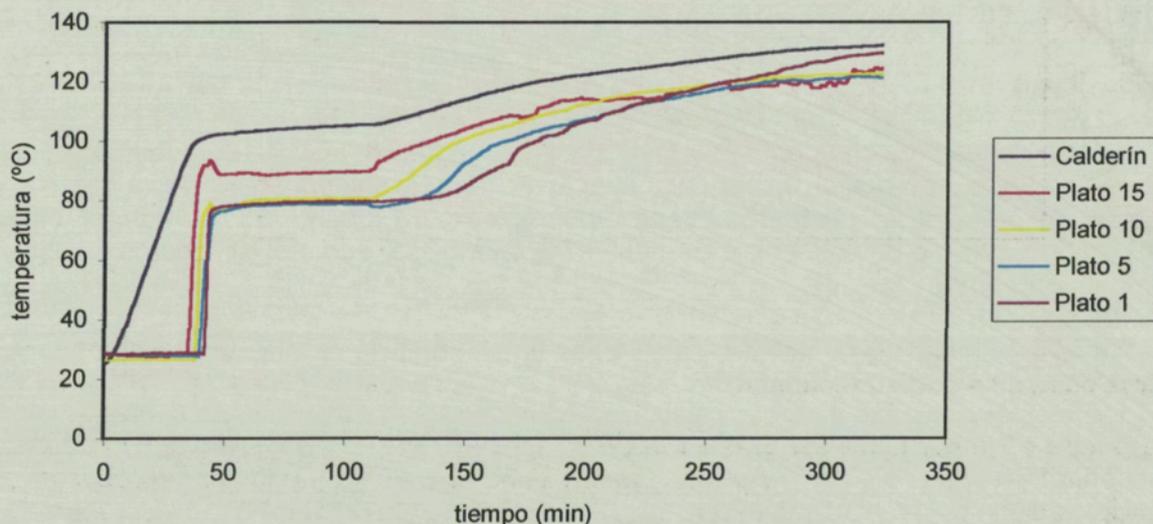


Figura 6.2.5.2.1.1. Perfil de temperatura en cada plato. Potencia de calefacción 1, $Re = 1.5$.

6.2.5.2.2. Perfil del caudal molar de destilado

Al aumentar la razón de reflujo, disminuye el caudal molar de destilado. Para $Re=1.5$, el caudal molar medio de destilado es:

$$D = 0.20 \text{ moles/min}$$

Nº pesadas de destilado: 18

Experiencia Nº 2

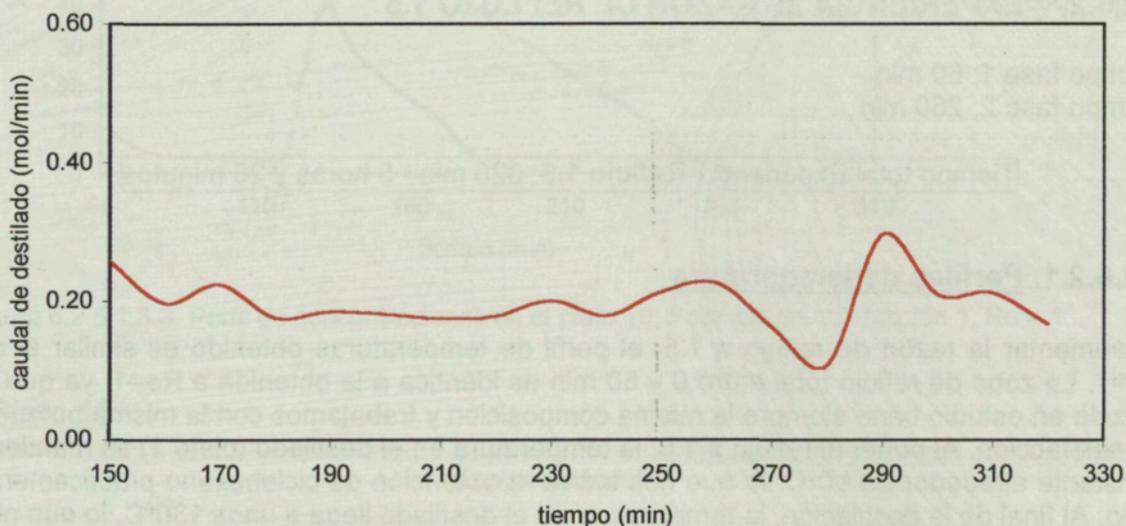


Figura 6.2.5.2.2.1. Perfil de caudal molar de destilado. Potencia de calefacción 1, $Re = 1.5$.

6.2.5.2.3. Perfiles de concentración

Nº muestras analizadas: 108

• Destilado

El perfil de concentraciones obtenido en el destilado (figura 6.2.5.2.3.1.) a $Re=1.5$, permite observar que la separación obtenida respecto a los tres componentes de la mezcla es similar a la obtenida a $Re=1$. Se obtiene ciclohexano puro durante 65 minutos, el tolueno presenta un máximo de concentración del 56.7% en moles y durante 10 minutos se obtiene clorobenceno puro.

Mediante los balances de materia, calculamos la cantidad de ciclohexano y clorobenceno puros que se ha podido recuperar.

Tabla 6.2.5.2.3.1. Balances de materia a $Re=1.5$.

	Ciclohexano (moles)	Clorobenceno (moles)
Inicio	19.07	19.07
Destilado	13	2
% separación	68.2	10.5

El grado de separación es de 68.2% en moles de ciclohexano puro y 10.5% en moles de clorobenceno puro.

Experiencia N° 2

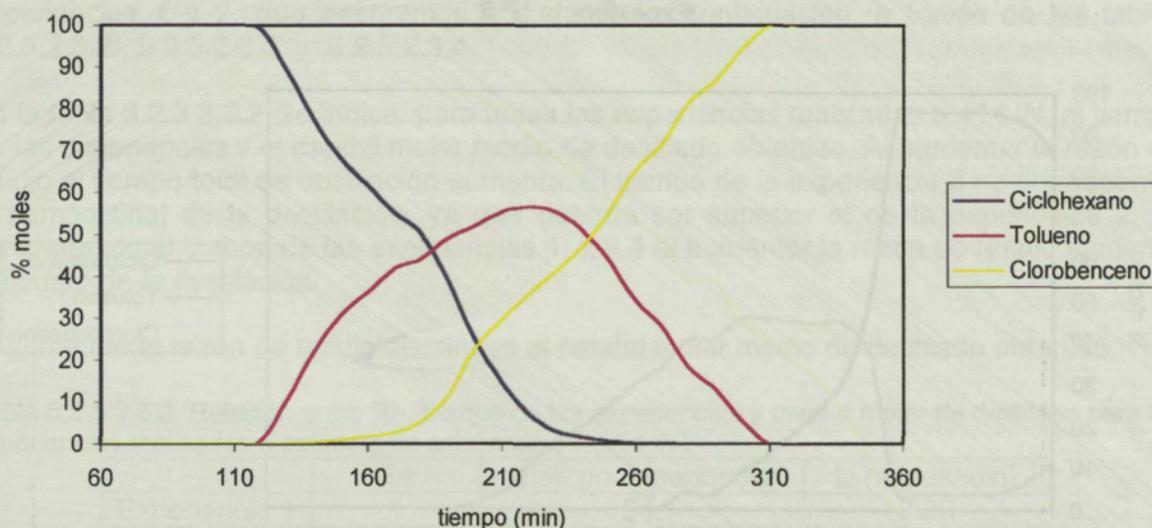


Figura 6.2.5.2.3.1. Perfil de concentraciones en el destilado. Potencia de calefacción 1, $Re = 1.5$.

En las tres figuras siguientes se indican los perfiles de concentración en los platos 5, 10 y 15 respectivamente. Estos perfiles son muy parecidos a los obtenidos a $Re=1$.

En cuanto al ciclohexano, hasta el minuto 125, se puede obtener prácticamente puro en el plato 5. La separación del ciclohexano en el plato 5 y en el destilado es prácticamente la misma. En el plato 10 la concentración de ciclohexano es alrededor del 94% en moles y en el plato 5 es del 60% en moles. En cuanto al tolueno, al pasar del plato 15 al plato 5, va aumentando su concentración, aunque no presenta una separación óptima. El clorobenceno presenta un perfil parecido en los platos 5 y 10, obteniéndose puro al final de la destilación en estos dos platos y también en el calderín.

• **Plato 5**

Experiencia N° 2

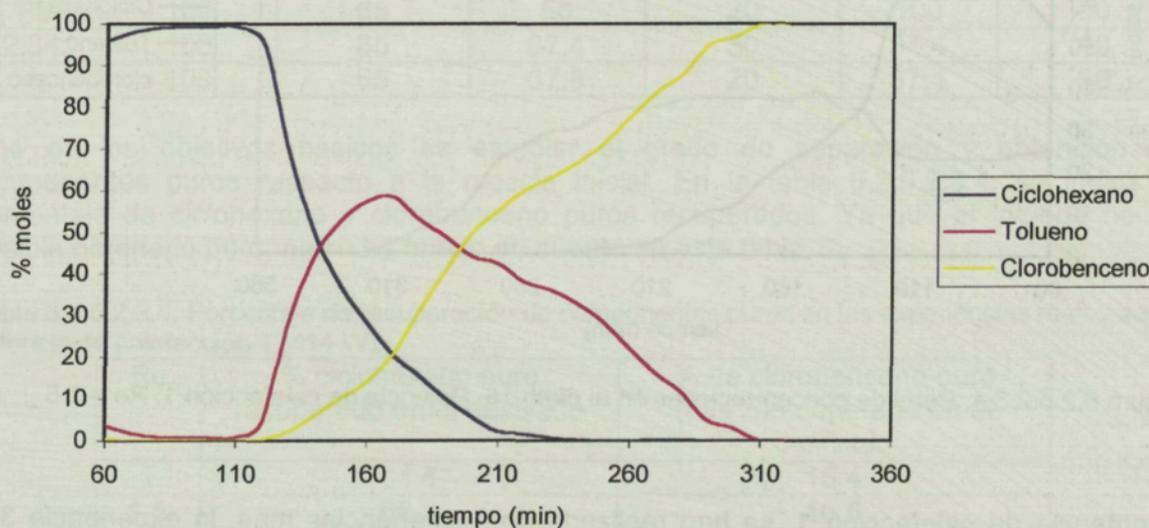


Figura 6.2.5.2.3.2. Perfil de concentraciones en el plato 5. Potencia de calefacción 1, $Re = 1.5$.

• Plato 10

Experiencia N° 2

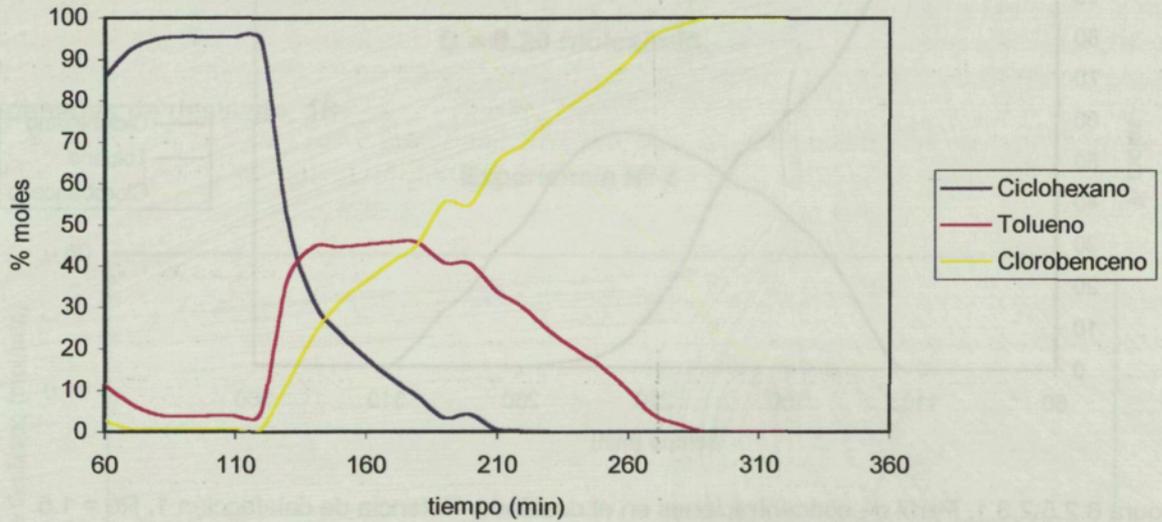


Figura 6.2.5.2.3.3. Perfil de concentraciones en el plato 10. Potencia de calefacción 1, $Re = 1.5$.

• Plato 15

Experiencia N° 2

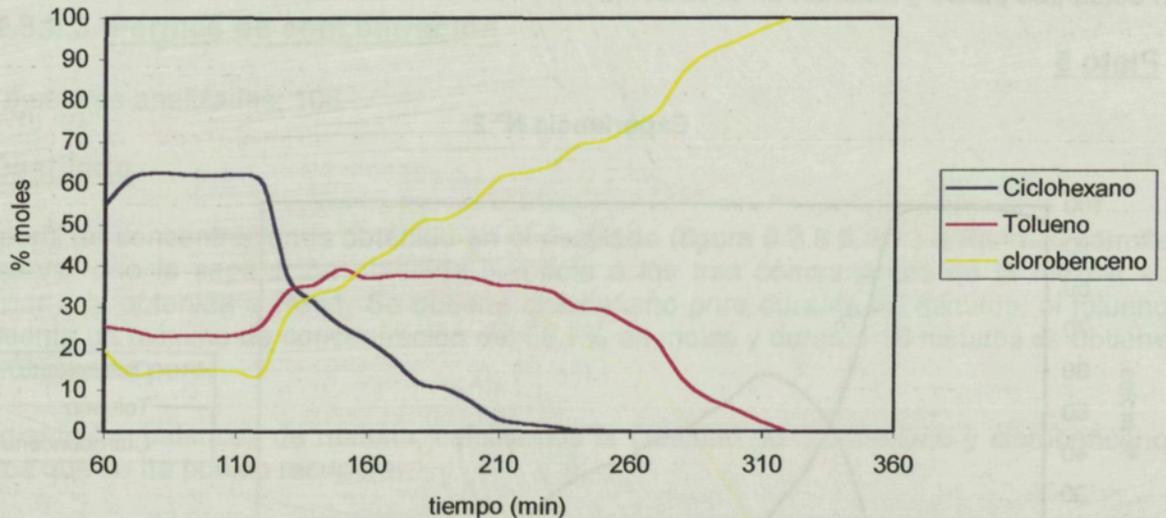


Figura 6.2.5.2.3.4. Perfil de concentraciones en el plato 15. Potencia de calefacción 1, $Re = 1.5$.

A potencia de calefacción 1, se han realizado dos experiencias más, la experiencia 3 a $Re=2.34$ y la experiencia 4 a $Re=4$ con perfiles comparables. Por razones de brevedad no se detallan explícitamente. En estas experiencias también se han elaborado los perfiles de

temperatura, de concentración y de caudal molar de destilado. Los resultados obtenidos a través de estos perfiles presentan ligeras variaciones respecto a los resultados de las experiencias 1 y 2, que pasaremos a comentar a continuación, a través de las tablas 6.2.5.2.3.2., 6.2.5.2.3.3. y 6.2.5.2.3.4.

En la tabla 6.2.5.2.3.2. se indica, para todas las experiencias realizadas a 414 W, el tiempo de las experiencias y el caudal molar medio de destilado obtenido. Al aumentar la razón de reflujo el tiempo total de destilación aumenta. El tiempo de la experiencia 3 no corresponde al tiempo final de la destilación, ya que debería ser superior al de la experiencia 2. Si comparamos el tiempo de las experiencias 1, 2 y 4 al aumentar la razón de reflujo aumenta el tiempo de la destilación.

Al aumentar la razón de reflujo disminuye el caudal molar medio de destilado obtenido.

Tabla 6.2.5.2.3.2. Relación entre Re , tiempo de las experiencias y caudal molar de destilado para las experiencias realizadas a potencia de calefacción 1 (414 W).

	Re	Tiempo experiencia	D (moles/min)
Experiencia 1	1	5 h	0.30
Experiencia 2	1.5	5 h 20 min	0.20
Experiencia 3	2.34	5 h	0.19
Experiencia 4	4	5 h 50 min	0.17

En la tabla 6.2.5.2.3.3. se indica la concentración máxima de cada componente que se puede obtener trabajando a las distintas razones de reflujo. El ciclohexano es el componente que se puede obtener puro durante más tiempo, en todas las experiencias realizadas. El tolueno no se puede obtener puro en ninguna de las experiencias. La concentración máxima que se puede obtener de tolueno es del 67.4% en moles durante 30 minutos, trabajando a $Re=2.34$. La experiencia que permite obtener clorobenceno bastante puro (97.1% en moles) durante más tiempo es la realizada a $Re=4$.

Tabla 6.2.5.2.3.3. Tiempo en el cual se alcanzan concentraciones máximas para los tres componentes de la mezcla, en las experiencias realizadas a potencia de calefacción 1 (414 W).

Re	Ciclohexano		Tolueno		Clorobenceno	
	% moles	Tiempo (min)	% moles	Tiempo (min)	% moles	Tiempo (min)
1	100	60	58.9	10	98.2	10
1.5	100	65	56	20	100	10
2.34	100	65	67.4	30	94.4	10
4	100	65	57.8	20	97.1	60

Uno de los objetivos básicos es estudiar el grado de separación y obtención de componentes puros respecto a la mezcla inicial. En la tabla 6.2.5.2.3.4. se indica el porcentaje de ciclohexano y clorobenceno puros recuperados. Ya que el tolueno no es posible obtenerlo puro, no se ha tenido en cuenta en esta tabla.

Tabla 6.2.5.2.3.4. Porcentaje de recuperación de componentes puros en las experiencias realizadas a potencia de calefacción 1 (414 W).

Re	% ciclohexano puro recuperado en el destilado	% de clorobenceno puro (>94%) recuperado en el destilado
1	94.4	15.4
1.5	68.2	10.5
2.34	64.8	9.4
4	57.9	51.9

Al aumentar la razón de reflujo disminuye el porcentaje de ciclohexano puro recuperado. Por lo tanto, si el objetivo es recuperar ciclohexano, deberíamos trabajar a razón de reflujo de 1.

Si ahora nos fijamos en el clorobenceno, la máxima recuperación de componente puro se obtiene trabajando a $Re=4$.

Los resultados anteriores nos indican que trabajando con una razón de reflujo concreta, no es posible recuperar al máximo, simultáneamente, ciclohexano y clorobenceno puros. Será preciso priorizar los objetivos, bien sea la obtención de ciclohexano puro (experiencia a $Re=1$) o clorobenceno puro (experiencia a $Re=4$).

6.2.5.3. CONCLUSIONES

- Trabajando con una potencia de calefacción de 414 W (potencia 1), el tiempo de estabilización de la columna en todas las experiencias es de 60 minutos (tiempo fase 1).
- La separación de la mezcla ternaria se puede estudiar bien con las razones de reflujo utilizadas (1, 1.5, 2.34 y 4). Experiencias a razones de reflujo superiores alargan demasiado el tiempo de la destilación y con razones de reflujo más pequeñas no se consigue una buena separación.
- La carga inicial en el calderín debe ser de 6 litros y no inferior, ya que sino la destilación es demasiado rápida y no se pueden sacar muestras fiables de la columna.
- La composición ideal de la carga inicial del calderín se estimó en un 0.33 en fracción molar de cada componente. Con esta composición se podían extraer muestras representativas a lo largo de la columna.
- Al aumentar la razón de reflujo aumenta el tiempo en que se obtiene destilado (fase 2) y por lo tanto aumenta el tiempo total de la destilación.
- Al aumentar la razón de reflujo disminuye el caudal molar de destilado obtenido.
- De las 4 experiencias realizadas a 414 W, la de $Re=1$, permite obtener una buena separación en ciclohexano puro (94.4% en moles) pero no en clorobenceno puro (15.4% en moles). La experiencia a $Re=4$, permite recuperar el 51.9% de clorobenceno puro, pero la separación del ciclohexano es ahora del 57.9% en moles, inferior a la obtenida a $Re=1$. En función de cuál sea el objetivo de recuperación trabajaremos en unas condiciones u otras.
- Se han analizado el doble de muestras indicadas en cada experiencia, ya que cada experiencia se ha realizado por duplicado. En total se han analizado unas 856 muestras.
- El valor experimental del tiempo de estabilización (60 min) de la planta piloto se ha utilizado para realizar la simulación de la mezcla ternaria (apartado 6.1.4.).

6.2.6. RESULTADOS EXPERIMENTALES A POTENCIA DE CALEFACCION 2

Después de estudiar la separación de la mezcla ternaria clorobenceno-tolueno-ciclohexano a potencia de calefacción 1 (414 W), se estudia la separación de la misma mezcla a potencia de calefacción de 681.3 W, que la llamaremos potencia de calefacción 2. Se realizan cuatro experiencias a reflujo constante (1. 1.5, 2.34 y 4).

Las mezclas de trabajo serán mezclas equimolares con $X_{\text{ciclohexano}} = X_{\text{tolueno}} = X_{\text{clorobenceno}} = 0.333$ y en cada experiencia se utilizará un volumen de 6 litros. La columna trabajará a presión atmosférica.

En este apartado se presentan los resultados experimentales a la potencia de calefacción 2. Estos resultados incluyen:

- Perfil de temperaturas en el calderín y en los platos 15, 10, 5 y 1. Estos gráficos se realizan con los datos que proporciona el fichero de control de la columna.
- Perfil de concentraciones en los platos 1(destilado), 5, 10 y 15. Se han obtenido analizando las muestras de la columna mediante análisis por cromatografía de gases.
- Perfil de caudal molar de destilado.

• Método operativo

1. Introducimos en el calderín 6 litros de mezcla.
2. Abrimos la válvula del agua de refrigeración y estabilizamos su caudal a 2 l/min.
3. Ponemos en marcha la manta calefactora a potencia 2 (681.3 W).
4. Iniciamos un nuevo fichero en el programa de la columna.
5. Esperamos un tiempo hasta que el vapor llega al primer plato y la columna se estabiliza.
6. Abrimos las llaves de reflujo.
7. Ponemos el reflujo de trabajo (1, 1.5, ...)
8. Sacamos muestras de la columna cada 10 minutos y tomamos los pesos de destilado hasta que la temperatura en el primer plato se aproxime a la de ebullición del clorobenceno.
9. Cerramos el programa, las válvulas y la manta calefactora.

• Tiempo de las experiencias

En cada experiencia es preciso tener en cuenta dos fases distintas, al igual que en las experiencias realizadas con la mezcla ternaria a potencia de 414 W. La primera fase se realiza a reflujo total y la segunda a un reflujo determinado. El tiempo total de destilación será la suma de los tiempos de cada una de las fases.

$$\boxed{\text{Tiempo total experiencia} = \text{tiempo fase 1} + \text{tiempo fase 2}}$$

De las distintas experiencias realizadas a 681.3 W, se indica a continuación la experiencia 5 realizada a $Re = 1$ y la experiencia 8 realizada a $Re = 4$. Se han tomado estas dos experiencias para poder estudiar la mejora en la obtención de tolueno que tiene lugar al aumentar la razón de reflujo y trabajar a 681.3 W. Las experiencias 6 y 7 realizadas a razón de reflujo de 1.5 y 2.34 respectivamente, no se indican explícitamente por brevedad, aunque si se indican los resultados comparativos obtenidos mediante tablas, al final del apartado 6.2.6.2.

6.2.6.1. EXPERIENCIA 5: RAZON DE REFLUJO 1

Tiempo fase 1: 30 min

Tiempo fase 2: 180 min

Tiempo total Experiencia **Reflujo 1**: 210 min =3 horas y 30 minutos

6.2.6.1.1. Perfiles de temperatura

La separación de la mezcla ternaria a 681.3 W (potencia 2) se realiza en menos tiempo que a potencia 1 (414 W). A potencia 1, el tiempo total de destilación era de 300 minutos, con lo que el tiempo total de destilación se reduce un 30% al trabajar a potencia 2.

El perfil de temperaturas a $Re=1$ se indica en la figura 6.2.6.1.1.1. Este perfil es parecido al obtenido a potencia 1 y $Re=1$ (apartado 6.2.5.1.). Los primeros 30 minutos corresponden a la fase a reflujo total, donde el calderín va aumentando casi linealmente su temperatura. En esta fase el aumento de temperatura en los platos es más brusco y se realiza en muy pocos minutos. En la fase 2, a $Re=1$, las temperaturas son constantes durante un tiempo desde el calderín al plato 1 y a continuación aumentan. Al final de la destilación, el calderín aumenta bruscamente su temperatura, momento en el cual ya no queda líquido a destilar en el calderín. El plato 1 (destilado) mantiene su temperatura constante a $80.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ desde el minuto 30 hasta el minuto 80, lo que nos indica que se está obteniendo ciclohexano puro durante 50 minutos. A continuación la temperatura aumenta, lo que nos indica que la mezcla se está empobreciendo en ciclohexano y enriqueciendo en tolueno y clorobenceno. Al final de la destilación, la temperatura del destilado llega alrededor de 130°C , lo que nos indica la presencia de clorobenceno bastante puro.

Al trabajar a potencia 2, el tiempo de estabilización de la columna se ha reducido al 50%, respecto al obtenido al trabajar a potencia 1.

Experiencia N° 5

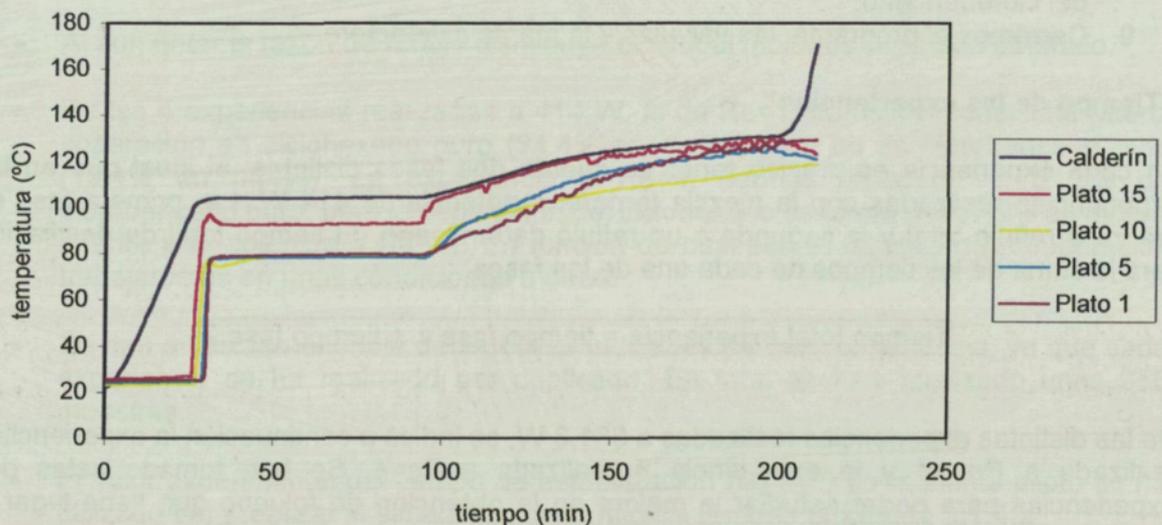


Figura 6.2.6.1.1.1. Perfil de temperatura en cada plato. Potencia de calefacción 2, $Re = 1$.

6.2.6.1.2. Perfil del caudal molar de destilado

Nº pesadas de destilado: 12

Al trabajar a potencia 2 y $Re=1$, el caudal molar medio de destilado obtenido es:

$$D = 0.35 \text{ moles/min}$$

Este caudal es superior al obtenido a potencia 1 y $Re=1$, que era de 0.30 moles/min (apartado 6.2.5.1.2.).

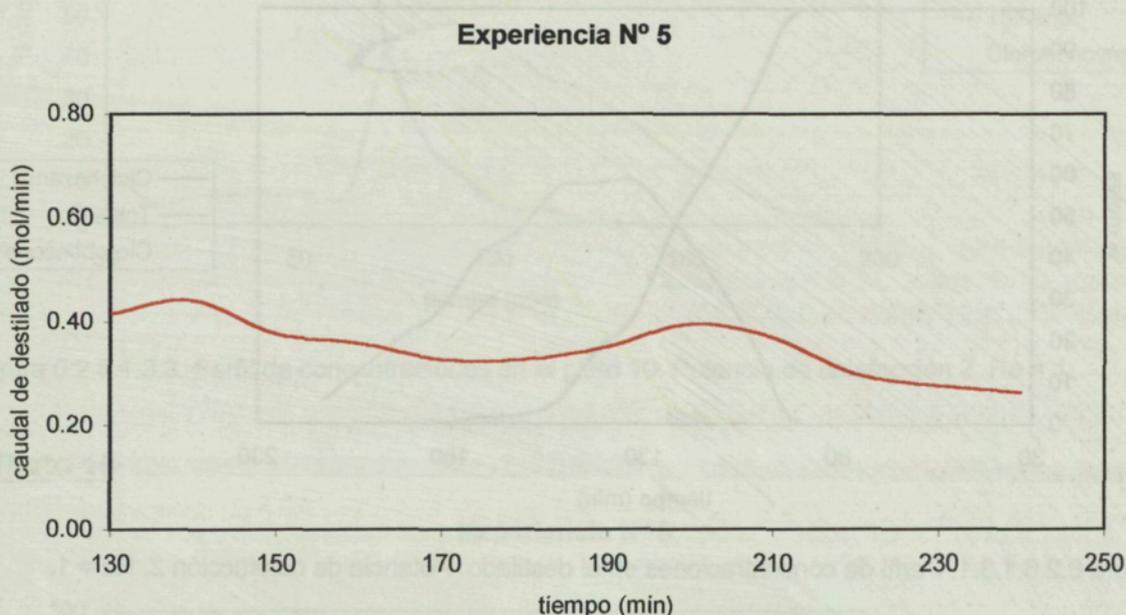


Figura 6.2.6.1.2.1. Perfil del caudal molar de destilado. Potencia de calefacción 2, $Re = 1$.

6.2.6.1.3. Perfiles de concentración

Nº muestras analizadas: 76

• Destilado

En la figura 6.2.6.1.3.1. se indica el perfil de concentraciones en el destilado. Se obtiene ciclohexano puro durante 50 minutos, no siendo posible la obtención de tolueno y clorobenceno puros. La concentración máxima alcanzada por estos dos últimos componentes es de 57.9% en moles de tolueno durante 20 minutos y 86.5% en moles de clorobenceno también durante 20 minutos. Si comparamos estos resultados con los obtenidos a potencia 1, la única diferencia es que a potencia 1 (apartado 6.2.5.1.3.) es posible obtener durante 10 minutos clorobenceno prácticamente puro (98.14% en moles), mientras que a potencia 2 no es posible tal pureza.

Mediante los balances de materia podemos calcular el grado de separación de ciclohexano puro, que se indica en la tabla siguiente. A potencia 1, el ciclohexano puro separado era de 94.4% en moles (apartado 6.2.5.1.3.) ligeramente superior al obtenido a potencia 2.

Tabla 6.2.6.1.3.1. Balances de materia a $Re=1$.

	Ciclohexano (moles)
Inicio	19.07
Destilado	17.6
% separación	92.3

Experiencia N° 5

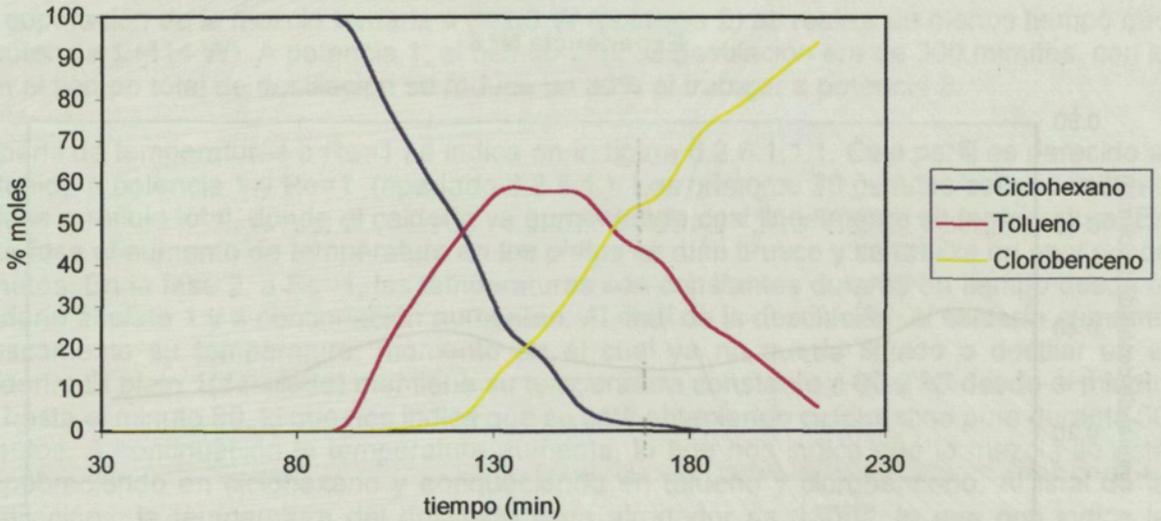


Figura 6.2.6.1.3.1. Perfil de concentraciones en el destilado. Potencia de calefacción 2, $Re = 1$.

En las tres figuras siguientes se indican los perfiles de concentraciones en los platos 5, 10 y 15 respectivamente, que permiten seguir la evolución de los tres componentes a lo largo de la columna y a través del tiempo.

• **Plato 5**

Experiencia N° 5

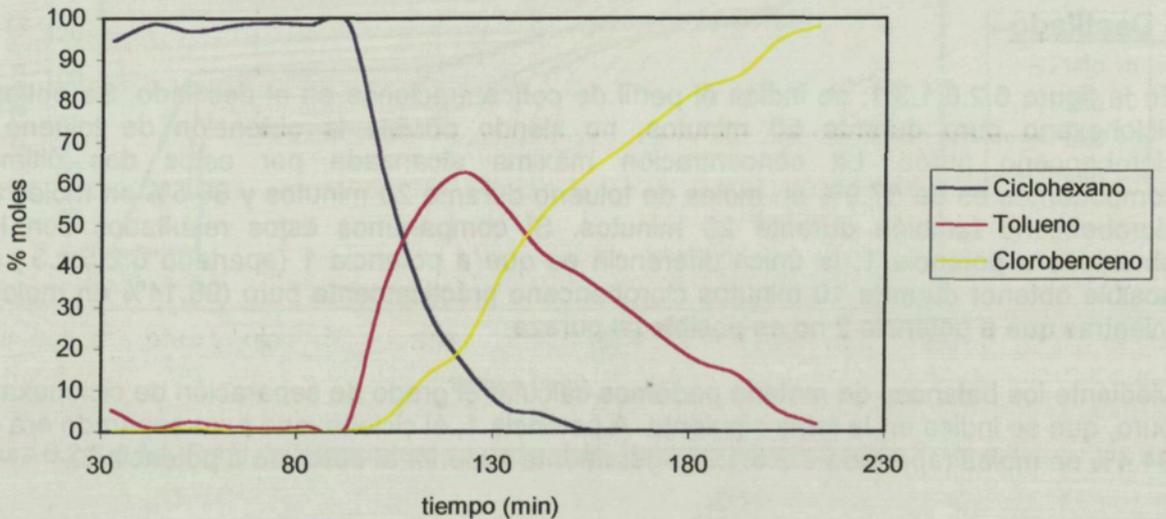


Figura 6.2.6.1.3.2. Perfil de concentraciones en el plato 5. Potencia de calefacción 2, $Re = 1$.

• Plato 10

Experiencia N° 5

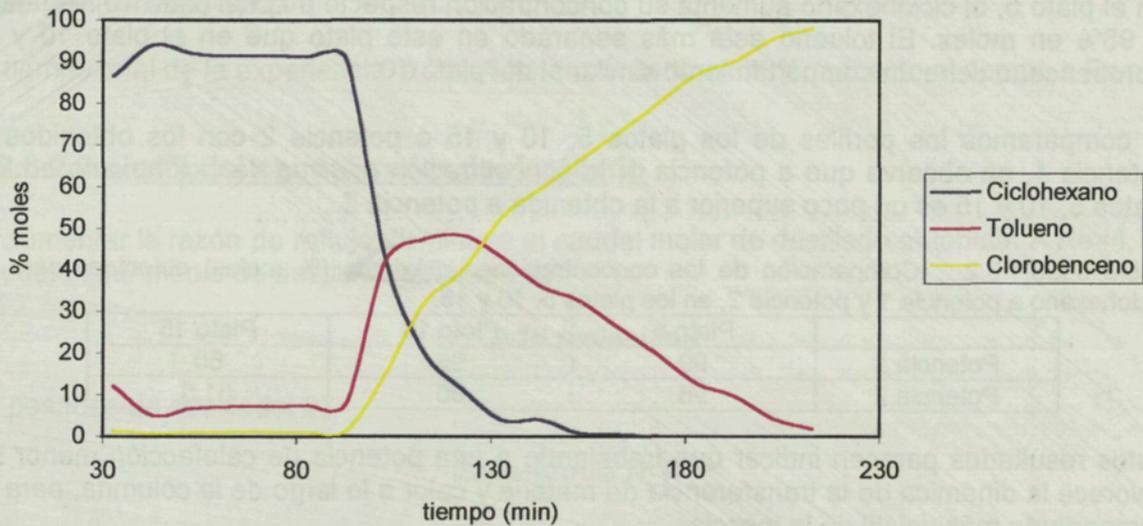


Figura 6.2.6.1.3.3. Perfil de concentraciones en el plato 10. Potencia de calefacción 2, $Re = 1$.

• Plato 15

Experiencia N° 5

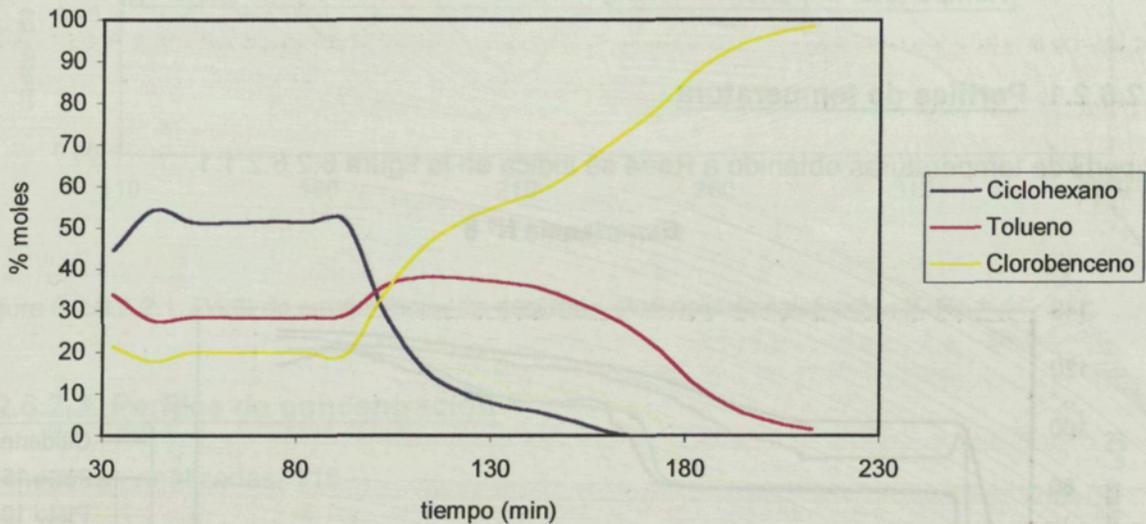


Figura 6.2.6.1.3.4. Perfil de concentraciones en el plato 15. Potencia de calefacción 2, $Re = 1$.

En el plato 15 los tres componentes están poco separados. El ciclohexano alcanza una concentración alrededor del 51.5% en moles durante 60 minutos. El tolueno no se separa, pues su concentración es la misma que tenía inicialmente ($\approx 33\%$ en moles), y el clorobenceno, a partir del minuto 90 aumenta su concentración, llegando al final de la destilación prácticamente puro.

En el plato 10, el ciclohexano tiene una composición alrededor del 90% en moles durante 60 minutos, el tolueno inicia su separación alcanzando un 48% en moles en el minuto 120 y el

clorobenceno empieza con una concentración inferior al 2% en moles y a partir del minuto 110, su concentración va aumentando para llegar prácticamente a componente puro al final de la destilación.

En el plato 5, el ciclohexano aumenta su concentración respecto a la del plato 10, llegando al 98% en moles. El tolueno está más separado en este plato que en el plato 10 y el clorobenceno tiene un comportamiento similar al del plato 10.

Si comparamos los perfiles de los platos 5, 10 y 15 a potencia 2 con los obtenidos a potencia 1, se observa que a potencia 1, la concentración máxima de ciclohexano en los platos 5, 10 y 15 es un poco superior a la obtenida a potencia 2.

Tabla 6.2.6.1.3.2. . Comparación de las concentraciones máximas (% moles) obtenidas para el ciclohexano a potencia 1 y potencia 2, en los platos 5, 10 y 15.

	Plato 5	Plato 10	Plato 15
Potencia 1	99	95	60
Potencia 2	98	90	51.5

Estos resultados parecen indicar que trabajando a una potencia de calefacción menor se favorece la dinámica de la transferencia de materia y calor a lo largo de la columna, para el componente más volátil de la mezcla.

6.2.6.2. EXPERIENCIA 8: RAZON DE REFLUJO 4

Tiempo fase 1: 30 min

Tiempo fase 2: 280 min

Tiempo total Experiencia Reflujo 4: 310 min = 5 horas y 10 minutos

6.2.6.2.1. Perfiles de temperatura

El perfil de temperaturas obtenido a $Re=4$ se indica en la figura 6.2.6.2.1.1.

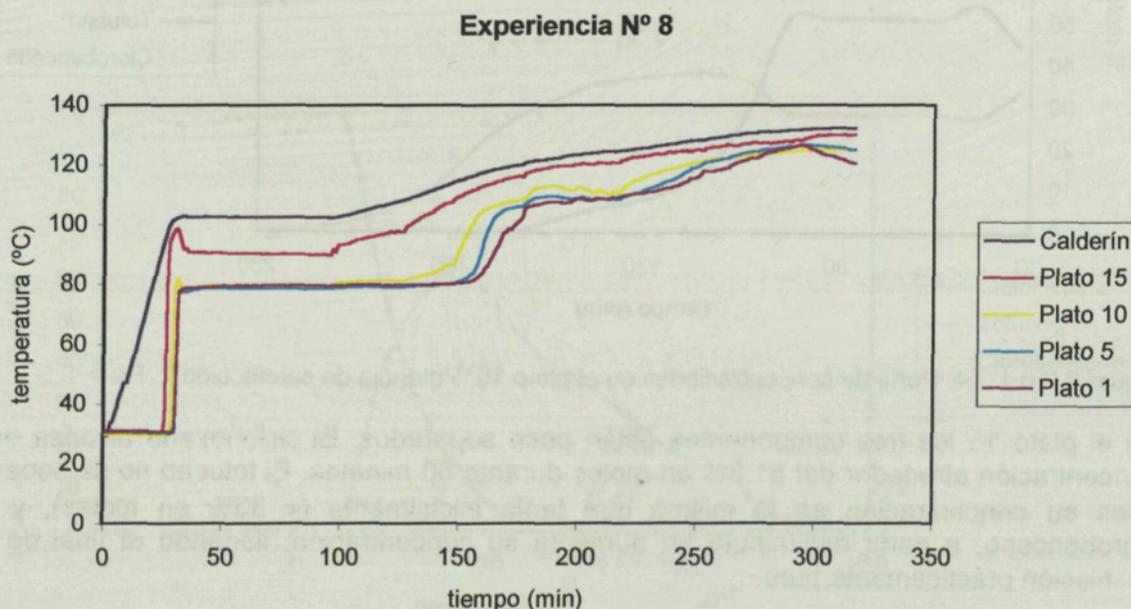


Figura 6.2.6.2.1.1. Perfil de temperatura en cada plato. Potencia de calefacción 2, $Re = 4$.

La fase 1 a reflujo total es igual a la obtenida en la experiencia 5. En la fase 2, la temperatura en el destilado permanece constante alrededor de 80.2°C durante 100 minutos, lo que nos indica la obtención de ciclohexano puro. Este tiempo es superior al obtenido a $Re=1$. Por lo tanto, al aumentar la razón de reflujo aumenta el tiempo durante el cual se obtiene ciclohexano puro.

El tiempo total de la experiencia a $Re=4$ ha aumentado un 48% respecto al tiempo a $Re=1$.

6.2.6.2.2. Perfil del caudal molar de destilado

Al aumentar la razón de reflujo disminuye el caudal molar de destilado obtenido. A $Re=4$, el caudal molar medio de destilado obtenido es:

$$D = 0.19 \text{ moles/min}$$

Nº pesadas de destilado: 23

Experiencia Nº 8

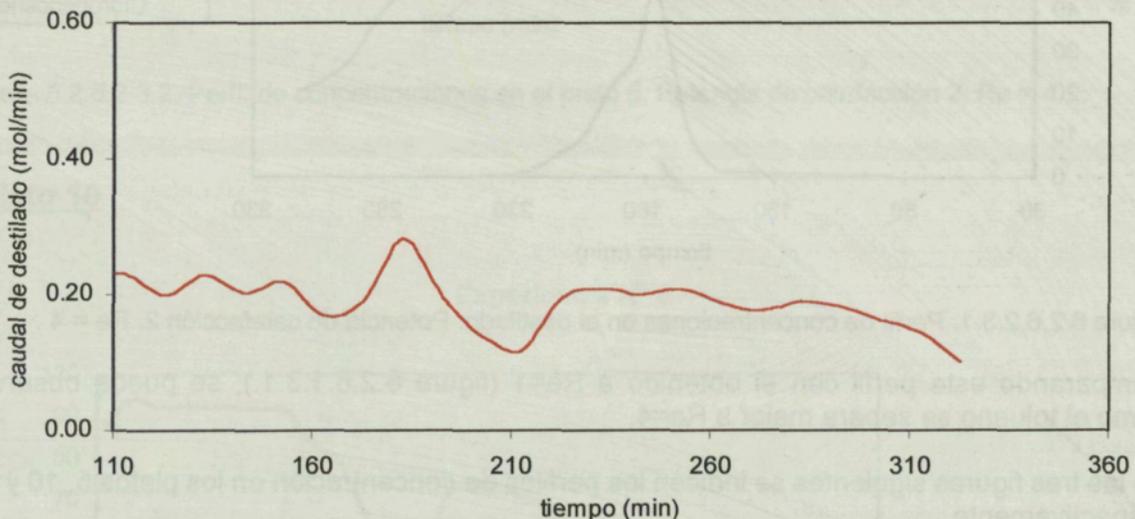


Figura 6.2.6.2.2.1. Perfil de caudal molar de destilado. Potencia de calefacción 2, $Re = 4$.

6.2.6.2.3. Perfiles de concentración

Nº muestras analizadas: 116

• Destilado

De las ocho experiencias realizadas con la mezcla ternaria, la experiencia realizada a potencia de calefacción 2 y $Re=4$ es la que presenta una mejor separación en cuanto a tolueno. En la figura 6.2.6.2.3.1. se indica el perfil de concentraciones obtenido en el destilado para esta razón de reflujo. Se obtiene ciclohexano puro durante 100 minutos, tolueno con una concentración del 93.8% en moles durante 20 minutos y clorobenceno del 91.1% en moles durante 20 minutos también.

El grado de separación del ciclohexano puro es del 99.6% en moles, tal como se indica en la siguiente tabla.

Tabla 6.2.6.2.3.1. Balances de materia a $Re=4$.

	Ciclohexano (moles)
Inicio	19.07
Destilado	19
% separación	99.6

Experiencia N° 8

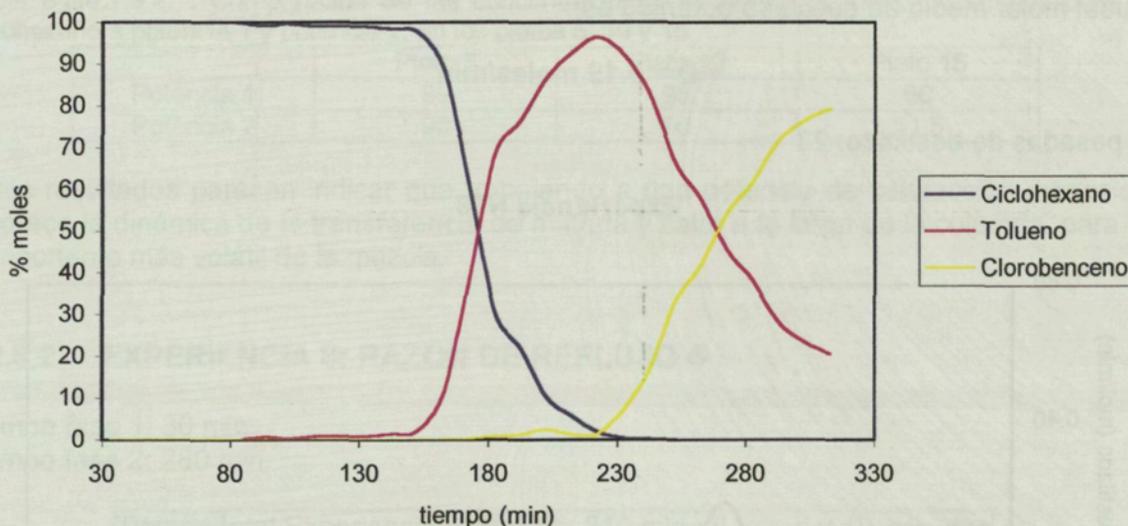


Figura 6.2.6.2.3.1. Perfil de concentraciones en el destilado. Potencia de calefacción 2, $Re = 4$.

Comparando este perfil con el obtenido a $Re=1$ (figura 6.2.6.1.3.1.), se puede observar como el tolueno se separa mejor a $Re=4$.

En las tres figuras siguientes se indican los perfiles de concentración en los platos 5, 10 y 15 respectivamente.

En el plato 5 el ciclohexano presenta una concentración bastante elevada, que en el plato 1 llega al 100% de pureza, durante los 100 primeros minutos de obtención de destilado. El tolueno en el plato 5 alcanza una concentración alrededor del 85% en moles, concentración muy superior a la obtenida en el mismo plato a $Re=1$ (figura 6.2.6.1.3.2.). El clorobenceno se obtiene más concentrado en este plato que en el destilado, al final de la destilación.

En el plato 10 disminuyen las concentraciones de ciclohexano y tolueno obtenidas en el plato 5 y aumenta la concentración de clorobenceno al final de la destilación respecto a la obtenida en el plato 5 y en el destilado.

El plato 15, más próximo al calderín, presenta poca separación respecto al ciclohexano ($\approx 50\%$ en moles). El tolueno presenta la misma concentración que al inicio ($\approx 33\%$ en moles) y el clorobenceno es el único componente que ya en este plato y al final de la destilación se obtiene bastante puro. El comportamiento de este plato 15 es prácticamente idéntico al obtenido al trabajar a $Re=1$ (figura 6.2.6.1.3.4.).