

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DE VALPARAISO
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA



PROYECTO PARA OPTAR AL TITULO DE INGENIERO CIVIL
QUIMICO

**“DISEÑO DE UNA COLUMNA DE
DESTILACIÓN PARA RECUPERACIÓN DE UNA
SUSTANCIA TERMOSENSIBLE”**

(Programa doble titulación en Politécnico de Torino, Italia)

Alejandra Montoya Mistretta

Profesor Guía:
Bernardo Ruggeri

2012

RESUMEN

El presente proyecto de tesis, realizado en el Politécnico de Torino durante el programa de doble titulación que existe con la Universidad Católica de Valparaíso, consiste en el mejoramiento del diseño de una columna de destilación para obtener un compuesto de mayor pureza. Este trabajo guiado por el profesor Bernardo Ruggeri, se realizó para una empresa italiana, con la cual se firmó un acuerdo de confidencialidad en donde se precisó no dar a conocer el nombre del compuesto en cuestión ni datos del diseño anterior. Solo se facilitó una tabla de propiedades y ciertas características relevantes al momento de la elección de los parámetros para realizar el diseño del equipo.

El compuesto a separar, denominado “compuesto S.O”, es una sustancia orgánica extremadamente termo-sensible a temperaturas menores de 70°C y superiores de 120°C y en contacto con el oxígeno del aire se produce su degradación, dos características importantes al momento de fijar la temperatura y la presión de trabajo de la columna.

Se calculó el diseño de un equipo discontinuo para una alimentación de 1[m³] de mezcla líquida compuesta por un 50% de agua y 50% de S.O e impurezas (principalmente nitrobenceno), en un rango aproximado de 95% y 5% respectivamente. Es necesario un destilado puro con una composición 99.9%. Debido a la termosensibilidad del compuesto fue necesario realizar la destilación bajo vacío variando entre 10 y 2 [mmHg] tal como lo sugirió la empresa. Las temperaturas de trabajo en la columna se seleccionaron de acuerdo al rango de sensibilidad térmica del compuesto S.O, así, para el tope de la columna se escogió una temperatura de 80°C y para el fondo de la misma 115°C.

Los distintos cálculos fueron realizados de acuerdo a fórmulas y gráficos obtenidos desde el manual “Gauze structured packing “de la empresa KOCH-GLITSCH. Desde estos datos se procedió a seleccionar un relleno estructural tipo BX ideal para aplicaciones a bajas presiones.

Finalmente, después de haber realizado los cálculos necesarios, se diseñó una columna de destilación batch, con 70 [mm] de diámetro, 2 [m] de altura y una altura equivalente de plato teórico de 135 [mm]. El condensador, de 0.189 [m²], enfría el compuesto S.O utilizando un flujo de agua igual a 133.04 [Kg/hr] para lo que necesitará una potencia térmica de 2780.2 [KJ/hr]. La bomba para la creación del vacío se escogió para un flujo de bombeo de 1,7 [m³/hr], de acuerdo al catálogo 2010 "Technology for vacuum system" de Vacuumbrand.

Con estos datos, se ha obtenido una mejora en la pureza del compuesto destilado lo que se traduce, llevando los datos a escala real, en ganancias aumentadas en un 25% respecto al diseño anterior.

INDICE GENERAL

RESUMEN	II
INDICE GENERAL	III
INDICE DE FIGURAS	VI
INDICE DE TABLAS	VII
OBJETIVO	1
INTRODUCCIÓN	1

CAPÍTULO I: ASPECTOS TEÓRICOS

1.1 Generalidades sobre la teoría de la destilación	2
1.1.1 Concepto de etapa de equilibrio.....	3
1.1.1.1 Equilibrio líquido-vapor	4
1.2 Clasificaciones de los distintos tipos de destilación	7
1.2.1 Destilación Continua.....	8
1.2.2 Destilación Batch.....	8
1.2.2.1 Proceso de destilación Batch	10
1.3 Medios de contacto entre fases	14
1.3.1 Columnas de relleno	16
1.3.1.1 Rellenos ordenados o al azar:	16
1.3.1.2 Relleno estructurado:	17
1.3.2 Elección entre platos o rellenos	18
1.4 Altura equivalente del estadio teórico, HETP	20

1.5 Destilación a vacío.....	21
1.5.1 Equipos para la producción del vacío	23
1.5.2 Directiva ATEX 95 (Ex).....	24

CAPÍTULO II: DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

2.1 Presentación del problema	26
2.2 Descripción del proceso.....	26
2.3 Características de los compuestos involucrados	27
2.3.1 Sustancia Orgánica	27
2.3.2 Nitrobenzeno.....	28

CAPÍTULO III: DISEÑO DEL EQUIPO

3.1 Balance de masa.....	32
3.2 Relación de reflujo mínimo	34
3.3 Número de etapas de la columna (Nm)	39
3.4 Cálculo del diámetro de la columna	40
3.4.1 Cálculo de la densidad del vapor	41
3.4.2 Cálculo del “packing factor”	46
3.5 Diseño del condensador	53
3.5.1 Diferencia de temperatura media logarítmica.....	53
3.5.2 Cálculo del agua requerida en el condensador:	57
3.5.3 Cálculo de la potencia necesaria para calentar el agua de enfriamiento.....	58
3.6 Elección de la bomba de vacío	59
3.6.1 Factor de “pump down”	59
3.6.2 Tiempo de “pump down”	62

CAPÍTULO IV: SISTEMA DE CONTROL

4.1 Aspectos Teóricos	63
4.2 Sistemas de control	65
4.2.1 Sistema de Inyección de Nitrógeno	65
4.2.2 Sistema de enfriamiento con calefacción eléctrica	65
4.2.3 Sistema para la formación del vacío	68
CONCLUSIÓN.....	72
BIBLIOGRAFÍA	73

ANEXOS:

ANEXO A-1: DIRECTIVA ATEX 94/9/CE.....	78
1.1 Objetivos de la directiva ATEX 94/9/CE.	78
1.2 Obligaciones para el fabricante.....	81
1.3 Definiciones de la Directiva ATEX.....	81
1.4 Grupo y categoría de un aparato	82
1.4.1 Grupo I.....	82
1.4.2 Grupo II.....	83
1.5 Las zonas.....	84
ANEXO B-1: CATALOG GAUZE STRUCTURED PACKING KOCH-GLITSCH	86

INDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Diagrama de equilibrio líquido-vapor	6
Figura 1.2 Diagrama de la volatilidad relativa en función del equilibrio líquido-vapor.	7
Figura 1.3 Tipos de destilación.....	8
Figura 1.4 Destilación simple batch	11
Figura 1.5 Ejemplos de rellenos comerciales.	16
Figura 1.6 Relleno estructural tipo metal gauze packing BX.....	17
Figura 1.7 Gráfico de la caída de presión en columnas empacadas	19
Figura 1.8 Bomba rotatoria a paleta.....	24
Figura 2.1 Circuito general del equipo completo	30
Figura 3.1 Gráfico del número de etapas teóricas/metro en función del packing factor ...	44
Figura 3.2 Gráfico del HETP en función del packing factor, F_s	45
Figura 3.3 Gráfico de la caída de presión en función del F_s	46
Figura 3.4 Gráfico de la caída de presión de la columna en función de su longitud	52
Figura 3.5 Diagrama de temperatura a lo largo del intercambiador de calor	54
Figura 3.6 Gráfico del factor de “pump down” en función de la presión absoluta	59
Figura 4.1 Circuito del sistema general	66
Figura 4.2 Circuito de inyección de nitrógeno	68
Figura 4.3 Circuito de enfriamiento con calentamiento eléctrico.....	69
Figura 4.4 Circuito del sistema de creación del vacío con calentamiento	70
ANEXO A-1	
Figura 1.1 Ejemplo de etiqueta de identificación norma ATEX	73
Figura 1.2 Clasificación de zonas en ambiente explosivo gaseoso	79
Figura 1.3 Clasificación de zonas en ambiente explosivo polvoriento.....	79

INDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Datos fisico-químicos del nitrobenzeno.	29
Tabla 2.2 Propiedades del compuesto orgánico termosensible a distintas temperaturas.....	31
Tabla 3.1 Masa molecular de los compuestos involucrados en la destilación batch	42
Tabla 3.2 Calor y velocidad másica a distintos diámetros de columna para un Fs de 1,2.....	47
Tabla 3.3 Calor y velocidad másica a distintos diámetros de columna para un Fs de 1,4.....	48
Tabla 3.4 Calor y velocidad másica a distintos diámetros de columna para un Fs de 1,6.....	49
Tabla 3.5 Distintos valores de altura de la columna a los diversos Fs.	50
Tabla 3.6 Pérdida de carga a lo largo de la columna a distintos Fs	51
Tabla 3.7 Coeficiente global de intercambio para sustancias orgánicas.....	55

OBJETIVO

Diseñar una columna de destilación en funcionamiento discontinuo, con el fin de purificar una sustancia orgánica termo-sensible de alta pureza para uso industrial, utilizando rellenos estructurales como medio de contacto entre las fases. La separación debe ser conducida a vacío para proteger al compuesto en cuestión.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad existen casos donde es fundamental obtener compuestos de alta pureza para elaborar productos con una elevada calidad, la industria involucrada en la realización de estos productos corresponde a la industria química fina.

La destilación batch es una importante operación unitaria de tipo discontinuo utilizada en este tipo de industrias, donde se trabaja con pequeños volúmenes de una gran diversidad de productos químicos que tienen un gran valor agregado, pero que, en función de la demanda del mercado pueden tener una corta vida. Esta manera de trabajar, hace que la destilación batch pueda operar con una mayor flexibilidad en relación a otros procesos similares. De esta manera, es capaz de separar variados tipos de mezclas de forma veloz y óptima. Otra ventaja de este tipo de destilación es que, debido a las características del proceso, puede hacer frente a la fluctuación de mercado o cambios imprevistos de demanda, que generalmente es una característica de tales productos.

A menudo, en este tipo de industria es necesario trabajar con compuestos sensibles a diversos factores, como por ejemplo, presión, temperatura, pH, entre otros. Cuando los compuestos son termo-sensibles es necesario trabajar bajo vacío, donde se podrá obtener un ahorro del costo por calentamiento, una disminución de la temperatura de ebullición de los compuestos, y, debido al bajo tiempo de residencia que se obtiene en la destilación discontinua, se reduce al mínimo la degradación de los productos sensibles.

CAPITULO I

1 ASPECTOS TEORICOS

En el presente capitulo se encuentra una recopilación de la información teórica de los procesos involucrados en este informe, explicando características y funcionamiento del proceso de destilación, los parámetros que la caracterizan, identificando los distintos tipos de medios de contacto que se utilizan. Se enfatiza en la destilación discontinua, ya que es la modalidad requerida para desarrollar el problema propuesto.

Posteriormente se explican características y uso de procesos desarrollados bajo vacío y el porqué de su uso en este caso específico junto a la norma utilizada en la Unión Europea para su regulación.

1.1 Generalidades sobre la teoría de la destilación

La destilación es una operación unitaria que se caracteriza por ser una de las operaciones de transferencia de masa más común y preferida en el ámbito industrial.

Consiste en la separación de dos o más componentes de una mezcla líquida, solubles entre sí, aprovechando la diferencia de volatilidad de los componentes que la forman. Esto puede ser realizado seleccionando la temperatura o la presión de trabajo del sistema, de manera que la fase líquida y la fase de vapor tendrán distintas concentraciones relativas. En la mayoría de los casos, donde la diferencia de volatilidad es grande, es posible obtener un producto de gran pureza y no será necesario aplicar posteriores transformaciones de esta una vez obtenida.

Debido a que el vapor es químicamente similar al líquido, el cambio en la composición resultante de la distribución de las dos fases no es muy grande, en algunos casos esta diferencia es muy pequeña, esto hace que el proceso sea impracticable. Es por esto que la diferencia de volatilidad entre los componentes es importante, cuanto mayor sea esta desigualdad, mayor será la diferencia entre las composiciones del líquido y del vapor generado, y la fracción vaporizada estará compuesta principalmente por los componentes de mayor volatilidad de la mezcla original, este flujo es llamado destilado, mientras que la nueva fase líquida estará compuesta por los componentes más pesados.

La nueva fase obtenida (vapor) se distingue de la original por su contenido calórico, donde el incremento o eliminación de este valor comprende algunas dificultades por lo que es importante, al momento del diseño, considerar el costo de estos procesos.

Económicamente, para que la operación de separación sea rentable, es indispensable que la volatilidad relativa de los componentes a separar sea distinta de la unidad y entre más elevado el valor, mayor será la pureza del destilado obtenido.

1.1.1 Concepto de etapa de equilibrio

Realizar un modelo matemático de los procesos de transferencia de masa y de energía en una columna de destilación real se torna demasiado complicado debido a las diversas variables a considerar. Esto es superado asumiendo el concepto de etapa de equilibrio, donde, por definición, el flujo de vapor y de líquido que salen de esta supuesta etapa se encuentran en completo equilibrio termodinámico entre sí, haciendo posible la utilización de modelos termodinámicos para relacionar las concentraciones de los flujos en equilibrio. De esta forma, se realiza el diseño de una columna teórica compuesta por etapas de equilibrio en lugar del verdadero medio de contacto (platos de contacto o algún tipo de relleno), con el fin de simplificar el cálculo de la columna real.

1.1.1.1 Equilibrio líquido-vapor

Para simplificar este concepto, se considera una mezcla líquida de dos componentes A y B, los cuales, en una situación ideal, al equilibrio son perfectamente solubles entre sí. El componente A tiene un valor de volatilidad mayor que el componente B. A una cierta temperatura T, considerando los componentes por separado, la presión de vapor (P_i^v) tendrá el siguiente comportamiento:

$$P_A^v > P_B^v \quad (1.1)$$

Si en vez de considerar cada componente por separado se analiza la mezcla, resulta una presión de vapor saturada relativa a los dos componentes A y B, obtenida según la ley de Raoult para una solución ideal:

$$P_i = x_i \cdot P_i^v \quad (1.2)$$

Donde i corresponde a los compuestos A y B de la mezcla binaria.

- x_i : Concentraciones de cada componente en la fase líquida.
- P_i : Presiones parciales de los componentes A y B
- P_i^v : Tensión de vapor del componente en cuestión.

Desde esta ley, para el sistema binario expuesto anteriormente, la presión de vapor de la mezcla corresponde a la suma de las presiones de vapor saturado relativo a los componentes:

$$P = x_A \cdot P_A^v + x_B \cdot P_B^v = x_A \cdot P_A^v + (1 - x_A) \cdot P_B^v \quad (1.3)$$

Según la definición misma de presión parcial en una mezcla gaseosa donde la fase de vapor se encuentra en equilibrio con la fase líquida, es posible calcular las fracciones molares de las fases de vapor (y_A, y_B).

$$y_A = \frac{P_A}{P} = \frac{x_A \cdot P_A^v}{P} \quad (1.4)$$

$$y_B = \frac{P_B}{P} = \frac{x_B \cdot P_B^v}{P} \quad (1.5)$$

$$y_B = 1 - y_A = \frac{P_B}{P} = \frac{(1 - x_A) \cdot P_B^v}{P} \quad (1.6)$$

Introduciendo la constante de equilibrio K_i , definida según la siguiente ecuación:

$$K_i = \frac{P_i^v}{P} \quad (1.7)$$

Las respectivas fracciones de vapor se transforman en:

$$y_A = K_A \cdot x_A \quad (1.8)$$

$$y_B = K_B \cdot x_B \quad (1.9)$$

El valor de la constante de equilibrio, K_i , es una medida de la tendencia de los componentes a la vaporización, que en este caso es expresada en función de la composición. Si el valor de este parámetro es alto, el componente en cuestión tiende a concentrarse en el vapor, al contrario, si es bajo tiende a concentrarse en el líquido. Si es igual a la unidad, el componente se divide entre el líquido y el vapor en partes iguales.

Un parámetro que se relaciona con la capacidad de separación de los componentes de la mezcla a destilar es la volatilidad relativa la cuál es definida como la relación entre el valor de K_i del componente más volátil y K_i del menos volátil, es decir, según los compuestos A y B analizados anteriormente:

$$\alpha_{AB} = \frac{K_A}{K_B} \quad (1.10)$$

La volatilidad, expresada como α_{AB} en la ecuación (1.10), es un índice de separabilidad de los componentes de la mezcla. El valor de α se mantiene siempre mayor a la unidad para sistemas de comportamiento regular, y aumenta a medida que los componentes son separables. En

cambio, en sistemas reales con comportamiento irregular (posiblemente debido a presencia de un azeótropo) α asume valores tanto mayores o menores a la unidad.

Para un sistema binario, donde $y_B=1-y_A$; $x_B=1-x_A$, la volatilidad relativa de la mezcla es expresada como:

$$\alpha_{AB} = \frac{K_A}{K_B} = \frac{y_A(1-x_A)}{x_A(1-y_A)} \quad (1.11)$$

Cuando la volatilidad es aproximadamente constante en función de la temperatura (componentes con punto de ebullición cercanos), la ecuación (1.11) se puede expresar de la siguiente forma:

$$y_A = \frac{\alpha x_A}{1 + (\alpha - 1)x_A} \quad (1.12)$$

Esta ecuación (1.12) expresa la fracción molar del componente más volátil (A) en la fase de vapor en función de su fracción molar en fase líquida y de la volatilidad relativa. Esta relación se refleja generalmente en un diagrama de equilibrio x-y.

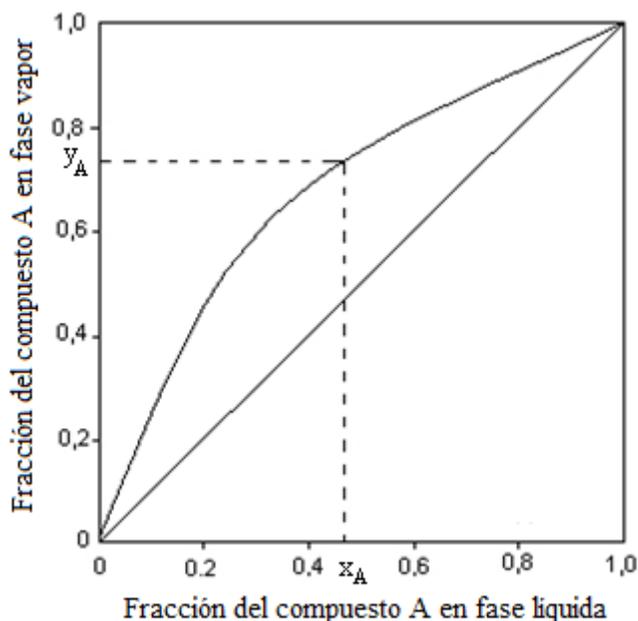


Figura 1.1 Diagrama de equilibrio líquido-vapor

En la Figura 1.1, el eje X e Y representan el comportamiento de la fracción del componente volátil en el líquido y en el vapor al equilibrio respectivamente. La diagonal en 45° representa los puntos donde la composición del vapor y del líquido tienen igual valor. Existen métodos, como el método de McCabe Thiele, que utilizan este gráfico para determinar el número de etapas de equilibrio que debe tener la columna para que se produzca la separación.

El gráfico siguiente (Figura 1.2) muestra el comportamiento de la volatilidad relativa en función del componente más volátil en el líquido y en el vapor. Se deduce que a medida que la volatilidad aumenta el enriquecimiento del componente más volátil en la fase de vapor es mayor. De lo contrario, si el valor de la volatilidad es bajo, el número de etapas necesarias para lograr la separación requerida será muy alto, ya que la capacidad de separación disminuye y el tiempo en lograr el destilado requerido aumentará.

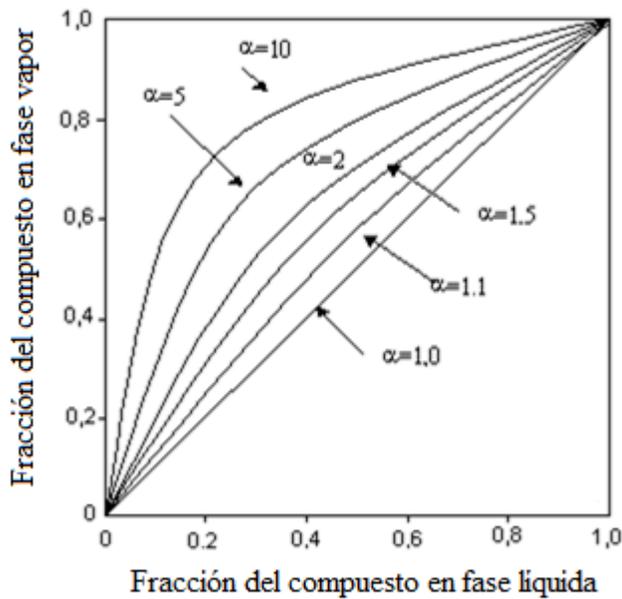


Figura 1.2 Diagrama de la volatilidad relativa en función del equilibrio líquido-vapor.

1.2 Clasificaciones de los distintos tipos de destilación

Una manera de clasificar los distintos tipos de destilación es mediante la forma de funcionamiento de la columna, es decir, actividad continua o discontinua, como se observa en la Figura 1.3.

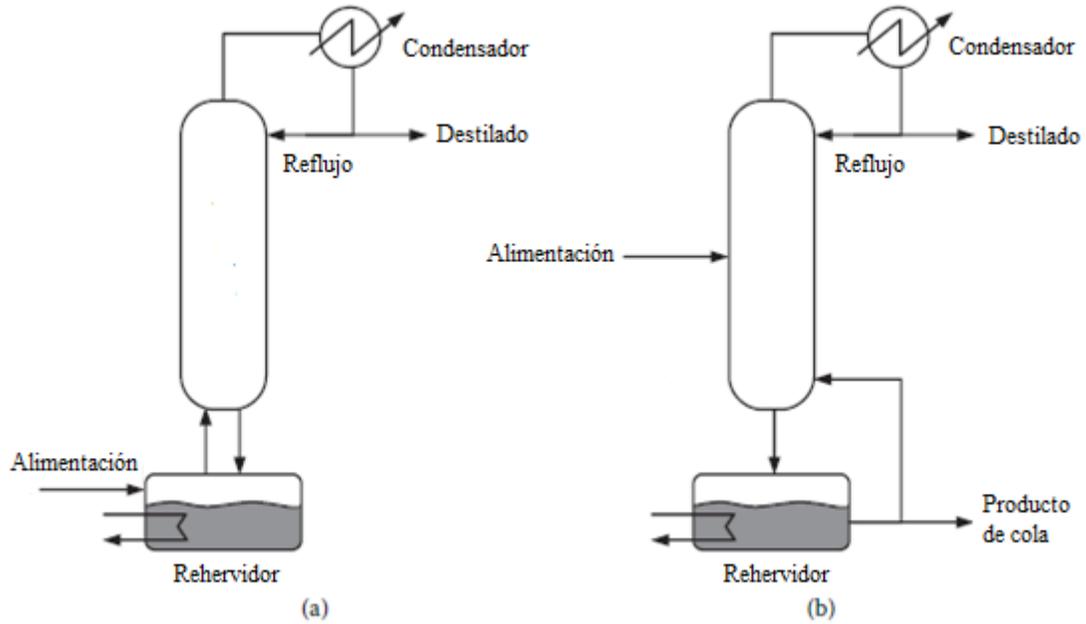


Figura 1.3 Tipos de destilación: a) Destilación batch, b) Destilación continua.

1.2.1 Destilación Continua

La destilación continua, también llamada fraccionada, se basa en una alimentación controlada y continua de la mezcla a separar. Una vez que la mezcla entra en la columna se produce la separación continua de los componentes, la fracción ligera sale por la parte superior de la columna y la fracción pesada deja la columna por el fondo.

En este tipo de destilación, la composición de los productos a ser separados permanece constante en cada sección de la columna, motivo por el cual se utiliza una corriente llamada reflujo, que es una recirculación del líquido extraído desde el tope. Aprovechando la evaporación y la condensación sucesiva en la extracción, se obtienen los productos destilados con características definidas previamente en el diseño del equipo.

1.2.2 Destilación Batch

Este tipo de destilación es de lejos la forma más antigua utilizada para lograr la separación de una mezcla de compuestos. Su uso ha aumentado en los últimos años, debido a los cambios en

las tendencias de la industria, que se ha movido en la dirección de la producción de compuestos con valor agregado y fabricación de pequeños volúmenes de sustancias químicas y bioquímicas con características especiales.

El éxito de la destilación por lotes como método de separación se debe principalmente a su flexibilidad y versatilidad utilizando solo una columna o, en casos que lo requieran, varias columnas batch en serie. Estos atributos son esenciales para una respuesta rápida a una demanda del mercado caracterizado por productos con una corta duración de vida y con requisitos específicos.

Una destilación tipo batch es usada preferentemente en los siguientes casos:

- Procesos donde la composición del material a ser separado varía en intervalos amplios.
- Cuando el producto obtenido no es requerido de forma continua. Un ejemplo de este caso es en plantas de operación piloto.
- Cuando el material a ser separado es un producto que se encuentra en cantidades relativamente pequeñas y es necesario obtenerlo con una gran pureza.
- Casos donde el producto principal contiene pequeñas cantidades de impurezas ya sea ligeras o pesadas.

Un equipo de destilación discontinua, como se presenta en la Figura 1.3 (b), consiste en una columna como estructura principal, un condensador y un evaporador. La columna es el componente del equipo que proporciona el ambiente donde la fase gaseosa y líquida de cada componente puede alcanzar el equilibrio, ayudándose de distintos medios de contactos como por ejemplo platos o rellenos, en ambos casos se obtiene un aumento del área superficial para aumentar y mejorar el contacto entre las fases.

La corriente de líquido recorre la columna pasando a través de los rellenos como gotas pequeñas. El gas se eleva a lo largo de la columna hacia la parte superior de esta. Idealmente, los rellenos deben tener una porosidad tal de no impedir el paso del flujo del gas a través de la columna, pero esto también depende del flujo de alimentación.

El condensador acoplado a la columna cumple la función de enfriar y condensar el vapor que sale por la parte superior de la torre. La caldera conectada a la parte inferior del equipo proporciona la energía necesaria como calor para que se realice la destilación.

Esta forma de destilación puede ser llevada a cabo de varias maneras: sin reflujo, utilizando reflujo constante o variable con el tiempo, en este caso, una manera de facilitar los cálculos para determinar la eficacia de la columna es definiendo las condiciones operativas y asumiendo que la columna trabaja a reflujo total, es decir que todo el vapor es devuelto hacia la columna.

1.2.2.1 Proceso de destilación Batch

El análisis teórico de este tipo de operaciones es bastante engorroso, por lo que es necesario recurrir a ecuaciones diferenciales para determinar la evolución en el tiempo del sistema ya que este no se encuentra en estado estacionario por lo que se modifica la composición del destilado y del residuo durante el funcionamiento del equipo.

- Destilación simple batch

El ejemplo más simple de una destilación batch es aquella realizada en una sola etapa, sin reflujo, efectuada en un matraz de destilación como se muestra en la Figura 1.4, el cual inicialmente se encuentra completamente lleno de líquido, se somete a un calentamiento a velocidad constante, el vapor formado por la ebullición del líquido se enriquece de componentes más volátiles y es retirado continuamente del sistema. A su vez, el líquido restante, a medida que el vapor sale, se enriquece del componente menos volátil.

El vapor formado, aun cuando sea en un pequeño periodo de tiempo, se encuentra en equilibrio con el líquido, mientras que al término de la operación, el total de vapor formado no está en equilibrio con el líquido residual. Al final del proceso el líquido no vaporizado (residual) es retirado como producto de cola.

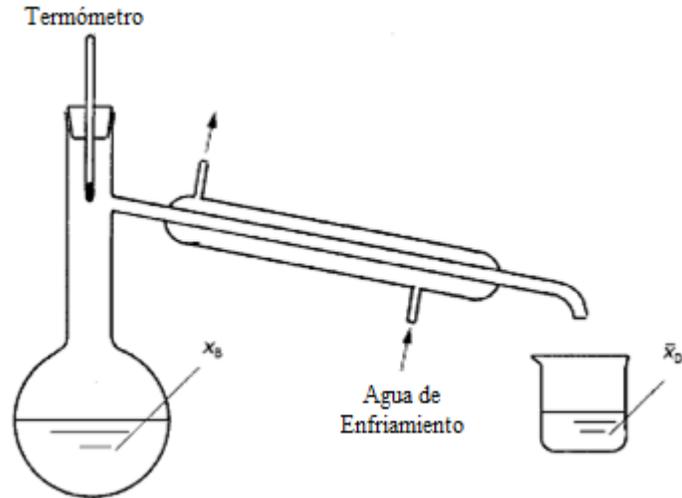


Figura 1.4 Destilación simple batch

El clásico balance de materia para una destilación binaria y un balance al componente de mayor volatilidad, son enseñados en las siguientes ecuaciones

$$F=D+B \quad (1.13)$$

$$Fz_F = Dy_m + Bx_B \quad (1.14)$$

Donde F corresponde al número de moles iniciales sometidos a destilación, D es el destilado formado en un determinado instante definido como t y B el líquido residual al mismo tiempo t.

La composición del destilado que aparece en el balance representa el valor medio relativo al intervalo de tiempo t considerado.

Estos balances de materia ya descritos están relacionados a un intervalo de tiempo finito, escribiendo las mismas ecuaciones para un intervalo infinito dt (recordando que F y x_F asumen valores constantes y no representan variaciones):

$$dF=dD+dB=0$$

$$dD= - dB \quad (1.15)$$

Realizando un balance de masa al compuesto con mayor volatilidad:

$$y dD = -x_B dB - B dx_B \quad (1.16)$$

Reorganizando esta última ecuación:

$$\frac{dB}{B} = \frac{dx}{y - x_B} \quad (1.17)$$

Al integrar entre F y B y entre z_F y x, esta última ecuación se transforma en:

$$\int_F^B \frac{dB}{B} = \int_{z_F}^x \frac{dx}{y - x_B} \quad (1.18)$$

Donde x es la concentración del componente más volátil en el flujo residuo.

La ecuación (1.18) es la ecuación de Rayleigh y relaciona el flujo del líquido residuo con su composición. Con objetivo de realizar cálculos posteriores es necesario tener una relación entre y_i y x_i , de lo contrario, dado que el sistema contiene una ecuación en la que una de las incógnitas se encuentra en un extremo de la integración, la solución no puede ser realizada por vía directa, y solo será posible desarrollarla recurriendo a un proceso de ensayo y error.

Es importante señalar que la primera gota producida en una destilación batch tendrá una composición en equilibrio con la mezcla original. El destilado tendrá una composición mayor del componente más volátil en relación a la composición de este componente en el residuo B.

Sin embargo, a medida que la destilación progresa, disminuirá la concentración de este compuesto en el destilado y en el residuo. Por lo tanto, el destilado en un proceso simple batch, tendrá una composición media que no podrá tener una mayor cantidad del componente más volátil que la cantidad de este en la gota inicial.

Es posible establecer una relación entre la composición del destilado, del rehervidor y la cantidad de destilado obtenido, realizando un balance de materia al compuesto más volátil.

- Destilación discontinua con reflujo

La destilación discontinua en un destilador simple no favorece una buena separación, excepto en el caso de que la volatilidad relativa sea muy alta. Es por esto que en casos donde es necesario obtener productos de mayor pureza, se utilizan columnas de rectificación con reflujo logrando así, una mejora en la eficiencia del proceso.

➤ *Relación de reflujo*

La destilación con reflujo se puede considerar como un proceso donde se llevan a cabo una serie de vaporizaciones instantáneas, de modo que los productos líquidos y gaseosos de cada etapa de equilibrio se desplacen en contracorriente. El líquido de una etapa se mueve hacia el fondo de la columna, y el vapor hacia la parte superior de ella.

Al aumentar la cantidad de reflujo, una mayor cantidad de líquido que contiene el componente más volátil recircula hacia la columna. De esta manera la separación es mayor y el número de etapas necesarias es menor para el mismo grado de separación.

En el caso de reflujo total se requiere un número mínimo de etapas donde no hay producción de destilado. Si la cantidad de reflujo disminuye se llegará a un pinch point, condición límite que equivale a un valor de reflujo mínimo y un infinito número de etapas necesarias. La mayoría de las columnas se diseñan para operar entre 1,2 y 1,5 veces la relación de reflujo mínimo porque a estos valores los costos de operación son menores. Es importante tener en cuenta que si se aumenta la cantidad de reflujo, mayor será la carga necesaria en el rehervidor y, por lo tanto, aumenta el gasto energético y así los costos.

La operación de destilación batch con reflujo puede ser realizada de dos maneras:

Relación de reflujo constante:

En este caso, la composición del destilado y del residuo poco a poco disminuyen con el tiempo. Es una operación bastante popular en el sector industrial por ser un procedimiento que se puede realizar sin mayores complicaciones, sin embargo algunas consideraciones merecen atención:

Con el fin de controlar que la columna funcione de forma óptima, es necesario una medición del destilado y de la composición en el rehervidor los cuales debe estar disponibles en línea, y por lo general este no es el caso, por lo tanto, la composición del producto debe ser inferido a partir de medidas secundarias, que deben estar disponible en línea de forma rápida y a bajo costo (por ejemplo, temperatura y flujos).

Debe ser posible disminuir la presión de la columna durante el proceso, para facilitar la separación de los componentes menos volátiles.

Razón de reflujo variable y composición del destilado constante:

Este tipo de procedimiento es logrado variando la razón de reflujo desde el inicio hasta el final de la operación para mantener constante la composición del destilado en el tiempo. El límite máximo de R es dado por $R = \infty$, situación donde la composición del destilado, D y el residuo, B serán constante en el tiempo (no se introduce ni se extraen flujos desde la columna).

La operación es interrumpida cuando la composición del flujo que queda en el columna ha llegado a la composición deseada, o la relación de reflujo es tan alta que sería poco rentable continuar la operación (o incluso imposible en una columna real).

1.3 Medios de contacto entre fases

Las columnas, en su interior, contienen distintas estructuras que cumplen la función de promover el contacto entre las fases y el desarrollo de la superficie interfacial donde se producirá la transferencia. Estos dispositivos pueden ser platos o rellenos, la elección depende de las características de la columna y de las propiedades de los compuestos a separar pero

ambas deben incrementar diversos aspectos del rendimiento del proceso. Para que esto suceda, es esencial que cumplan distintas características como:

a) Maximizar la eficiencia:

- Maximizar el área específica (área por unidad de volumen), aumentando el área de contacto entre la fase gas y la fase líquida y así favorecer el intercambio de masa y por lo tanto la eficiencia del proceso.
- Promover una distribución uniforme de la corriente de líquido y gas sobre la superficie del dispositivo y a lo largo de la sección transversal de la columna
- Reducir al mínimo la retención de líquido y formación de suciedad ya que esto disminuye la eficiencia del proceso.
- Tener una baja resistencia al flujo de gas y una mayor bañabilidad de la corriente de líquido para reducir la caída de presión.

b) Maximizar las características:

- Maximizar espacios vacíos por unidad de volumen. Esto minimiza la resistencia al flujo de vapor y de ese modo aumenta la capacidad.
- Reducir al mínimo la fricción para disminuir los costos de operación.
- Lograr una resistencia uniforme para el flujo de vapor y de líquido a lo largo de la columna.
- Facilitar la extracción del vapor desde el flujo de líquido.

c) Otros objetivos:

- Maximizar la resistencia a la deformación mecánica y/o rotura, especialmente lo que se refiere a la deformación.
- Minimizar los costos.

1.3.1 Columnas de relleno

Las columnas de relleno son utilizadas para diferentes tipos de procesos tales como absorción, extracción líquido-líquido y destilación. En estos tipos de columnas, el contacto líquido-gas es continuo y no por etapas como es el caso columna de platos. Su rendimiento depende del mantenimiento del buen grado de distribución del líquido y del gas en el lecho, esta es una consideración muy importante en el diseño del sistema.

Existen variados tipos de rellenos, que se diferencian en la geometría, materiales y tamaños, entre otras características, los cuales se han desarrollado para satisfacer estos requisitos. En términos generales se clasifican en:

1.3.1.1 Rellenos ordenados o al azar:

También llamados rellenos comerciales, son piezas discretas de relleno con una geometría y forma específica (distintos ejemplos de esta clase de rellenos se encuentran en la Figura 1.5) que se disponen de manera ordenada o al azar dentro de la columna.

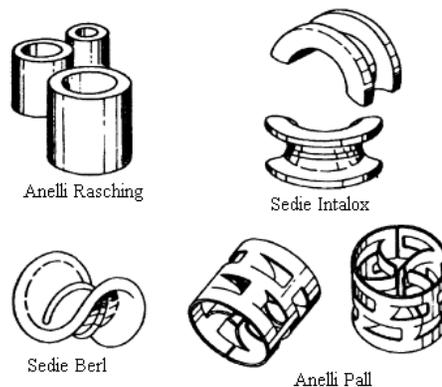


Figura 1.5 Rellenos comerciales

1.3.1.2 Relleno estructurado:

Su uso no es masivo como lo son los rellenos comerciales, pero su mercado ha aumentado rápidamente en el último tiempo. Este tipo de relleno se basa en un sistema de estructura, el cual consiste en una serie de láminas corrugadas apiladas a dos redes de apoyo (ejemplo típico en la Figura 1.6). Su geometría hace que este tipo de rellenos no provoque problemas debido a la disposición aleatoria de los elementos. Su elección es determinada de acuerdo a las siguientes características:

Operaciones que requieren alta demanda de energía, como lo es la destilación, se benefician con este tipo de rellenos logrando un aumento en la eficiencia del proceso y reduciendo costos de mantenimiento.

Las condiciones que caracterizan a los rellenos estructurales se deben principalmente al diseño geométrico típico de estas estructuras. Con su uso, la columna no sólo presenta menores pérdidas de carga, también presenta una menor altura total, ya que este tipo de dispositivo garantiza que cada paquete de relleno presente una menor altura equivalente de plato teórico (HETP), respecto a rellenos en orden aleatorio.

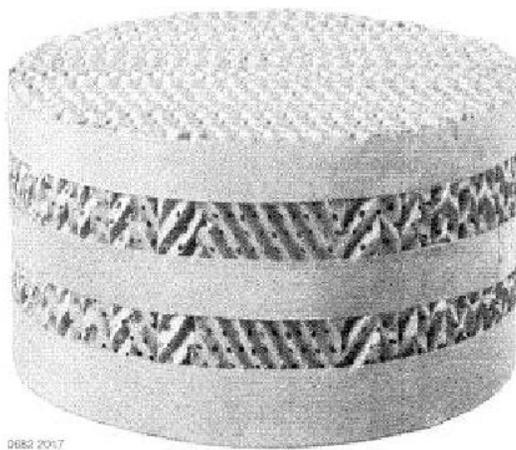


Figura 1.6 Relleno estructural tipo metal gauze packing BX

1.3.2 Elección entre platos o rellenos

Para una aplicación en particular, la elección del medio de contacto que mejor se adapte a las necesidades del proceso generalmente se realiza considerando costos del diseño. Cuando este factor no es determinante el criterio de elección se basa en la experiencia, considerando las principales ventajas o desventajas entre las distintas clases de dispositivos:

- Las columnas de relleno no son adecuadas para velocidades de líquido demasiado bajas, a diferencia de las diseñadas con platos, las pueden ser diseñadas para rangos de velocidad de flujo de gas y de líquido mayores a las permitidas en columnas de relleno.
- Es posible predecir la eficiencia de un plato con mayor certeza que en una columna empacada.
- El diseño de una columna de platos da mayor precisión respecto al obtenido para columnas de relleno, debido a la duda que existirá sobre cómo mantener una buena distribución del líquido a través de este tipo de equipos. En condiciones operativas, este problema cobra mayor importancia en columnas de grandes dimensiones.
- Si el líquido contiene incrustaciones, la limpieza se facilita en columnas de platos.
- Para columnas de diámetro pequeño (menores de 0,6 [m]), es aconsejado utilizar rellenos empacados, ya que de esta forma se abaratan costos y de ser necesario se simplifica la sustitución de estos.
- Para líquidos corrosivos, por lo general es más barato utilizar rellenos, pero para sistemas que tienden a formar espuma es más adecuado utilizar platos.
- La retención de líquido es considerablemente menor en una columna de relleno que en una columna de platos. Aun así una rápida acumulación de líquido en los espacios vacíos presentes en el empaque causa un incremento en la caída de presión, incluso a cambios ligeros en el flujo de gas, fenómeno conocido como inundación. Es una condición que representa la capacidad máxima de una columna empacada y es de suma importancia predecir su valor para los nuevos diseños.

En la Figura 1.7 se muestran los fenómenos que rigen el comportamiento de la caída de presión a través de una torre empacada con respecto al aumento del flujo de gas a un caudal de líquido dado.

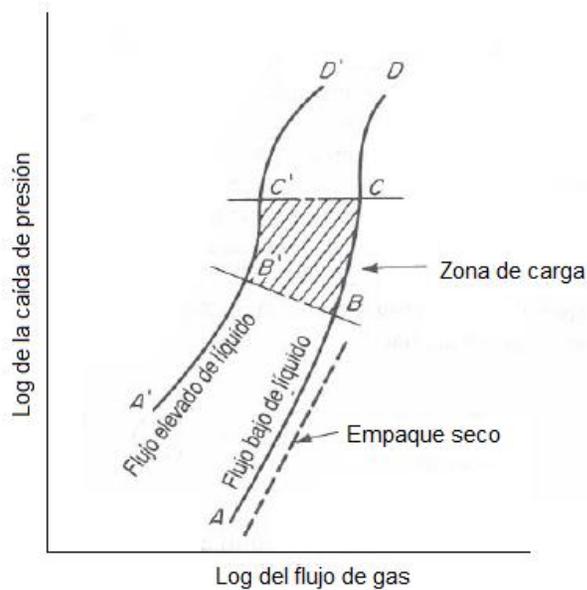


Figura 1.7 Grafico de la caída de presión en columnas empacadas.

A pequeños flujos de líquido, la sección transversal abierta del empaque no difiere mucho de la del empaque seco y la caída de presión es consecuencia del flujo que pasa a través del lecho. A mayores flujos de líquido la sección transversal abierta es menor, y una porción de la energía de la corriente de gas es utilizada para soportar un aumento en la cantidad de líquido presente en la columna, región AB de la Figura 1.7.

Todos los flujos alcanzan una zona llamada región de carga, donde la caída de presión es proporcional a una potencia del flujo de gas superior a 2. El incremento en la caída de presión se debe a la rápida acumulación de líquido en el volumen de espacios vacíos presentes en el empaque. Al aumentar la retención de líquido, la caída de presión aumenta drásticamente con un cambio ligero en el flujo de gas (condición C o C' de la Figura 1.7), fenómeno conocido como inundación.

- La caída de presión por etapa de equilibrio, por lo general es menor en columnas de relleno que en las diseñadas con platos, donde una parte de la energía del vapor se consume como caída de presión para producir las gotas de líquido y para superar la capa de líquido que cubre los platos y actúa como resistencia al paso del vapor, de esta manera el vapor puede llegar al plato siguiente. En cambio, el área de contacto, al utilizar rellenos,

es principalmente creada por la dispersión del líquido sobre la superficie sólida del relleno y por el reflujo, debido a esto la caída de presión es significativamente menor en este tipo de columnas que en una que utiliza platos.

1.4 Altura equivalente del estadio teórico, HETP

Una columna de relleno permite el contacto continuo entre el líquido y el vapor, pero para realizar un análisis matemático es conveniente mirar la columna como una “columna de etapas” y dividir el relleno en segmentos de igual altura, cada uno de estos segmentos representa una etapa. Para una mayor simplificación, se asume que las dos fases (líquido y gas) salen desde cada una de estas etapas en equilibrio termodinámico.

Para calcular la altura del relleno total y obtener una separación en particular, es necesario encontrar el número de etapas de equilibrio y la altura equivalente HETP (High Equivalent to a Theoretical Plate)

$$\text{Altura de relleno} = \text{Numero de etapas de equilibrio} \times \text{HETP} \quad (1.19)$$

HETP se define como la altura del relleno necesaria para lograr un cambio en la composición de las fases obtenidas, es un valor equivalente a la de una etapa de equilibrio teórico, corresponde a un valor medido experimentalmente. Valores de HETP pequeños indican una pequeña columna con rellenos más eficientes, es decir que contienen más etapas por unidad de longitud. Para la evaluación de este valor, se debe tener en cuenta el cálculo del número de etapas de equilibrio y la composición en el comienzo y al término de la columna, calculados asumiendo una columna a reflujo total.

El valor de HETP depende del tipo de relleno, de su tamaño, de la velocidad del gas, y de las propiedades de los compuestos a separar. Cuanto mayor es el valor del HETP menor es la eficiencia del relleno utilizado. Si la velocidad del gas es baja, el valor de HETP es generalmente más alto debido a que el relleno tenderá a estar parcialmente inundado.

1.5 Destilación a vacío

La sociedad moderna es cada vez más exigente respecto a la calidad de los productos que consumen, por razones de seguridad y ambientales se requiere una mejor eliminación de algunos componentes, estos procesos de mayor precisión, muchas veces requieren operaciones con funcionamiento a presiones bajas. Afortunadamente, el desarrollo de la tecnología de equipos para obtener valores de presión de mayor precisión se ha incrementa con el tiempo.

Una de las maneras de llevar a cabo una destilación es funcionando a bajas presiones incluso a valores menores que la presión atmosférica, estos parámetros son utilizados en casos donde las sustancias a separar cumplen con una o más de las siguientes características:

- Productos sensibles al calor, los que al ser sometidos a altas temperaturas se degradan con el tiempo.
- Líquidos de desperdicios de alta viscosidad.
- Líquidos que tienen tendencias a producir espuma o incrustaciones.
- Sustancias que presentan una baja tensión de vapor.

El costo de realizar este tipo de operaciones es naturalmente mayor que los procesos que trabajan a presión atmosférica o a presiones mayores, debido a la cantidad de energía necesaria para alcanzar las bajas presiones de operación, sin embargo, estos valores pueden ser equilibrados con el menor costo de energía térmica necesaria en este tipo de procesos.

Muchas sustancias no pueden ser purificadas por destilación a una presión ordinaria, debido a que se descomponen a una temperatura cercana a su punto de ebullición normal, puede ocurrir que la destilación requiera de grandes inversiones (costos) o el uso de energía en grandes cantidades, o existir problemas termodinámicos en el equilibrio líquido-vapor, tales como un valor bajo de volatilidad relativa. Cuando se da el caso en donde existe alguno de estos problemas, una forma de solucionarlos es utilizando destilación a vacío o presión reducida.

Un líquido comienza a hervir cuando su presión de vapor es igual a la presión ejercida por el sistema. Al reducir la presión, este líquido hervirá a una temperatura menor y por lo tanto no

se encontrará expuesto a valores altos de temperatura que puedan alterar el compuesto, esta es una de las ventajas del uso de vacío en ciertos procesos.

En este tipo de destilación, los equipos que se utilizan tienen una configuración similar a la empleada en columna de destilación a presiones normales a excepción de que en ellos se debe conectar una bomba de vacío. Cuanto mayor sea el grado de vacío, menor es la temperatura de destilación o de trabajo necesaria. Si la destilación se realiza en un vacío muy profundo (a presiones absolutas del orden de 0.001 [mbar]), el proceso es llamado destilación molecular, utilizada comúnmente en la industria para purificar vitaminas u otros productos fuertemente inestables.

Haciendo uso de los procesos llevados a cabo a presiones menores que la atmosférica, pueden encontrarse diversas ventajas, tales como:

- Menor degradación del producto, debido al bajo tiempo de residencia, especialmente en columnas de relleno estructurado, y también se logran menores temperaturas de operación.
- Presiones bajas aumentan la volatilidad relativa en la mayoría de los sistemas de destilación, es decir que la destilación a vacío aumenta la capacidad de separación de los componentes en muchas aplicaciones por lo que es necesario un número inferior de etapas para realizar la misma separación, lo que se traduce en columnas más pequeñas.
- Se requiere menor cantidad de energía calórica para provocar la destilación por lo tanto el proceso resultará más económico desde el punto de vista energético.
- Mayor producción y mejora de la pureza del producto.

Como se ha descrito, entre los beneficios del uso de rellenos en una destilación se encuentra un menor valor de caída de presión a lo largo de la columna. Esta es una característica importante en el uso de la destilación a vacío, donde la temperatura y la presión varían drásticamente desde la cabeza hasta el fondo de la columna, lo que aumenta la caída de presión a lo largo de esta.

Los valores de presión y temperatura en la parte superior del equipo de destilación tienen un gran impacto en el costo, en el rendimiento del condensador y del sistema de vacío. Al utilizar los componentes internos que disminuyen los valores de caídas de presión, se reduce la pérdida de energía asociada con el perfil de temperatura, por esta razón el uso de rellenos al interior de la columna es el medio de contacto preferido en una destilación de este tipo. Como consecuencias de la menor caída de presión y del hold-up del líquido, las columnas de relleno tienen una respuesta más rápido a los cambios de flujo y cambios en la composición que se puedan producir en el proceso.

1.5.1 Equipos para la producción del vacío

En la industria existen muchos procesos que operan bajo vacío, para ello se requieren equipos que cree el ambiente necesario y mantengan bajas presiones, de esto se encargan las bombas de vacío. Al dimensionar un sistema que produzca este vacío es necesario conocer los siguientes datos:

- La presión absoluta a la que se debe llegar por razones de proceso.
- La naturaleza y el flujo de gas y/o vapor a ser eliminado.
- La frecuencia con la que se debe crear el vacío.
- El volumen geométrico (V_A) del equipo que debe ser colocado bajo vacío.
- El tiempo de pump-down (bombeo) t_{pd} .

Las bombas de vacío llevan el gas a baja presión y lo descargan a presión atmósfera, así la relación de compresión toma un valor mayor. Entre los distintos tipos de bombas, la favorita son las bombas rotativas por motivos de capacidad y facilidad de accionamiento.

Entre este tipo de bomba, las más utilizadas son las bombas de paletas (Figura 1.8) y la bomba de anillo de líquido. La primera tiene un rotor montado excéntricamente dotado de hendiduras donde son colocadas las paletas. Durante la rotación las paletas se mueven hacia el exterior y el vapor es aspirado en la posición de la zona de área máxima entre el rotor y la carcasa para salir a través del flujo de descarga correspondiente a la condición de área mínima. Estas bombas proporcionan una disminución de la presión de hasta cerca 1,3 [Pa].

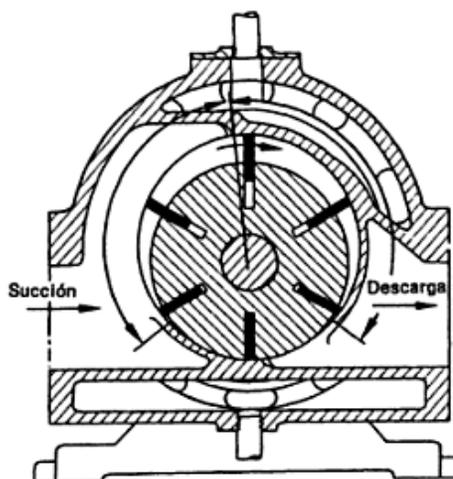


Figura 1.8 Bomba rotatoria a paleta

Las bombas de anillo giratorio son unidades en movimiento, donde el líquido de cerrado actúa como un pistón, el motor se encuentra montado excéntricamente, y el líquido pasa a través de la carcasa, donde una parte de este sale con la corriente gaseosa, el proceso es prácticamente isotérmico. El líquido de cerrado se alimenta a una presión igual a la presión de salida de la corriente gaseosa, después el líquido es separado en un tanque externo y posteriormente recirculado.

Otro método muy utilizado en la industria química para ejercer vacío es el eyector de chorro de vapor, donde el gas de baja presión es arrastrado por el gas a alta presión, este sistema no tiene partes móviles y puede manejar grandes volúmenes de vapor a baja presión.

1.5.2 Directiva ATEX 95 (Ex)

En la industria química, el objetivo de elegir una bomba a menudo se complica debido a la presencia de sustancias líquidas corrosivas que forman una atmósfera explosiva por la liberación de gases o vapores inflamables, fenómenos que se producen al manipular algunas sustancias orgánicas.

Con el fin de evitar una explosión en un lugar donde hay compuestos sensibles al calor, la comunidad europea ha adoptado varias normativas relativas a las atmósferas explosivas, esta norma es la llamada ATEX, la cual regula el diseño, fabricación y venta de aparatos destinados a ser utilizados en atmósferas potencialmente explosivas.

La norma ATEX 95, específicamente la Directiva 94/9/CE, describe las reglas que deben respetar los diferentes equipos y sistemas de protección destinados a ser usados en atmósferas potencialmente explosivas. Establece una serie de objetivos técnicos y de calidad que deben ser respetadas para satisfacer la certificación de una entidad que la otorgue. Una vez que los objetivos han sido alcanzados, el producto aprobado es marcado con una etiqueta de aprobación certificada de clasificación ATEX con el correspondiente símbolo de la clasificación Ex. En el anexo A se puede encontrar un resumen sobre el contenido de esta norma, los requisitos y pasos necesarios para obtener la certificación.

2 Descripción del proceso

2.1 Presentación del problema

El problema trata de diseñar una columna de destilación batch para recuperar una sustancia orgánica, en este caso llamada compuesto S.O, fuertemente termosensible a temperaturas inferiores de 70°C y superiores de 120°C aproximadamente. Este equipo debe trabajar bajo vacío, el cual debe variar desde 10 a 2 [mmHg] a lo largo de la columna, datos entregados por especificaciones de la empresa a cargo. La separación se obtiene por medio de relleno estructural.

Al sistema entra un volumen de 1[m³], el cual contiene 50% (en volumen) de agua, el 50% restante se divide entre la sustancia orgánica e impurezas, principalmente nitrobenzeno, en los rangos de 95% y 5% respectivamente. El destilado a recuperar se requiere con una pureza igual a 99,9%.

2.2 Descripción del proceso

Un determinado volumen (1[m³]) de mezcla líquida compuesta de agua, sustancia orgánica y nitrobenzeno entra en un estanque calefaccionado (En la Figura 2.1 se puede observar un esquema del equipo) donde se hace evaporar el agua, la que es separada de los otros compuestos, el vapor de agua se conduce hacia un segundo intercambiador vertical donde se condensa para ser recogido en un estanque de recolección (50 [lt]).

La mezcla de vapor restante entra a la columna de destilación batch donde pasa a través del relleno estructural, de esta manera, a medida que el tiempo pasa, se produce el intercambio de materia entre las fases. A medida que el vapor formado entra al condensador que se encuentra en el tope de la columna, la sustancia orgánica condensa y retorna a la columna como líquido.

Una parte del flujo de sustancia orgánica líquida, regulada a través de una válvula, sale como destilado y es recogido en uno de los tres estanques de recolección que se encuentran en atmósfera de nitrógeno debido a las características del compuesto S.O, de estos recipientes, los dos pequeños cumplen la función de recolectar el compuesto que va a laboratorio para análisis, y el tercer recipiente, de mayor tamaño, es el estanque de recolección del compuesto, el cual lleva su contenido a otro recipiente de mayor tamaño (AISI 10 [It]) donde se recolecta el producto final.

Debido a la presencia de la sustancia termo-sensible, es necesario que la operación sea efectuada en vacío, en un intervalo de presión preciso, por ello existen dos controladores de presión, en la parte superior y en la inferior de la columna. El vacío es alcanzado gracias a una bomba que aspira el gas desde la columna.

2.3 Características de los compuestos involucrados

Para entender de mejor manera el problema expuesto es necesario conocer las características de los compuestos involucrados, y así comprender su interacción.

2.3.1 Sustancia Orgánica

Este compuesto es el producto de la separación, es una sustancia orgánica de uso industrial, su nombre es desconocido porque así lo ha determinado la empresa responsable de su producción, por esto, en el curso de este trabajo, será conocido con el nombre de compuesto S.O. De todas maneras la misma empresa ha dado a conocer ciertas características y propiedades, de otra forma no se podrían realizar los cálculos requeridos.

Uno de los principales factores a considerar de este compuesto es su sensibilidad a la temperatura ya que se descompone cuando se expone a temperaturas superiores de 120°C y menores de 70°C, también lo hace en contacto directo con el aire. A temperatura ambiente se transforma en sólido.

El peso molecular de este compuesto orgánico es 115 [gr/mol].

En la Tabla 2.2 se pueden encontrar distintas propiedades del compuesto S.O. a diferentes temperaturas: presión de vapor, calor específico (cp), viscosidad (μ), tensión superficial (σ), conductividad térmica (k) entre otras.

2.3.2 Nitrobenceno

Esta sustancia química está presente en la mezcla a separar y es considerado una impureza. Se produce por una nitración del benceno entre una mezcla de ácido nítrico y ácido sulfúrico. Es un líquido de color amarillo pálido, con olor característico de las almendras, es oleoso y poco soluble en agua. A temperaturas mayores de 88°C puede formar mezclas explosivas de vapor/aire, existe un riesgo de incendio y explosión con el uso de este compuesto.

Efectos sobre la salud

Una pequeña cantidad de nitrobenceno puede causar irritación al entrar en contacto directo con la piel o los ojos. Si se produce exposición repetida y las concentraciones de nitrobenceno son altas, pueden causar metahemoglobinemia, una condición donde disminuye la capacidad de la sangre para transportar el oxígeno, la piel se torna de color azulado y pueden causar náuseas, vómitos y sofocamiento. También pueden presentarse distintos síntomas tales como dolor de cabeza, irritabilidad, mareos, debilidad y somnolencia y en casos donde se aspiran altas concentraciones de nitrobenceno existe el riesgo de dañar el hígado.

Tabla 2.1 Datos fisico-químicos del nitrobenzeno.

Formula química	C ₆ H ₅ NO ₂
Masa molecular	123,11 [g/mol]
Punto de fusión	5,7[°C]
Punto de ebullición	210,85[°C]
Densidad	1,19867 [g/ml]
Punto de inflamación	88[°C]
Solubilidad en agua	1,9 g/l (20 C); 2,1 g/l (25°C)
Rango de percepción olfativa	9,7 - 18,2 ppm
Presión de vapor	20 [Pa] a 20[°C] / 1 [atm] a 211[°C]
Constante de Antoine ¹	C: 230 [20°C y 211°C]

*Datos obtenidos desde “Manual de química orgánica” de Hans Beyes, Wolfgang Walter y desde el manual “Environmental health criteria 230, Nitrobenzene” di L. Davies

¹ Landolt-Bornstein, Numerical Data and Functional relationships in Science and Technology, Group IV-Volume 20: Vapor Pressure of Chemicals; Subvolume C: Vapor Pressure and Antoine Constants for Nitrogen Containing Organic Compounds, Editorial Springer

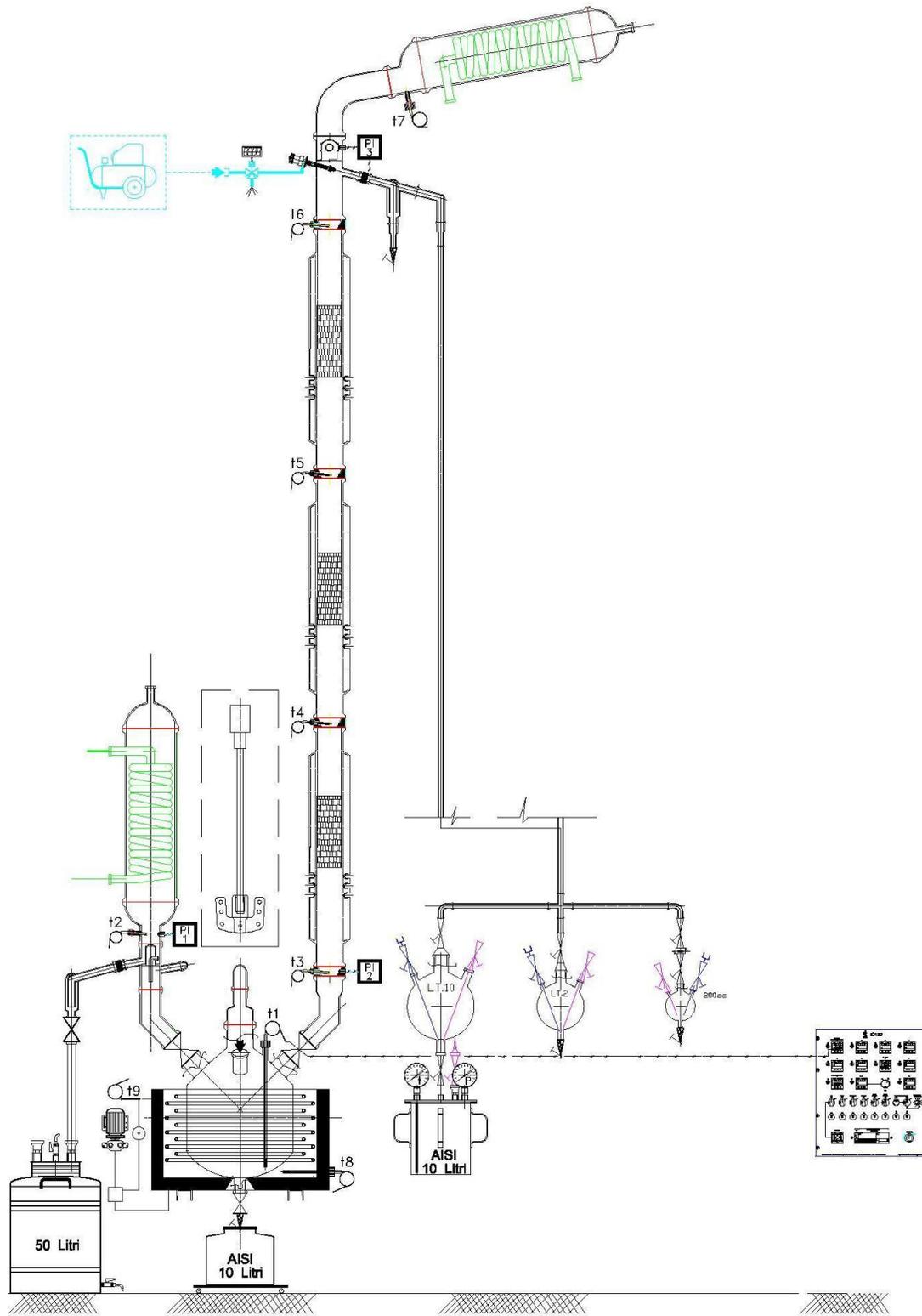


Figura 2.1 Circuito general del equipo.

Capítulo II: Descripción del proceso

Tabla 2.2 Propiedades del compuesto orgánico termosensible a distintas temperaturas.

T	Cp (vapor)	Cp (líquido)	P ^v	μ(vapor)	μ(líquido)	σ(líquido)	k(vapor)	k(líquido)	δ(líquido)	h(líquido)	Δh°(vap)	h(vapor)
[°C]	[Kcal/Kg°C]	[Kcal/Kg°C]	[mmHg]	[cPoise]	[cPoise]	[dynes/cm]	[Kcal/hrm°C]	[Kcal/hrm°C]	[Kg/mol]	[Kcal/Kg]	[Kcal/Kg]	[Kcal/Kg]
70	0,481	0,5205	0,4	0,0072	11,4616	36,53	0,0104	0,1297	1025,3	34,62	157,74	192,36
75	0,4842	0,5246	0,5	0,0073	9,9206	36,06	0,0107	0,1291	1021,7	37,23	156,63	193,86
80	0,4871	0,5287	0,7	0,0074	8,5986	35,58	0,0111	0,1285	1018,2	39,86	155,53	195,39
85	0,4901	0,5328	1	0,0076	7,4677	35,1	0,0114	0,1279	1014,7	42,51	154,43	196,94
90	0,4931	0,5369	1,2	0,0077	6,5027	34,63	0,0118	0,1272	1011,1	45,18	153,33	198,51
95	0,496	0,541	1,6	0,0078	5,6807	34,15	0,0121	0,1266	1007,5	47,88	172,22	220,1
100	0,4989	0,5451	2,1	0,0079	4,9814	33,58	0,0125	0,126	1003,9	50,59	151,13	201,72
105	0,5017	0,5492	2,7	0,008	4,3866	33,21	0,0128	0,1254	1000,3	53,32	150,03	203,35
110	0,5045	0,5533	3,5	0,0081	3,8805	32,74	0,0132	0,1248	996,7	56,08	148,93	205,01
115	0,5073	0,5574	4,4	0,0082	3,4489	32,27	0,0136	0,1242	993	58,85	147,85	206,7
120	0,51	0,5616	5,5	0,0083	3,0797	31,8	0,0139	0,1235	989,4	61,65	146,75	208,4
125	0,5127	0,5657	6,9	0,0084	2,7624	31,33	0,0143	0,1229	985,7	64,46	145,67	210,13
130	0,5153	0,5698	8,6	0,0085	2,4881	30,87	0,0147	0,1223	982	67,3	144,58	211,88
135	0,5179	0,574	10,7	0,0086	2,2493	30,4	0,0151	0,1217	978,3	70,16	143,49	213,65
140	0,5205	0,5781	13,2	0,0087	2,0398	29,94	0,0155	0,1211	974,6	73,04	142,4	215,44
145	0,523	0,5823	16,2	0,0088	1,8547	29,47	0,0158	0,1205	970,9	75,94	141,31	217,25
150	0,5254	0,5864	19,8	0,0089	1,6899	29,01	0,0162	0,1198	967,1	78,86	140,23	219,09
155	0,5279	0,5906	24,1	0,009	1,5425	28,55	0,0166	0,1192	963,3	81,8	139,15	220,95
160	0,5302	0,5947	29,2	0,0091	1,4099	28,09	0,017	0,1186	959,5	84,76	138,07	222,83
165	0,5326	0,5989	35,2	0,0093	1,2907	27,63	0,0174	0,118	955,7	87,74	137	224,74
170	0,5349	0,6031	42,2	0,0094	1,1734	27,17	0,0178	0,1174	951,9	90,74	135,92	226,66

3 Diseño del equipo

3.1 Balance de masa

En el sistema se alimenta 1 [m³] de una mezcla que contiene 50% de agua y el restante 50% está compuesto por sustancia orgánica (S.O.) e impurezas. Este flujo de alimentación, como primer tratamiento, sufre la evaporación del agua, la cual después de pasar por un intercambiador, es condensada y descargada hacia el estanque de 50 [litros] como se puede ver en la Figura 2.1.

Posteriormente, el compuesto S.O se somete a un proceso de destilación batch realizada a vacío y utilizando relleno estructural con el fin de eliminar las impurezas (5% de impurezas aproximadamente) principalmente nitrobenceno y el agua remanente, pero dado que este último no se encuentra en un porcentaje importante, la columna es diseñada teniendo en cuenta que a esta entra un flujo de compuesto S.O y nitrobenceno.

Para comenzar a calcular, se debe elegir el tipo de columna de destilación de utilizar, en este caso, esta columna se diseñará considerando reflujo constante y composición variable del destilado, considerando una composición media de destilado de 99,9%. Así, después de un intervalo de tiempo dt la composición del producto que sale por la parte superior de la columna (destilado) respecto al componente más volátil variará de x_D a $x_D + dx_D$, donde dx_D tiene un valor negativo para el componente más volátil debido a la disminución de este compuesto a medida que transcurre el tiempo. El producto obtenido, en dt será dD y el balance de materia para el componente más volátil será:

$$x_D dD = -d(Bx_B) \quad (3.1)$$

Donde x_B es la composición del componente más volátil restante en el fondo de la columna.

Considerando la ecuación (1.15), y ordenando las variables, la ecuación 3.1 se convierte en:

$$\begin{aligned} -x_D dB &= -B dx_B - x_B dB \\ B dx_B &= dB(x_D - x_B) \end{aligned} \quad (3.2)$$

Integrando entre el flujo de alimentación a la columna, F, y el flujo remanente en la columna, B, y sus respectivas concentraciones, z_F y x_B

$$\begin{aligned} \int_F^B \frac{dB}{B} &= \int_{z_F}^x \frac{dx_B}{x_D - x_B} \\ \ln \frac{B}{F} &= \int_{z_F}^x \frac{dx_B}{x_D - x_B} \end{aligned} \quad (3.3)$$

Al reemplazar por los datos del proceso, donde un flujo de $0,5 \text{ m}^3$ alimentado a la columna se compone de 95% de la sustancia más volátil, que en este caso es la sustancia orgánica (S.O). El destilado debe salir con una composición promedio de 99,9%.

Entonces, el balance de masa será:

$$\ln \frac{B}{0,5} = \int_{0,95}^x \frac{dx_B}{0,999 - x_B} = -\ln \left(\frac{0,999 - x_b}{0,999 - 0,95} \right)$$

3.2 Relación de reflujo mínimo

El cálculo de esta variable es obtenido con la ecuación de Underwood, la que se aplica a todos los componentes de la destilación para obtener el valor de reflujo mínimo (pinch point). Para desarrollar esta ecuación se considera una columna con un número infinito de etapas para lograr la separación. También se asume un flujo constante molar en la zona intermedia de la columna y una volatilidad relativa constante.

En general, la ecuación se define de la siguiente forma:

$$R_m = \left(\frac{L}{D}\right)_{min} = \frac{1}{\alpha - 1} \left[\frac{x_{DA}}{x_{NA}} - \alpha \frac{x_{DB}}{x_{NB}} \right] \quad (3.4)$$

x_{NA} y x_{NB} Representan las fracciones molares líquidas de los componentes A y B en una etapa determinada N.

x_{DA} y x_{DB} Representan las fracciones molares de los componentes A y B en el destilado.

En general, existe un valor distinto de relación de reflujo mínimo para cada etapa, pero si se tiene en cuenta que una vez que la columna ha sido alimentada son necesarias diferentes etapas para reducir la composición de los componentes más pesados, el "pinch point" para estos componentes se encuentra algunas etapas sobre el punto de alimentación. De manera similar, varias etapas son necesarias para reducir la composición de los componentes ligeros, así el "pinch point" para estos componentes, se localiza algunas etapas bajo el punto de alimentación en la columna. Luego está el supuesto de que el "pinch point" se encuentra en el plato de alimentación. Este punto se obtiene de acuerdo a la siguiente ecuación

$$R_m = \frac{1}{\alpha - 1} \left[\frac{x_{DA}}{x_{fA}} - \alpha \frac{x_{DB}}{x_{fB}} \right] \quad (3.5)$$

x_{fA} y x_{fB} Representan las fracciones molares del componente A y B respectivamente en la etapa de alimentación.

Esta última ecuación, para un sistema binario:

$$R_m = \frac{1}{\alpha - 1} \left[\frac{x_{DA}}{x_{fA}} - \alpha \frac{1 - x_{DA}}{1 - x_{fA}} \right] \quad (3.6)$$

El valor de volatilidad relativa de la mezcla se calcula según la ecuación (1.10), pero primero es necesario obtener la presión de vapor de cada compuesto en el tope y en el fondo de la columna.

$$\alpha_{AB} = \frac{K_A}{K_B} = \frac{P_A^v}{P_B^v} \quad (3.7)$$

Las presiones parciales son calculadas en base a la ecuación de Antoine, definida como:

$$\text{Log}(P^v) = A - \frac{B}{T + C} \quad (3.8)$$

A, B y C son parámetros característicos para cada compuesto. En este caso, la presión de vapor P^v se encuentra en [mmHg] y la temperatura en Kelvin.

El primer paso consiste en fijar las temperaturas en la parte superior y en el fondo de la columna, obviamente basándose en las características de compuesto termo-sensible, por lo que es necesario establecer un cierto rango de temperatura donde pueda trabajar este compuesto es así como se ha definido que la parte superior de la columna trabajará a una temperatura de 80°C y el fondo lo hará a 115 °C.

En la Tabla 2.2 es posible encontrar el valor de presión de vapor a diferentes temperaturas para el compuesto S.O

$$\text{Testa (80°C)} \quad P_{S,O}^v = 0,7 \text{ [mmHg]}$$

$$\text{Fondo (115°C)} \quad P_{S,O}^v = 4,4 \text{ [mmHg]}$$

Para el nitrobenzeno, según la tabla 2.1, para una temperatura igual a 20 °C la presión de vapor es 20 [Pa]. En la misma tabla se encuentra el parámetro C para la ecuación (3.8), el que corresponde a un valor de 230 para temperaturas entre 20°C y 211°C. Debido a que faltan los valores A y B para la misma ecuación, será necesario calcularlos, esto se realizará de la siguiente forma:

Para encontrar estos parámetros, se han asumido dos casos, con datos conocidos a diferentes temperaturas, que se obtienen de la Tabla 2.1:

Caso 1:

Temperatura 20°C = 293 K
 Presión 20 [Pa] = 0,15 [mmHg]

Caso 2:

Temperatura 211°C = 484 K
 Presión 1 [atm] = 760 [mmHg]

Desde la ecuación (3.8), reordenando las variables para encontrar el parámetro A para el caso 1 y para el caso 2 e igualando estas ecuaciones:

$$A = \log P_1^v + \frac{B}{T_1 + C} = \log P_2^v + \frac{B}{T_2 + C} \quad (3.9)$$

Reordenando esta última ecuación y sustituyendo las por valores de la columna, es posible encontrar el parámetro B:

$$\log \left(\frac{P_1^v}{P_2^v} \right) = B \left(\frac{1}{T_2 + C} - \frac{1}{T_1 + C} \right) \quad (3.10)$$

$$\log \left(\frac{0.15}{760} \right) = B \left(\frac{1}{484 + 230} - \frac{1}{293 + 230} \right)$$

$$B = 7243$$

Por lo tanto, una vez calculado el valor de B, desde la ecuación (3.9) es posible encontrar valor del parámetro A, utilizando uno de los dos casos, por ejemplo con el caso 1:

$$A = \log(0.15) + \frac{7243}{293 + 230}$$

$$A = 13$$

Así, sustituyendo las respectivas constantes en la ecuación de Antoine (3.8):

$$\log P^v = 13 - \frac{7243}{T + 230} \quad (3.11)$$

Con esta ecuación es posible encontrar las presiones de vapor del nitrobenzeno a las distintas temperaturas de la columna.

La parte superior de la columna se encuentra a una temperatura de 80° C (353 K). De acuerdo con la ecuación (3.11), la presión de vapor del nitrobenzeno (NB) será:

$$P_{NB}^v = 10^{13 - \frac{7243}{353 + 230}} = 3,77 \text{ [mmHg]}$$

En el fondo, la temperatura es 115° C (388 K), por lo tanto la P^v del nitrobenzeno:

$$P_{NB}^v = 10^{13 - \frac{7243}{388 + 230}} = 19,05 \text{ [mmHg]}$$

Ahora es posible obtener el valor de la volatilidad relativa en la columna (α) utilizando la ecuación (3.7):

Tope de la columna:

$$P_{S.O}^v = 0,7 \text{ [mmHg]}$$

$$P_{NB}^v = 3,77 \text{ [mmHg]}$$

$$\alpha_{\text{tope}} = 5,38$$

Fondo de la columna

$$P_{S,O}^v = 4,4 \text{ [mmHg]}$$

$$P_{NB}^v = 19,05 \text{ [mmHg]}$$

$$\alpha_{\text{Fondo}} = 4,33$$

La volatilidad relativa media de una mezcla a lo largo de una columna se define según la siguiente ecuación

$$\alpha_{\text{tope}/\text{fondo}} = \sqrt{\alpha_{\text{tope}} \cdot \alpha_{\text{Fondo}}} \quad (3.12)$$

De esta forma, la volatilidad relativa de la mezcla en la columna batch de este problema será:

$$\alpha = \sqrt{5,38 \cdot 4,33} = 4,83$$

Una vez calculada la volatilidad relativa, se procede a obtener la relación de reflujo mínimo (R_{\min}) de acuerdo con la ecuación (3.4). En la destilación discontinua existen dos casos extremos, debido a que la composición del destilado varía con el tiempo, por lo que se hacen dos supuestos, el primero al comenzar la destilación y el segundo caso al término de esta:

Caso 1: La composición del componente S.O en N (volumen dentro de la columna) es igual a la concentración de S.O que ingresa a la columna, $y_B = 0,95$. Desde la ecuación (1.12), con $y_N = 0,95$ y $\alpha = 4,83$, se obtiene una composición de A en el residuo líquido (x_{N_A}) de 0,797, por lo tanto un R_{\min}

$$R_{\min} = \frac{1}{4,83 - 1} \left[\frac{0,999}{0,797} - 4,83 \left(\frac{1 - 0,999}{1 - 0,797} \right) \right] = 0,32$$

Caso 2: Al término de la destilación, asumiendo que la composición de la mezcla restante en la columna del compuesto S.O es el 10% del total, es decir $y_N = 0,1$ entonces de acuerdo a la ecuación (1.12) $x_N = 0,022$

$$R_{min} = \frac{1}{4,83 - 1} \left[\frac{0,999}{0,022} - 4,83 \left(\frac{1 - 0,999}{1 - 0,022} \right) \right] = 11,8$$

Por lo tanto para obtener la relación de reflujo mínimo basta calcular la media entre los R_{min} de los casos antes propuestos:

$$\bar{R}_{min} = 6.06$$

3.3 Número de etapas de la columna (Nm)

Para el cálculo de esta variable se utilizará la ecuación de Fenske, la cual es válida para sistemas con volatilidad constante. Permite calcular un número mínimo de etapas a reflujo total en una columna de destilación, para una mezcla multicomponente, la ecuación de Fenske expresa en términos de concentración en el destilado D, y en el fondo B, refiriéndose al componente más volátil, LK, y el menos volátil HK, la siguiente ecuación:

$$N_m = \frac{\ln \left[\left(\frac{x_{D,LK}}{x_{D,HK}} \right) \left(\frac{x_{B,HK}}{x_{B,LK}} \right) \right]}{\ln \alpha} \quad (3.13)$$

La elección de los componentes claves, especificando su concentración o la fracción recuperación en el destilado y escogiendo la presión en la parte superior de la columna para calcular la volatilidad relativa del componente clave más volátil respecto al componente menos volátil es suficiente para calcular el valor de N_m con la ecuación (3.13).

Al sustituir por los valores del problema:

Compuesto orgánico (LK)	$x_D:$ 0,999
	$x_B:$ 0,95

Nitrobenceno (HK) x_D : 0,001
 x_B : 0,05

Entonces, con la ecuación 3.13 se obtiene un número de estadio, Nm de 6,25.

3.4 Cálculo del diámetro de la columna

Dentro de la categoría de rellenos estructurales, existen distintos tipos y para poder calcular el diámetro de la columna es necesario determinar el tipo de relleno a utilizar. En este caso se tienen disponibles dos variedades distintas: tipo BX y CY.

- Tipo BX gauze packing, es diseñado para aplicaciones que requieren un alto número de etapas teóricas con baja caída de presión.
- Tipo CY gauze packing, diseñado para uso en columnas de diámetros pequeños y para separaciones que requieren un mayor número de etapas teóricas.

Ya que una de las características importantes en el diseño correspondiente a este problema es la baja caída de presión del sistema, el tipo de relleno elegido es el BX, el que ha sido utilizado en la industria por más de 30 años. Este tipo de relleno tiene características especiales, formulas y gráficos propios, los cuales han sido obtenidos desde el manual “Gauze structured packing” de KOCH-GLITSCH (anexo B). En él se encuentra la fórmula para calcular el “packing factor” (F_s), factor que representa características geométricas y de diseño del empaque.

$$F_s = V_v \sqrt{\rho_v} = \frac{G}{3600 \rho_v A} \sqrt{\rho_v} \quad (3.14)$$

Donde

- G = Velocidad del vapor en [Kg/hr]
- V_v = Velocidad del vapor en [m/seg]
- ρ_v = Densidad del vapor [kg/m³]
- A = Área de la sección transversal [m²]

Para facilidad de los distintos cálculos, esta ecuación (3.14), será dividida en dos fórmulas distintas:

$$F_S = V_v \sqrt{\rho_v} \quad (3.15)$$

$$F_S = \frac{G}{3600 \rho_v A} \sqrt{\rho_v} \quad (3.16)$$

Para obtener el valor de F_S , es necesario conocer la densidad de la mezcla de vapor compuesta por el compuesto orgánico S.O y el nitrobeneno.

3.4.1 Cálculo de la densidad del vapor

Es posible conocer esta variable, comenzando desde la ecuación de gases ideales:

$$P \cdot V = n \cdot R \cdot T \quad (3.17)$$

$$\rho = \frac{\text{masa}}{\text{volumen}} \quad (3.18)$$

Mediante una combinación de estas ecuaciones, se obtiene una expresión para calcular la densidad de la mezcla de vapor:

$$\rho = \frac{P \cdot PM}{R \cdot T} \quad (3.19)$$

- P = Presión en el fondo de la columna [mmHg]
- PM = Peso molecular de la mezcla [g / mol]
- R = Constante universal de los gases ideales [lt mmHg / mol K]
- T = Temperatura absoluta en el fondo de la columna [K]

El peso molecular de la mezcla será:

$$PM_{Mezcla} = x_{NB} \cdot PM_{NB} + x_{S.O} \cdot PM_{S.O} \quad (3.20)$$

Donde

- PM_{NB} = Peso molecular del nitrobenzeno [gr/mol].
- $PM_{S,O}$ = Peso molecular de la sustancia orgánica [gr/mol].
- x_{NB} = Fracción molar del nitrobenzeno.
- $x_{S,O}$ = Fracción molar de la sustancia orgánica.

Es necesario conocer el peso molecular de cada sustancia:

Tabla 3.1 Masa molecular de los compuestos involucrados.

	Masa molecular [gr/mol]	Fracción molar
Nitrobenzeno	123,11	0,05
Sustancia Orgánica	115	0,95

Por lo tanto, con la debida sustitución de estos datos en la ecuación (3.20), el peso molecular de la mezcla resulta:

$$PM_{Mezcla} = 0,05 \cdot 123,11 + 0,95 \cdot 115$$

$$PM_{Mezcla} = 115,41 \text{ [gr/mol]}$$

Luego, en la ecuación (3.19), y con los siguientes datos es posible obtener la densidad del vapor:

- Presión en el fondo de la columna= 10 [mmHg]
- Temperatura en fondo de la columna = 115 °C (388 K)
- Constante de gases ideales, $R = 62,364 \text{ [mmHg} \cdot \text{lt/mol} \cdot \text{K]}$

$$\rho_v = \frac{10 \cdot 115,41}{62,364 \cdot 388}$$

$$\rho_v = 0,048 \left[\frac{\text{gr}}{\text{lt}} \right] = 0,048 \left[\frac{\text{Kg}}{\text{m}^3} \right]$$

Ahora, para poder calcular el diámetro de la columna es necesario realizar una secuencia de pasos, con la ayuda de distintos gráficos específicos para el tipo de relleno estructural utilizado en esta oportunidad. Todos obtenidos desde el manual utilizado anteriormente “Gauze Structured Packing” de KOCH-GLITSCH (anexo B).

Pasos a seguir para el cálculo del diámetro de la columna de destilación batch:

1. Definir valor del “packing factor”, F_s , según la Figura 3.1
2. Elegir diferentes diámetros de columna
3. Calcular el área con cada diámetro seleccionado en el paso 2, de acuerdo a la siguiente ecuación

$$A = \pi \frac{D^2}{4} \quad (3.21)$$

4. Calcular la velocidad del gas con la ecuación (3.15) en [m/s] y en [kg/h] según la ecuación (3.16)
5. Obtener el valor de HETP desde la Figura 3.2
6. Con la Figura 3.3 encontrar la caída de presión en la columna.

Una vez completados estos pasos, es posible calcular el calor necesario para evaporar el flujo alimentado a la columna de acuerdo a la ecuación:

$$Q = \lambda \cdot G \quad (3.22)$$

Donde λ es el calor de vaporización en el fondo de la columna, como en esta zona la temperatura se ha fijado en 115 ° C, de acuerdo con la Tabla 2.2 el valor de λ corresponde a:

$$\lambda_{115^{\circ}C} = 147,84 \left[\frac{Kcal}{Kg} \right] = 615,58 \left[\frac{KJ}{Kg} \right]$$

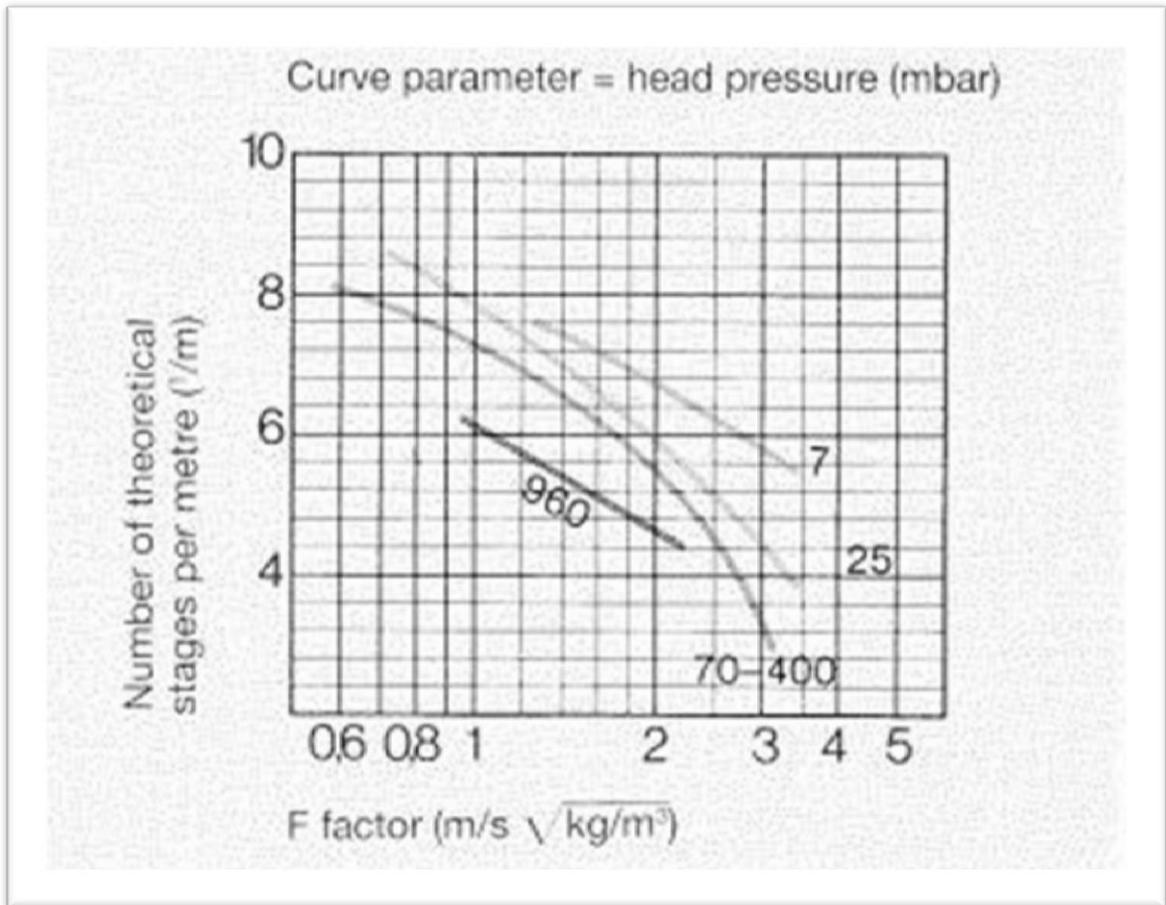


Figura 3.1 Gráfico del número de etapas teóricas por metro en función del packing factor, F_s . Las curvas representan distintas presiones de la columna en [mbar].

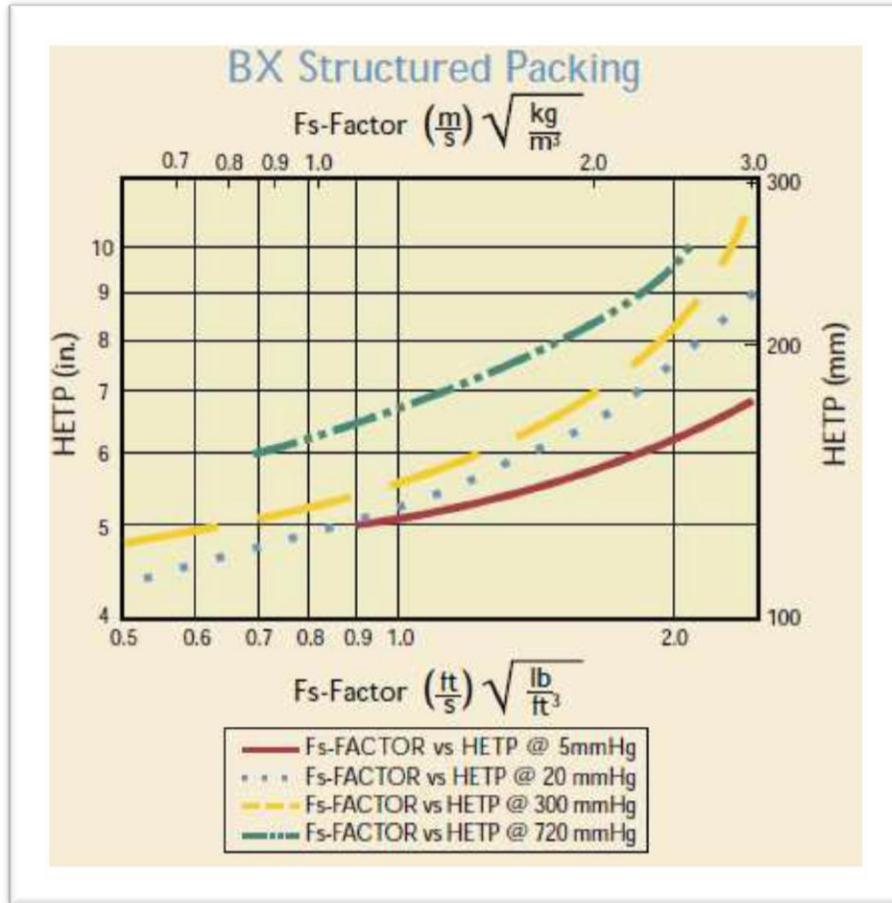


Figura 3.2 Gráfico del HETP en función del packing factor, Fs

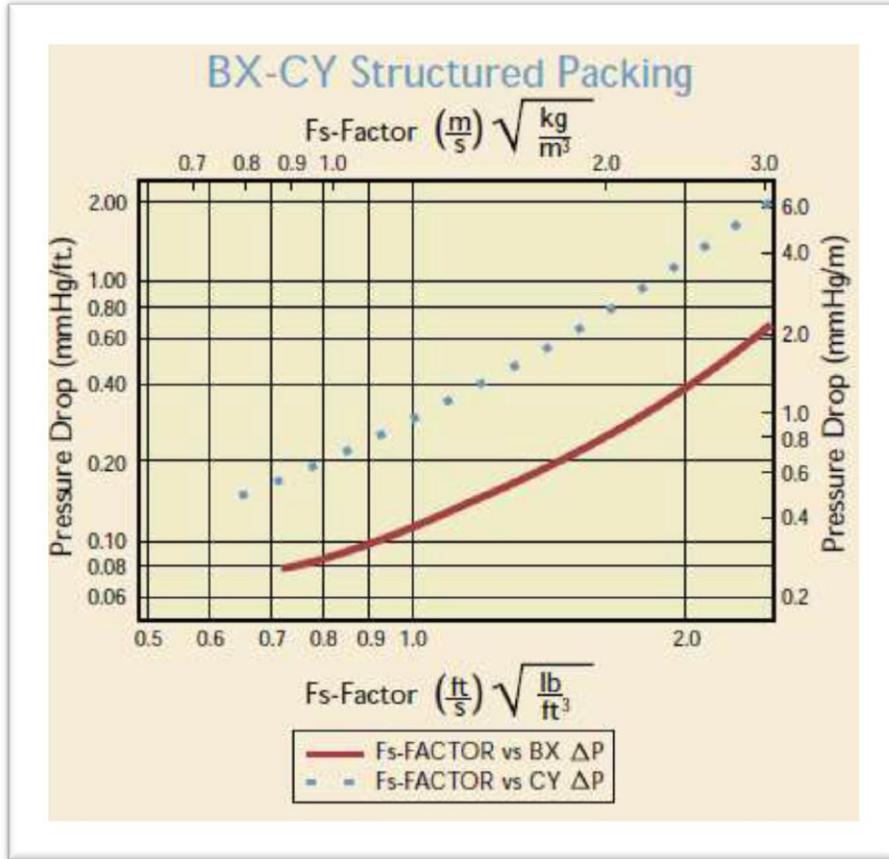


Figura 3.3 Gráfico de la caída de presión en función del F_s

3.4.2 Cálculo del “packing factor”

Para hallar el valor de F_s , en el gráfico de la Figura 3.1, es necesario ocupar un valor mayor al valor del número de etapas de referencia es decir 6,25, calculado mediante la ecuación (3.13) y sobre la curva de 7 [mbar], que es el valor de presión más cercano a la presión media de esta columna. Tomando todos los valores mayores a 6,25 en eje ordenada, los valores de F_s correspondientes a estos valores, pueden ser 1,2; 1,4 y 1,6 en las unidades de $\left[\frac{m}{s} \sqrt{\frac{kg}{m^3}}\right]$.

Las siguientes tablas (tabla 3.1 a 3.3) muestran la interacción de los posibles diámetros de la columna con distintas variables de importancia, a los distintos valores de F_s ya recomendados, todo esto para poder obtener el diseño definitivo de la columna.

- Para $F_s=1,2 \left[\frac{m}{s} \sqrt{\frac{kg}{m^3}} \right]$

Tabla 3.2 Calor y velocidad másica a distintos diámetros de columna para un F_s de 1,2

Diámetro columna [mm]	Diámetro columna [m]	Área columna [m ²]	Velocidad másica gas (G) [Kg/h]	Calor (Q) [KJ/h]
300	0,3	0,071	66,686	41056,964
250	0,25	0,049	46,310	28511,780
200	0,2	0,031	29,638	18247,539
150	0,15	0,018	16,672	10264,241
100	0,1	0,008	7,410	4561,885
90	0,09	0,006	6,002	3695,127
70	0,07	0,004	3,631	2235,324

Con la ecuación (3.15), se obtiene la velocidad del vapor

$$V_v = \frac{F_s}{\sqrt{\rho_v}} \quad (3.23)$$

El valor de la velocidad de vapor en [m/s] es:

$$V_v = \frac{1,2 \left[\frac{m}{s} \sqrt{\frac{kg}{m^3}} \right]}{\sqrt{0,048 \left[\frac{kg}{m^3} \right]}} = 5,49 \left[\frac{m}{s} \right]$$

Desde la Figura 3.1, se obtiene el número de etapas teóricas por metro, sobre la curva de 7 [mbar]:

$$\frac{n^\circ \text{ etapa teoricas}}{\text{metro}} = 7,8$$

El valor del HETP se obtiene desde la Figura 3.2

$$\text{HETP}=130 \text{ [mm]}$$

La caída de presión para un $F_s=1.2$, se obtiene desde la Figura 3.3

$$\frac{\Delta P}{\text{metro}} = 0,3 \left[\frac{\text{mmHg}}{\text{m}} \right]$$

De esta manera se procederá para los restantes valores de F_s .

- Para $F_s = 1,4 \left[\frac{\text{m}}{\text{s}} \sqrt{\frac{\text{kg}}{\text{m}^3}} \right]$

Tabla 3.3 Calor y velocidad másica a distintos diámetros de columna para un F_s de 1,4

Diámetro columna [mm]	Diámetro columna [m]	Área columna [m ²]	Velocidad másica gas (G) [Kg/h]	Calor (Q) [KJ/h]
300	0,3	0,071	77,800	47899,791
250	0,25	0,049	54,028	33263,744
200	0,2	0,031	34,578	21288,796
150	0,15	0,018	19,450	11974,948
100	0,1	0,008	8,644	5322,199
90	0,09	0,006	7,002	4310,981
70	0,07	0,004	4,236	2607,878

Velocidad del vapor:

$$V_v = 6,4 \left[\frac{\text{m}}{\text{s}} \right]$$

Número de etapas teóricas por metro:

$$\frac{n^{\circ} \text{ etapas teóricas}}{\text{metro}} = 7,5$$

Valor del HETP, según el gráfico de la Figura 3.2

$$\text{HETP} = 135 \text{ [mm]}$$

Caída de presión:

$$\frac{\Delta P}{\text{metro}} = 0,4 \left[\frac{\text{mmHg}}{\text{m}} \right]$$

- Para $F_s = 1,6 \left[\frac{\text{m}}{\text{s}} \sqrt{\frac{\text{kg}}{\text{m}^3}} \right]$

Tabla 3.4 Calor y velocidad másica a distintos diámetros de columna para un F_s de 1,6

Diámetro columna [mm]	Diámetro Columna [m]	Área columna [m ²]	Velocidad másica gas (G) [Kg/h]	Calor (Q) [KJ/h]
300	0,3	0,071	88,915	54742,618
250	0,25	0,049	61,746	38015,707
200	0,2	0,031	39,518	24330,053
150	0,15	0,018	22,229	13685,655
100	0,1	0,008	9,879	6082,513
90	0,09	0,006	8,002	4926,836
70	0,07	0,004	4,841	2980,431

El valor de la velocidad del vapor es:

$$V_v = 7,33 \left[\frac{\text{m}}{\text{s}} \right]$$

Número de etapas teóricas por metro

$$\frac{n^{\circ} \text{ etapas teóricas}}{\text{metro}} = 7,8$$

El valor del HETP:

$$\text{HETP} = 140 \text{ [mm]}$$

Caída de presión:

$$\frac{\Delta P}{\text{metro}} = 0,6 \left[\frac{\text{mmHg}}{\text{m}} \right]$$

Con la ecuación (1.20), se calcula la altura de relleno, recordando:

$$\text{Altura de relleno} = \text{número de etapas de equilibrio} \times \text{HETP}$$

La altura total de la columna se obtiene asumiendo un valor aproximado del doble del valor de la altura de los relleno, así:

Tabla 3.5 Distintos valores de altura de la columna a los diversos Fs.

Fs $\left[\frac{\text{m}}{\text{s}} \sqrt{\frac{\text{kg}}{\text{m}^3}} \right]$	Altura de relleno [m]	Altura de la columna [m]
1,2	1,014	2
1,4	1,0125	2
1,6	0,98	2

Para realizar la selección de los valores de diseño de la columna, se realiza una comparación, como se verifica en la siguiente tabla, de la caída de presión para cada tramo de la columna, en función de los distintos valores de Fs seleccionados anteriormente. De esta manera es posible comparar con los datos originales del problema (la caída de presión debe ser lo más cerca posible a un rango entre 2 y 10 [mm Hg]).

$$\Delta P = \text{Altura} \cdot \text{Caída de presión}$$

Tabla 3.6 Pérdida de carga a lo largo de la columna a distintos Fs

Altura [m]	Fs		
	1,2	1,4	1,6
	ΔP [mmHg]		
0	2	2	2
0,1	2,03	2,04	2,06
0,2	2,09	2,12	2,18
0,3	2,18	2,24	2,36
0,4	2,3	2,4	2,6
0,5	2,45	2,6	2,9
0,6	2,63	2,84	3,26
0,7	2,84	3,12	3,68
0,8	3,08	3,44	4,16
0,9	3,35	3,8	4,7
1	3,65	4,2	5,3
1,1	3,98	4,64	5,96
1,2	4,34	5,12	6,68
1,3	4,73	5,64	7,46
1,4	5,15	6,2	8,3
1,5	5,6	6,8	9,2
1,6	6,08	7,44	10,16
1,7	6,59	8,12	11,18
1,8	7,13	8,84	12,26
1,9	7,7	9,6	13,4
2	8,3	10,4	14,6

Como el tope de la columna debe tener una presión equivalente a 2 [mm Hg] y la caída de presión debe ser tal que al final de la columna no sobrepase los 10 [mmHg], el valor del packing factor que mejor se aproxima es 1,4.

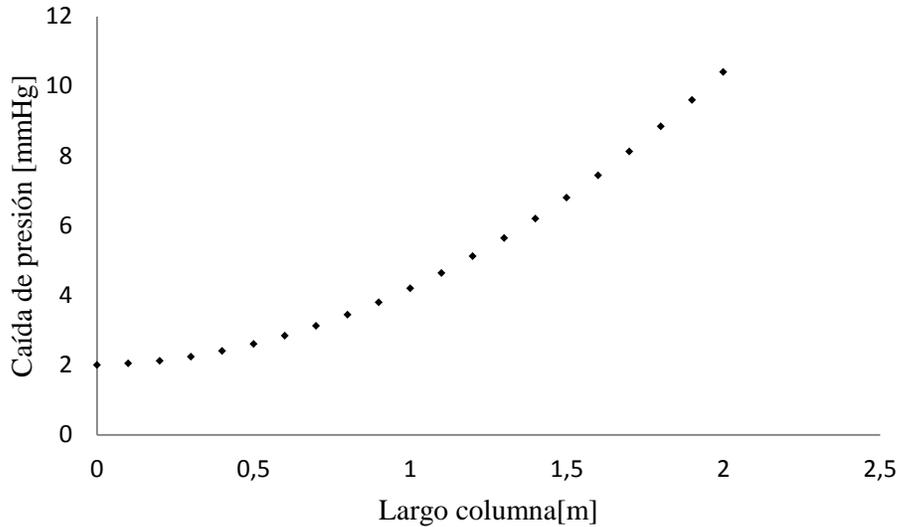


Figura 3.4 Gráfico de la caída de presión de la columna en función de su longitud.

Para realizar la selección del diámetro de la columna el factor de discriminación en este caso será económico donde el parámetro elegido es la cantidad de energía necesaria para formar el vapor, de acuerdo a esto, se utilizará el valor más bajo de calor necesario en el intercambiador de calor para evaporar la mezcla. Así, por motivos económicos, de acuerdo la packing factor seleccionado ($F_s = 1,4 \left[\frac{m}{s} \sqrt{\frac{kg}{m^3}} \right]$) la columna tendrá un diámetro de 70 [mm] para el cual se necesitarán 2607,8 [KJ/ hora] para hacer evaporar la mezcla.

Resumiendo, la columna será diseñada con los siguientes parámetros:

- Diámetro de columna: 70 [mm]
- Área de la columna: 0,004 [m²]
- Altura de la columna: 2 [m]
- Velocidad másica del gas (G): 4,24 [Kg/hr]

3.5 Diseño del condensador

El calor necesario a utilizar en el condensador para hacer condensar el compuesto S.O se obtiene según la ecuación 3.22, donde la entalpía de condensación para la temperatura fijada en la parte superior de la columna, 80 °C, se obtiene desde la Tabla 2.2.

$$\lambda_{80^{\circ}\text{C}} = -155,53 \left[\frac{\text{Kcal}}{\text{Kg}} \right] = -655,7 \left[\frac{\text{KJ}}{\text{Kg}} \right]$$

En consecuencia, el calor necesario en el condensador, con un valor de velocidad másica del gas constante a lo largo de la columna igual a 4,24 [kg/h]

$$\dot{Q}_{\text{condensador}} = -655,7 \times 4,24$$

$$\dot{Q}_{\text{condensador}} = -2780,2 \text{ [KJ/hr]}$$

La energía térmica se define según la ecuación:

$$\dot{Q} = U \cdot A_c \cdot \Delta T_{LM} \quad (3.24)$$

Donde

- U = Coeficiente global de transferencia en $\left[\frac{\text{KJ}}{\text{hr m}^2 \text{ } ^{\circ}\text{C}} \right]$
- A_c = Área del condensador en $[\text{m}^2]$
- ΔT_{LM} = Diferencia de temperatura media logarítmica en $[^{\circ}\text{C}]$

3.5.1 Diferencia de temperatura media logarítmica

A medida que los flujos recorren la columna, la gradiente de temperatura entre ellos varía con la posición a lo largo de la torre Para resolver este problema, se utiliza una diferencia de temperatura media logarítmica (ΔT_{LM}) entre el fluido caliente y el de enfriamiento al ingreso y a la salida del equipo.

Se asume que el flujo de materia orgánica y el fluido frío se mueven en contracorriente por el condensador.

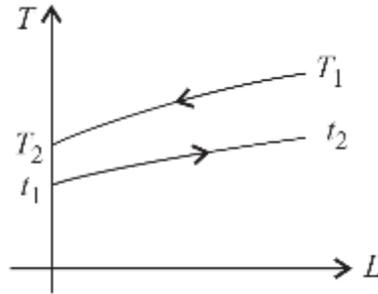


Figura 3.5 Diagrama de temperatura del fluido caliente (T_i) y el fluido frío (t_i) a lo largo del intercambiador de calor.

La ecuación del ΔT_{LM} es definida como:

$$\Delta T_{LM} = \frac{\Delta T_1 - \Delta T_2}{\ln\left(\frac{\Delta T_1}{\Delta T_2}\right)} \quad (3.25)$$

Los valores ΔT_1 y ΔT_2 varían según la configuración de los flujos, si se encuentran en paralelo o contracorriente. Para un sistema en contracorriente:

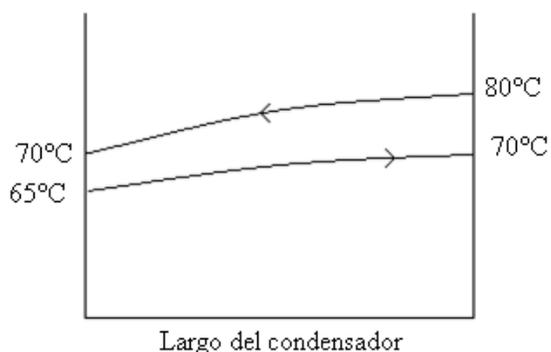
$$\Delta T_1 = T_1 - t_2 \quad (3.26)$$

$$\Delta T_2 = T_2 - t_1 \quad (3.27)$$

Donde

- T_1 : Temperatura de entrada del fluido caliente en [°C], en este caso, la materia orgánica.
- T_2 : Temperatura de salida de fluido caliente en [°C], en este caso la materia orgánica.
- t_1 : Temperatura de entrada del fluido frío en [°C], en este caso agua.
- t_2 : Temperatura de salida del fluido frío en [°C], en este caso agua.

En este caso, debido a que el compuesto S.O no puede alcanzar una temperatura menor a 70° C, se asumirá que este compuesto entra al condensador a 80 °C y saldrá a 70°C. El agua de refrigeración entrará a una temperatura de 65°C y saldrá del equipo a 70°C, de esta forma el compuesto S.O mantendrá una temperatura mayor de 70 °C. Con los datos del problema, se obtiene el siguiente diagrama de temperatura en función del largo del condensador:



Sustituyendo estas temperaturas en las ecuaciones (3.26) y (3.27), se obtiene:

$$\Delta T_1 = 10^\circ\text{C}$$

$$\Delta T_2 = 5^\circ\text{C}$$

Por lo que el valor de la diferencia de temperatura media logarítmica será:

$$\Delta T_{LM} = 7.21^\circ\text{C}$$

Como el valor de la energía térmica necesaria en el condensador ya ha sido calculado, solo resta obtener el valor del coeficiente de transferencia de calor, para el cual se utilizará la siguiente tabla:

Tabla 3.7 Coeficiente global de intercambio para sustancias orgánicas a distintas viscosidades.

Flujo Caliente	Flujo frío	Coeficiente global de intercambio (U_D) [$BTU/hrpie^2\text{°F}$]
Sustancia orgánica ligera ($\mu < 0.5 \text{ Cp}$)	Agua	75-150
Sustancia orgánica media ($0.5 < \mu < 1 \text{ Cp}$)	Agua	50-125
Sustancia orgánica pesada ($\mu > 0.5 \text{ Cp}$)	Agua	5-75

*Datos extraídos desde el libro “procesos de transferencia de calor”, Kern

El fluido caliente es la sustancia orgánica, en la entrada del condensador tiene una temperatura tal que su viscosidad es menor de 0,5 cp. De acuerdo con la tabla 2.2 el intervalo de coeficiente global de transferencia (U_D) a utilizar será entre 75 y 150 [$BTU/hrpie^2\text{°F}$]. De estos valores se utilizará un valor medio igual a 100 [$BTU/hrpie^2\text{°F}$].

Es necesario transformar este valor a unidades de sistema internacional:

$$100 \left[\frac{BTU}{hrpie^2\text{°F}} \right] = 567.683 \left[\frac{J}{s \text{ m}^2\text{°C}} \right] = 2.04 \times 10^3 \left[\frac{KJ}{hr \text{ m}^2\text{°C}} \right]$$

Con estos datos es posible calcular el área del condensador, basta reordenar la ecuación (3.24)

$$A_C = \frac{\dot{Q}}{U_D \cdot \Delta T_{LM}}$$

Donde:

- Potencia térmica (\dot{Q}): 2780,2 [KJ/hr]
- Coeficiente global de transferencia: $2,04 \times 10^3 \left[\frac{KJ}{hr \text{ m}^2\text{°C}} \right]$
- Temperatura media logarítmica: 7,21 °C

Área del condensador:

$$A_C = \frac{2780,2}{2,04 \times 10^3 \times 7,21}$$

$$A_C = 0,189 \text{ [m}^2\text{]}$$

3.5.2 Cálculo del agua requerida en el condensador:

El flujo másico de agua necesaria para realizar la condensación se obtendrá desde la ecuación:

$$\dot{Q} = \dot{m} \cdot C_p \cdot \Delta T \quad (3.28)$$

$$\dot{m} = \frac{\dot{Q}}{C_p \cdot \Delta T} \quad (3.29)$$

Dónde:

- \dot{Q} = Potencia térmica. Es el mismo valor que el requerido por el condensador [KJ/hr].
- C_p = Capacidad calorífica del agua en $\left[\frac{\text{KJ}}{\text{gr}^\circ \text{C}} \right]$.
- ΔT = Diferencia de temperatura del agua que entra y sale del condensador [$^\circ\text{C}$].

Para obtener la capacidad calorífica del agua se calcula la temperatura media del agua en el condensador, como ya se ha especificado, el agua entra a 65°C y sale a 70°C , así:

$$\bar{T}_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{65 + 70}{2} = 67,5^\circ\text{C}$$

La capacidad calorífica del agua a esta temperatura media es igual a:

$$C_{p_{H_2O}}(67.5^{\circ}\text{C}) = 4,18 \left[\frac{\text{J}}{\text{gr}^{\circ}\text{C}} \right] = 4,18 \times 10^{-3} \left[\frac{\text{KJ}}{\text{gr}^{\circ}\text{C}} \right]$$

El flujo másico de agua será obtenida desde la ecuación (3.29)

$$\dot{m} = \frac{2780,2}{4,18 \times 10^{-3} \times (70 - 65)} = 133024 \left[\frac{\text{gr}}{\text{hr}} \right] = 133,02 \left[\frac{\text{Kg}}{\text{hr}} \right]$$

3.5.3 Cálculo de la potencia en el tanque con la resistencia eléctrica para calentar el agua de enfriamiento

La potencia necesaria en el estanque donde se calienta el agua antes de entrar en el condensador se obtiene desde la ecuación (3.28), donde el flujo másico es el mismo valor que el utilizado en el cálculo anterior, y suponiendo que el agua entra a este estanque a 20°C y debe salir a una temperatura de 65°C, que es la temperatura a la cual el agua entra al condensador. La capacidad calorífica a esta temperatura es casi la misma que en el cálculo anterior, en realidad esto ocurre solo al inicio ya que durante el funcionamiento el agua se enfría, por lo que, para mantener la temperatura en 65°C se reintegra flujo de manera continua en este estanque, así:

$$\dot{Q} = 133024 \times 4,18 \times (65 - 20) = 6950,15 \text{ [J/s]} = 6,95 \text{ [KW]}$$

3.6 Elección de la bomba de vacío

Para seleccionar la bomba correcta que logre el vacío requerido, es necesario conocer el volumen a ser evacuado del equipo, este valor se obtiene de la siguiente expresión:

$$V_E = V_A \cdot F_{pd} \quad (3.30)$$

- V_A : Volumen del equipo en el cual se realizará el vacío
- F_{pd} : Factor de “pump down”

3.6.1 Factor de “pump down”

El factor bombeo o de “pump down”, F_{pd} , se determina desde el siguiente gráfico en función de la presión absoluta en el equipo al cual se realizará el vacío.

Desde la Figura 3.6, en este caso el factor de “pump down” para el rango de presión de la columna batch:

$$F_{pd} = 6.9 \text{ para una presión de } 2[\text{mmHg}]$$

$$F_{pd} = 5.8 \text{ para una presión de } 10 [\text{mmHg}]$$

El valor para el cual se diseñará la bomba se determinará en una situación crítica de funcionamiento, es decir en este caso este valor es un factor de “pump down” igual a 6,9 para una presión de 2[mmHg].

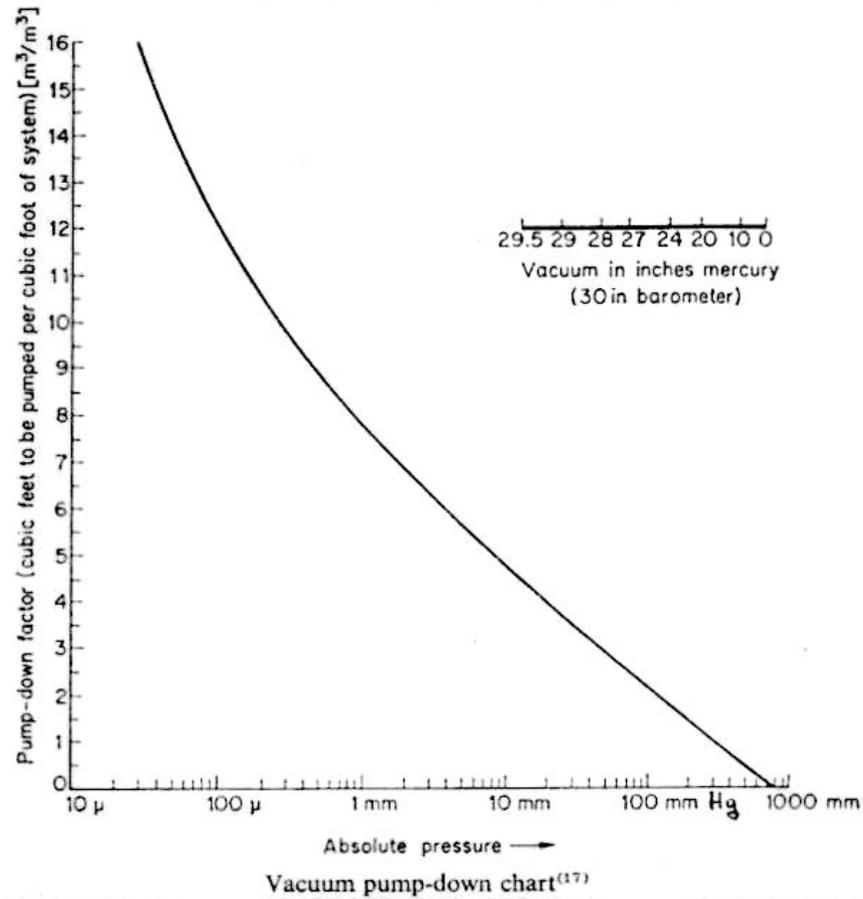


Figura 3.6 Gráfico del factor de “pump down” en función de la presión absoluta.

El volumen del equipo es calculado mediante la ecuación del volumen de un cilindro:

$$V = \frac{\pi D^2}{4} \cdot h \quad (3.31)$$

Donde

- D = Diámetro de la columna de destilación [m]
- h = Altura de la columna de destilación [m]

El volumen de la columna con los datos ya calculados:

$$V_{\text{columna}} = \frac{\pi \times 0.07^2}{4} \cdot 2 = 0.0077 \text{ [m}^3\text{]}$$

Teniendo en cuenta tuberías, válvulas, bombas, intercambiadores de calor, etc., se asumirá un factor de multiplicación igual a 3, así se obtiene el volumen total del aparato (V_A). De esta manera, el V_A es igual a:

$$V_A = 0.0077 \cdot 3 = 0.023 \text{ [m}^3\text{]}$$

Por lo tanto, conociendo esta variable, el volumen a ser evacuado es igual a:

$$V_E = 0.023 \times 6.9 = 0.16 \text{ [m}^3\text{]}$$

Una vez conocido este volumen y la presión necesaria en la columna, se puede realizar una comparación de estos datos con la información obtenida desde el catálogo 2010 "Technology for vacuum system" de Vacuumbrand, de este modo, se ha elegido la bomba que tiene las siguientes características:

- Modelo PC 3012 Vario
- Flujo de la bomba de 1,7 por [m³/hora]
- Presión 2 [mbar]

3.6.2 Tiempo de “pump down”

El flujo de pump down (V_{PD}), se define como el flujo del sistema para crear el vacío necesario, se calcula con la siguiente ecuación:

$$V_{pd} = \frac{V_A}{t_{pd}} \quad (3.32)$$

Donde t_{pd} es el tiempo de pump down. Para valores de t_{pd} altos se requieren equipos pequeños y poco costosos en vez de cuando se tienen valores de t_{pd} modestos, las máquinas requeridas son grandes y de mayor costo.

El tiempo de pump down, es igual a:

$$t_{pd} = \frac{V_A}{V_{pd}}$$

Con los datos del problema:

$$t_{pd} = \frac{0.023}{1.7} = 0.014 \text{ [hr]} = 48.9 \text{ [seg]}$$

4 Sistema de control

4.1 Aspectos Teóricos

La instrumentación y control, es aquella parte de la ingeniería responsable de definir el nivel de automatización de cualquier planta de proceso. Su objetivo es obtener un buen rendimiento del proceso, considerando aspectos tales como la seguridad en el proceso y para las personas, manteniendo la calidad del producto considerando el justo equilibrio entre costo y el producto final (relación calidad-precio). El desarrollo de un cierto control del proceso consiste en una cierta estructura, que consta de los siguientes parámetros:

- Evaluación de las variables a través de un elemento de medición mediante un sensor/transductor y el instrumento de medición.
- Análisis de las variables del proceso, a partir de este análisis se pueden obtener, según el caso, una señal de corrección que puede modificar las variables de proceso.

Entre los objetivos de controlar un cierto proceso se encuentran:

- Asegúrese de que el proceso se desarrolle en un ambiente seguro y estable.
- Establecer un diseño de sistema de control que permite al operador controlar, comprender y, si es necesario, modificar selectivamente las variables.
- Evitar desviaciones significativas de las especificaciones de los productos con el fin de ejecutar el proceso de una manera consistente con los objetivos de la calidad de cada producto.

- Permitir al operador cambiar un valor o set point (valor de referencia), sin perturbar otras variables controladas.
- Evitar cambios significativos y rápidos en las variables que puedan infringir o alterar las restricciones operativas o disturbar unidades integradas o situadas en etapas posteriores.
- Controlar valores de calidad del producto para maximizar su utilidad y en lo posible reducir al mínimo el consumo de energía.

El control automático de un proceso es un caso especial que incluye el control electrónico, que debe tener en cuenta distintos aspectos como técnicos (electrónica, sistemas informáticos, etc.), científicos (investigación de nuevos métodos y materiales, etc.) y económicos (mejoramiento de los márgenes de ganancia sin pérdida de calidad y competitividad). Este tipo de control se utiliza para medir, controlar y modificar los cambios en cuatro tipos principales de variaciones en el proceso:

- Control de temperatura
- Controlar la presión
- Nivel de control
- Control de Flujo

Existen también otras variables controlables como peso específico, conductividad térmica, velocidad y en algunos casos la composición.

En el caso específico de una destilación, la temperatura y la presión varían constantemente a lo largo de la columna, esto ayuda a obtener el material que es retirado por la parte superior de esta, el problema es el control de estas dos variables.

En el presente capítulo se presenta una explicación de los sistemas que necesitan ser controlados para que el sistema funcione correctamente, ya que el control de este proceso fue realizado en forma paralela a este trabajo por otro estudiante en el Politécnico de Torino, pero dadas las características y condiciones de esta columna de destilación es importante conocer los sistemas que hacen funcionar y mantener las condiciones necesarias para lograr la destilación.

En la Figura 4.1 se encuentra representado el sistema general del equipo, el cual consta del sistema de creación del vacío, el sistema de refrigeración y el sistema de inyección de nitrógeno. A continuación se describen por separado cada sistema de control para cada sección ejemplificados con el esquema correspondiente.

4.2 Sistemas de control

4.2.1 Sistema de Inyección de Nitrógeno

La Figura 4.2 muestra un diagrama del circuito de nitrógeno. Este elemento es necesario para proteger el destilado (compuesto S.O) del contacto directo con el oxígeno del aire, esto podría causar la destrucción y la consiguiente degradación del compuesto. Para que esto no suceda, la sustancia debe ser descargada del tanque de almacenamiento en atmósfera de nitrógeno ya que este elemento se comporta como un sustituto de la atmósfera, creando un ambiente seco e inerte, reduciendo así el riesgo del compuesto orgánica a ser oxidado . El nitrógeno es un elemento inerte que transforma el ambiente donde se encuentra la sustancia que se debe recuperar, evitando que esta forme una mezcla con el oxígeno de la atmósfera circundante.

En cada uno de los tres recipientes donde es almacenado el flujo de destilado, así como en el tanque de almacenamiento final (AISI 10 l), se introduce una línea que transporta nitrógeno, la cual presenta una válvula manual para controlar el flujo de entrada de este elemento, el cual se difunde parcialmente en el gas de purga y la materia orgánica se descarga por la parte inferior de cada recipiente.

4.2.2 Sistema de enfriamiento con calefacción eléctrica

Este circuito (ilustrado en la Figura 4.3) tiene como objetivo la condensación del compuesto orgánico. Para conseguirlo, es necesario utilizar agua como fluido de enfriamiento. El agua será tratada en un estanque agitado que contiene una resistencia eléctrica, la que, al inicio del funcionamiento del condensador, eleva su temperatura de modo que cuando el agua entre en el intercambiador de calor será posible controlar la temperatura del compuesto S.O. Como se ha

explicado anteriormente es necesario garantizar que esta sustancia no llegue a temperaturas menores de 70 ° C, porque si llegara a este punto la sustancia orgánica se modifica y pasa del estado líquido al estado sólido, causando problemas y mal funcionamiento en el condensador de la columna.

El agua que sale del condensador lo hace a una mayor temperatura, luego regresa al estanque agitado (LI), y cuando lo hace, el agua caliente ayuda a aumentar la temperatura del agua nueva que entra al tanque, el agua fría es descargada por el fondo de este.

Un controlador de temperatura mide la temperatura del agua y permite la apertura de una serie de válvulas de regulación (EV2) que se encuentran en la línea de entrada del líquido de refrigeración al intercambiador de calor. Este controlador de temperatura se encuentra conectado a un termómetro situado en la entrada del condensador a través de un mecanismo neumático

Un segundo regulador de temperatura se encuentra ligado a una serie de válvulas de control (EV3) de la línea del agua que entra en el estanque y regula también el flujo de este líquido en el estanque con la serie de válvulas en la línea de salida del agua (EV4), cuando la temperatura en este recipiente es mayor a 65°C, este mecanismo de regulación de temperatura permite el paso de nueva agua fría a 20°C, de manera de mantener la temperatura necesaria. Este control se encuentra vinculado, por medio de un mecanismo de transmisión neumática, con la resistencia eléctrica responsable del aumento de la temperatura del líquido.

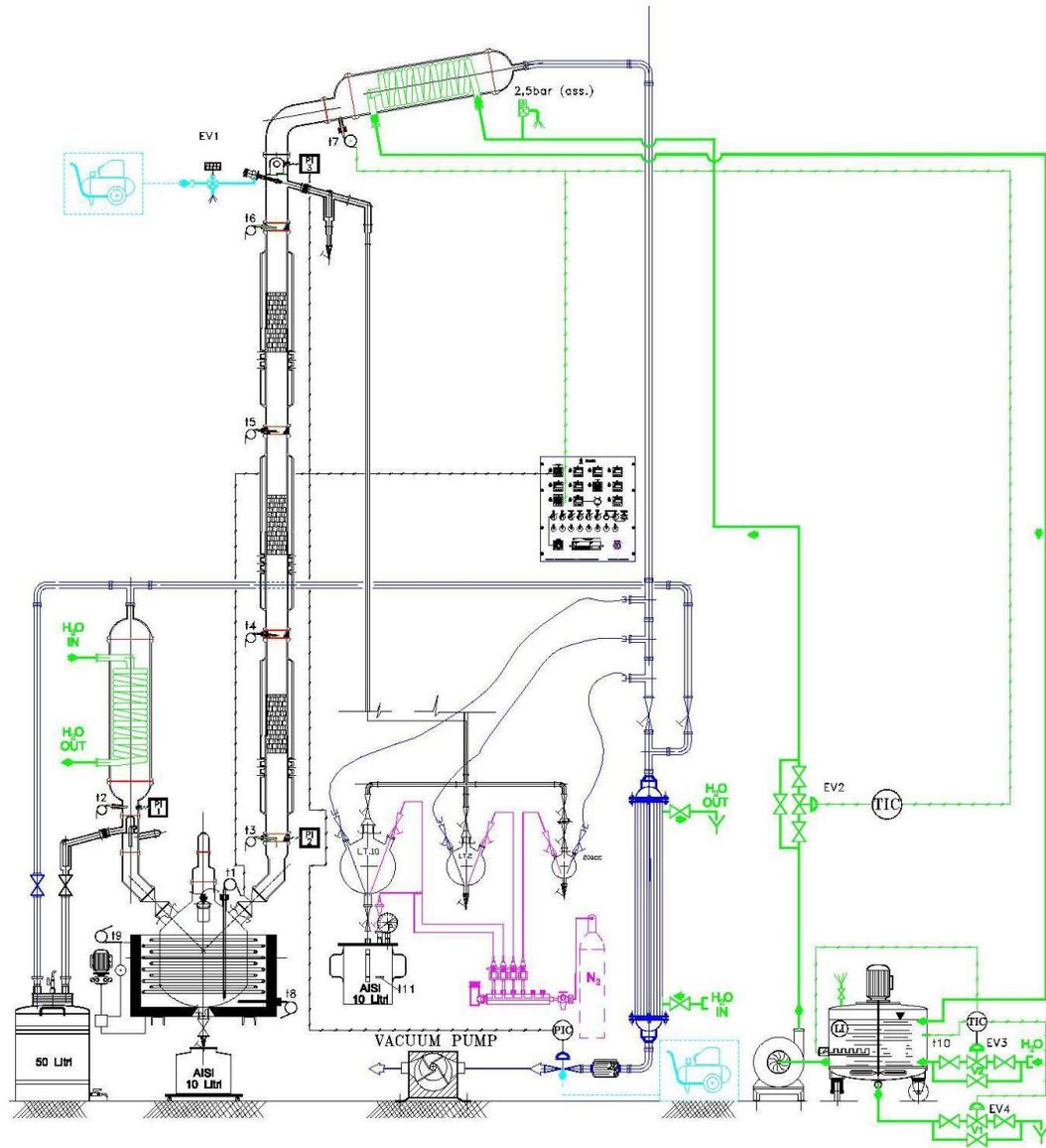


Figura 4.1 Circuito del sistema general

4.2.3 Sistema para la formación del vacío

Para crear un vacío es necesario contar con una bomba responsable de la reducción de la presión de la columna y mantenerla en el rango requerido, este circuito es ilustrado en la Figura 4.4.

La bomba aspira el gas desde el extremo libre del condensador, debido a esto, existe la posibilidad de que una pequeña cantidad de material orgánico que se ha condensado entre a la bomba, esto puede crear problemas en ella y su consecuente mal funcionamiento. Es necesario un sistema de calefacción que utiliza agua caliente para elevar la temperatura y un filtro para la eliminación de cualquier resto del compuesto orgánico transportado por el gas, y así obtener la protección de la bomba.

Existe un controlador de presión en la entrada de la bomba que regula la apertura de una válvula de diafragma. Este controlador se encuentra conectado a un indicador de presión neumático (PI-3) situado en la parte superior de la columna de destilación.

El vacío también debe ser producido en el estanque de recolección del destilado, por lo que existe una sub-línea que sale desde cada uno de los tres estanques, cada uno de ellos está conectada a la línea de aspiración del gas. Cada sub-línea está regulada por una válvula manual.

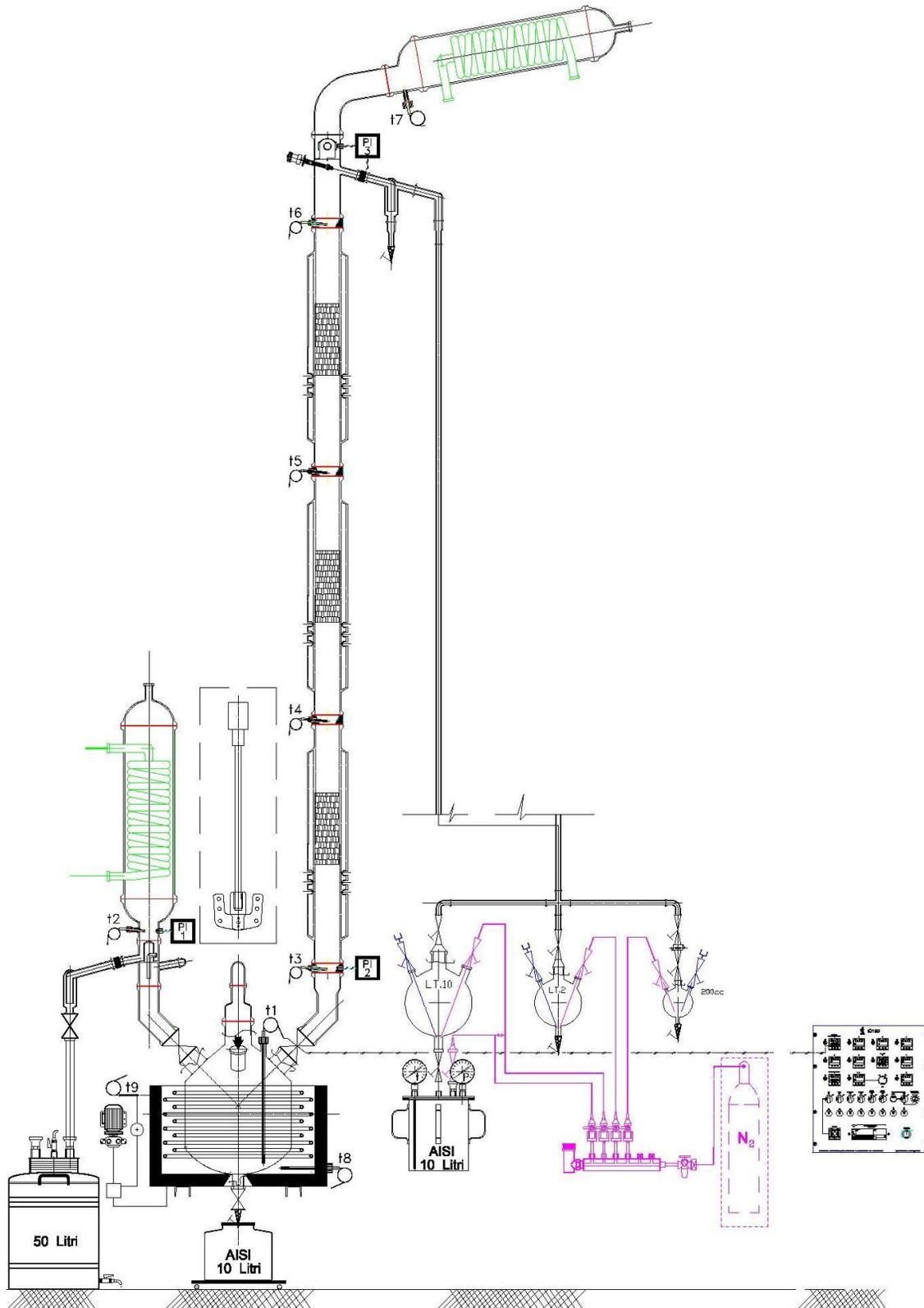


Figura 4.2 Circuito de inyección de nitrógeno

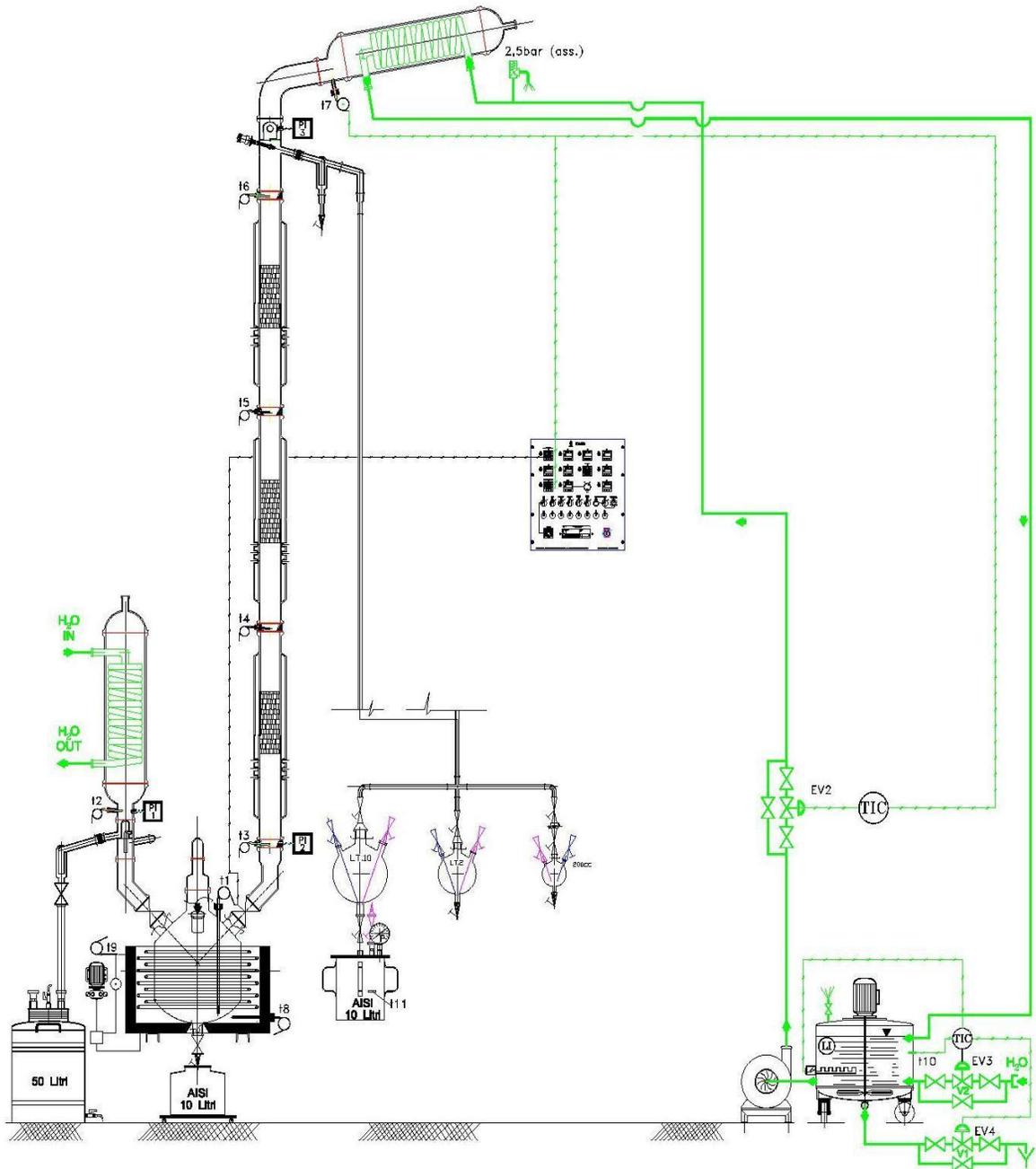


Figura 4.3 Circuito de enfriamiento con calentamiento eléctrico.

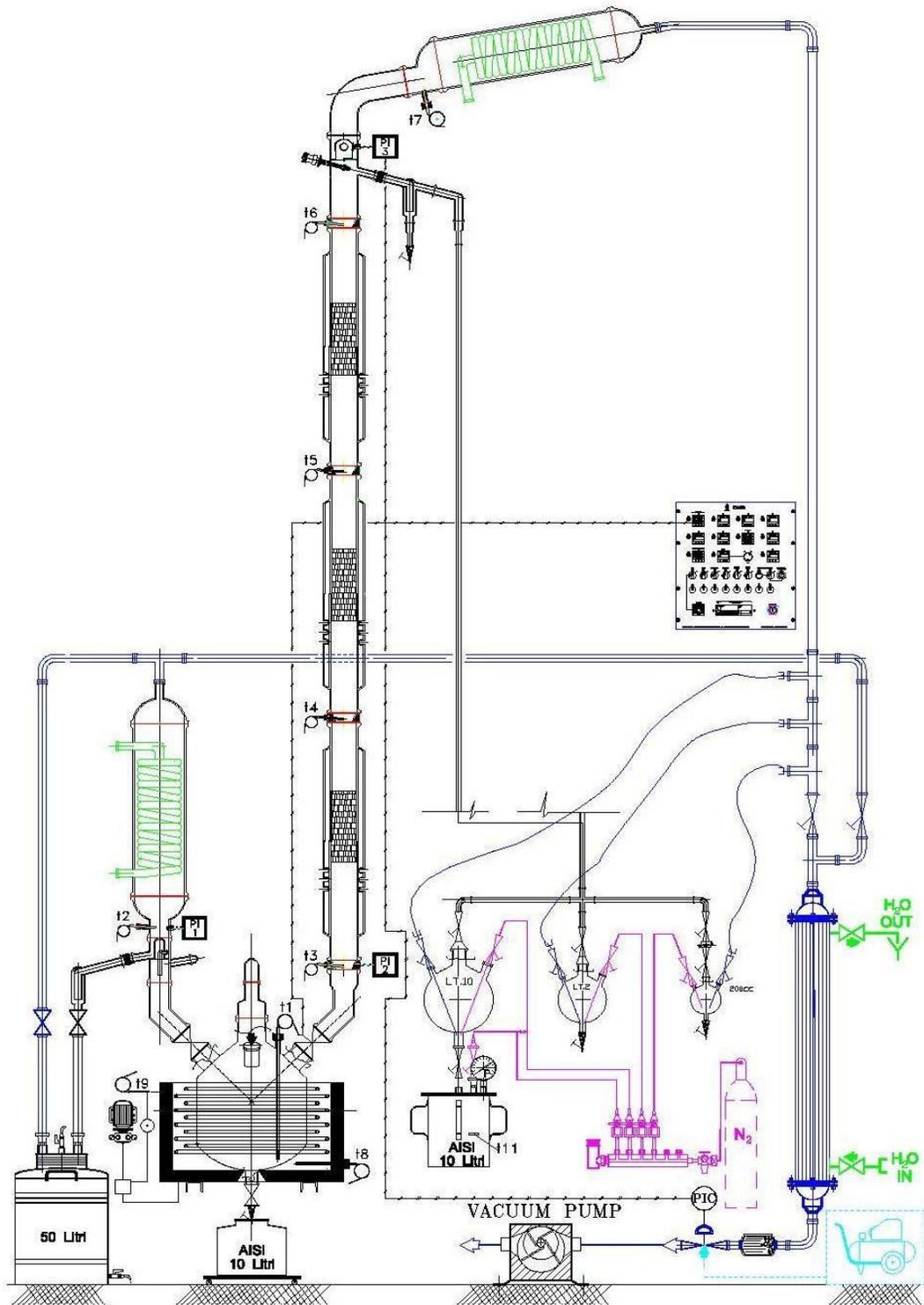


Figura 4.4 Circuito del sistema de creación del vacío con calentamiento.

CONCLUSIÓN

La elección del tipo de destilación a utilizar en un determinado proceso se define según el tipo de compuesto a separar, sus propiedades y la composición y propiedades físico-químicas de las especies a separar.

La destilación discontinua es generalmente usada en operaciones donde se requieren bajos volúmenes de trabajo, es decir en producciones pequeñas y escala pequeña, algunas veces mediana, lo que es coherente con los datos obtenidos en el estudio ya presentado donde la columna será diseñada con un diámetro de 70 [mm] y 2 [m] de altura, equivalente a un volumen igual a $7,7 \times 10^{-3}$ [m³].

Al término de esta tesis, el equipo se encontraba en proceso de realización a nivel experimental para saber si con el diseño obtenido, se cumplían con las características deseadas. Entre las noticias que se han tenido hasta el momento, se encuentran:

- Los resultados a nivel experimental fueron satisfactorios, logrando un aumento de pureza del compuesto, ya que con la configuración anterior no se obtenía un destilado con una concentración mayor a 94% y hoy en día es posible obtener purezas en torno del 98-99% lo que se traduce en ganancias de más del 40% respecto a ganancias anteriores.
- La construcción de este equipo ha sido evaluado en un proyecto de 130000US\$.

Por lo tanto, después de conocer estos datos, es correcto el uso de relleno estructurado tipo BX logrando una mayor pureza del compuesto S.O respecto a diseño anterior, efectivamente este tipo de relleno también responde con un mejor desempeño en un ambiente de vacío.

BIBLIOGRAFIA

Branan C. (1998). Rules of thumb for chemical engineers: manual of quick, accurate solutions to everyday process engineering problems. 2nd edition. Gulf Publishing Company, Houston, 195-200.

Chopey N. (2004). Handbook of chemical engineering calculations. 3rd edition. Editorial McGraw-Hill, United State, section 8; 8.4-8.6.

Coulson and Richardson. (2002). Chemical engineering, volume 2: Particle Technology and Separation Processes. 5th edition. Butterworth-Heinemann editorial 542-638.

Couper J, Roy P, Fair J, Walas S. (1990). Chemical process equipment: selection and design. 2nd edition. Butterworth-Heinemann publications, United State of America, 413-429.

Creuss Sole A.(1999). Instrumentación industrial. 6th Edición. Alfaomega S.A, Mexico,12-22.

Darakchiev R, Dodev C. (2002). Gas flow distribution in packed columns. Chemical Engineering and Processing 41, 385–393.

Davies L. (2003). Environmental health criteria 230, Nitrobenzene. World health organization Geneva, 11-12.

Diwekar M, Madhavan K. (1991). Multicomponent batch distillation column design. Ind Eng Chem, volume 30, n° 4, 713-721.

Geankoplis C. (1998). Transport processes and unit operations. 3rd edition. Continental publishing company S.A. Mexico, 716-723.

Green D, Vago G. (2004). Properly employ overhead condensers for vacuum columns. February edition. CEP Magazine AICHE, 38-43.

Bibliografía

Henley E, Seader J. (2006). Separation process principles in chemical engineering. 2nd edition. John Wiley & Sons, Inc. United State, 278-280; 466-471.

Holman J.P. (1999). Transferencia de calor. 10th edición. Continental S.A. México, 494-496.

Jiménez Gutiérrez A. (2003). Diseño de Procesos en Ingeniería Química. 1st edición. Reverte S.A. Barcelona, España, 149-152.

Kern, Donald. (1999). Procesos de Transferencia de Calor, 13th Edición. Continental S.A. México, 869-870; 894-895.

Kister H, Scherffius J, Afshar K, Abkar E. (2007). Realistically Predict Capacity and Pressure Drop for Packed Columns. July edition. CEP Magazine – AICHE, 28-38.

Kister Henry. (1992). Distillation Design, 1st edition. McGraw-Hill, Inc, United State of America, 213-233.

Koch-Glitsch. (2000). Manuale “Gauze Structured Packing”, Bulletin KGP-6. Koch-Glitsch, Inc.

Luyben M, Luyben W. (1997). Essential of Process Control. International Editions, Singapur.67-75.

Marcilla Gomis A. (1999). Introducción a las Operaciones de Separación: Cálculo por Etapas de Equilibrio. Universidad de Alicante, Textos Docentes. 50-62.

Martínez de la Cuesta P, Rus Martínez E. (2004). Operaciones de Separación en Ingeniería Química: Métodos de Cálculo. Pearson educación S.A., Madrid, 437-441.

McCabe W, Smith J, Harriott P. (2000). Unit operations in Chemical Engineering, 7th edition. Editorial McGraw-Hill, United State. 737-762.

Medina C, Orlando A.E, Mendes M. Nicolaiewsky. (2009). HETP Evaluation of Structured Packing Distillation Column. Brazilian Journal of Chemical Engineering, Volume 26, N°. 03, July-September edition, 619 – 633.

Mujtaba I. (2004). Batch Distillation Design and Operation Series on Chemical Engineering volume 3, Editorial Imperial College Press, Singapore, 3-9; 117-119.

Perry, R, Green, D, Maloney. (1999). Perry's Chemical Engineers Handbook, 7th edition, Editorial McGraw-Hill, United State. Section 13, 13-96, 13-103, 13-108.

Pilling M, Holden B. (2009). Choosing trays and packings for distillation; September edition. CEP Magazine AICHE, 44-50.

Rodriguez J. (2009). Design of Distillation Equipment for Solvent Recovery. Graduation project, School of Mechanical Engineering, Valle University.

Sanchez F, Ruvalcaba C. (2007). Efecto de las Variaciones de la Relación de Reflujo en la Economía de una Columna de Destilación, Edición Enero-Junio (n° 33). Revista Conciencia Tecnológica, 17-20.

Sapp K, Lawson J. (2007). Batch Distillation Theory. Department of Chemical Engineering, Unit Operations Laboratory. University of Florida.

Stephanopoulos George; Chemical Process Control and Introduction to Theory and Practice. Prentice Hall.

Stratiev Dicho, Shishkova Ivelina, Dermatova Petya. (September 2009). Heat balance of the vacuum distillation column key for identification of the reason for low heavy vacuum gas oil yield. 44th International Petroleum Conference, Bratislava, Slovak Republic.

Strigle, Ralph; Packed tower design and applications: Random and structured packings. 2nd edition. Gulf Publishing. Houston, Texas

Sulzer Chemtech Ltd. (1998). Structured Packings for Distillation and Adsorption. Separation columns technical papers presented at the conference AIChE November, Miami.

Treybal R. (1990). Operaciones de Transferencia de Masa. 2nd edición. McGraw-hill. 407-410; 510-512.

Vacuubrand. (2010). Catalog Technology for vacuum systems, Vacuubrand pag 50. www.vacuubrand.com.

Whaley A, Bode C, Ghosh J. (1999). HETP and Pressure Drop Prediction for Structured Packing Distillation Columns Using a Neural Network Model. Ind. Eng. Chem. N° 38, 1736-1739.

Zavala J, Cordova A, Robles J. (2006). Reflux Derivation Effect on Batch Distillation. Mexican Chemical Engineering Journal volume 5, supplement 1, 109-113.

ANEXOS:

ANEXO A-1: Directiva ATEX 94/9/CE

ANEXO B-1: Catalog Gauze Structured Packing Koch-Glitsch

1 Directiva ATEX 94/9/CE



La inflamación accidental de una atmósfera con gran cantidad de gas, vapor o nieblas puede ocasionar una explosión. Para evitar pérdidas humanas y daños materiales, la Unión Europea ha tomado ciertas medidas de implantación internacional las que afectan principalmente a industrias químicas y petroquímicas, en donde se forman ambientes explosivos durante la producción, transformación, transporte y almacenamiento de productos inflamables y igualmente a las instalaciones en las que se producen productos pulverulentos combustibles (molienda, tamizado), como es el caso de la industria minera.

Desde el 1 de julio del año 2003, todos los productos puestos en el mercado de la Unión Europea han debido cumplir con la directiva 94/9/CE.

1.1 Objetivos de la directiva ATEX 94/9/CE.

La Directiva 94/9/CE establece por vez primera una serie de requisitos esenciales de seguridad y salud relativos, por un lado, al material no eléctrico destinado a utilizarse en atmósferas potencialmente explosivas, a los aparatos destinados a ser utilizados en entornos potencialmente explosivos debido a la presencia de polvo y a los sistemas de protección y, por otro, a los dispositivos destinados a ser utilizados fuera de atmósferas explosivas pero que son necesarios o convenientes para el funcionamiento seguro de los aparatos o sistemas de protección en relación con los riesgos de explosión.

Para dar cumplimiento a los requisitos de la Directiva 94/9/CE es absolutamente necesario realizar un proceso de evaluación de riesgos, el cual consta de cuatro etapas:

- **Identificación de peligros:** Un procedimiento sistemático para descubrir todos los peligros asociados a los productos. Una vez se ha detectado un peligro, se puede modificar el diseño a fin de reducir dicho peligro al mínimo, se haya estimado o no el nivel de riesgo. No se puede modificar el diseño sin haber determinado antes el peligro.
- **Estimación del riesgo:** Determinación de la probabilidad de que se produzcan los peligros identificados y especificación de los niveles de gravedad de los posibles daños que puedan causar los peligros que se consideran.
- **Evaluación de riesgos:** Comparación del riesgo estimado con determinados criterios con el fin de decidir si el riesgo es aceptable o es preciso modificar el diseño del producto para reducir el riesgo.
- **Análisis de la opción de reducción de riesgos:** El último paso de la evaluación de riesgos es el proceso de identificación, selección y modificación de los cambios de diseño que podrían reducir el riesgo general de los productos. Aunque los riesgos siempre se pueden reducir más, casi nunca se pueden suprimir por completo, a menos que se eliminen las actividades que los originan.

Cuando los objetivos son cumplidos, el producto es certificado con una etiqueta como la que se muestra en la Figura 6.1, con ella se comprueba que el producto o equipo cumple con los requisitos de la norma.



Figura 1.1 Ejemplo de identificación según norma ATEX

Esta directiva garantiza la libre circulación de los productos afectados en todo el territorio de la Unión Europea. Los productos incluidos en su ámbito de aplicación son los siguientes:

- a) Aparatos: Se considerará que un aparato sólo entra en el ámbito de aplicación de esta directiva si está destinado (en su totalidad o en parte) a ser utilizado en una atmósfera potencialmente explosiva y debe tener su propia fuente potencial de ignición (son fuentes potenciales de ignición las chispas, arcos y centelleos de origen eléctrico, las descargas electrostáticas, las ondas electromagnéticas, la radiación ionizante, las superficies calientes, las llamas y gases calientes, las chispas de origen mecánico, la radiación óptica, las llamas de origen químico y la compresión).
- b) Sistemas de protección: En vista de la función para la que está previsto, es obvio que un sistema de protección siempre se instalará y utilizará, al menos parcialmente, en una atmósfera potencialmente explosiva. Dado que la función de un sistema de protección consiste en eliminar o reducir los efectos peligrosos de una explosión (una función de seguridad), está sujeto a la Directiva con independencia de si tiene o no su propia fuente potencial de ignición.
- c) Componentes: Los dos elementos definitorios de los componentes, tal y como se definen en la directiva son:
- Que sean esenciales para el funcionamiento seguro de los aparatos y sistemas de protección (de lo contrario no tendrían que estar sujetos a la Directiva).
 - Que no posean función autónoma, de lo contrario deberían considerarse un aparato, un sistema de protección o un dispositivo
- d) Dispositivos de seguridad, control o reglaje: La Directiva establece que:
- Los dispositivos de seguridad, control y reglaje, si son necesarios o contribuyen al funcionamiento seguro de los aparatos o sistemas de protección en relación con los riesgos de explosión, están sujetos a la Directiva.
 - También entran en el ámbito de aplicación los dispositivos situados fuera de la atmósfera potencialmente explosiva. En cuanto a dichos dispositivos, los requisitos esenciales se aplicarán exclusivamente en la medida en que sean necesarios para el funcionamiento y la manipulación de dichos dispositivos de manera segura y fiable en lo relativo a los riesgos de explosión.

1.2 Obligaciones para el fabricante

El fabricante es el responsable, en última instancia, de la conformidad de su producto a las directivas aplicables y debe asegurarse de:

- Asegurar la conformidad del producto para con la directiva (producción de un certificado de conformidad).
- Diseñar y construir el producto conforme a las exigencias esenciales de salud y de seguridad.
- Respetar los procesos de evaluación de la conformidad.

1.3 Definiciones de la Directiva ATEX

- **Atmósfera con riesgo de explosión:** Para que se desencadene una explosión deben coincidir tres elementos: oxígeno, combustible (gas, vapores, nieblas o polvos) y una fuente de inflamación: Aparatos / instalaciones eléctricas o cualquier fuente de calor. Para producir una explosión no son indispensables una chispa o una llama.

El aumento de la temperatura superficial de un aparato puede provocar una explosión si sobrepasa el valor de la temperatura de inflamación del gas que hay en el ambiente.

Una atmósfera susceptible de explotar es aquella donde el peligro es potencialmente existente como consecuencia de fallos en la instalación: fugas, roturas en canalizaciones, variaciones térmicas, etc. y se da condiciones descritas anteriormente.

- **Atmósfera explosiva gaseosa o polvorienta:** Es una atmósfera constituida por una mezcla de aire, en las condiciones atmosféricas, y sustancias inflamables en forma de gas, vapores, nieblas o polvo, en la cual, después de la inflamación, la combustión se propaga al conjunto de la mezcla no quemada.

La diferencia entre estos tipos de atmosferas explosivas recae en la masa volumétrica. La de los gases y vapores es alrededor de 1000 veces menor que la del polvo. Los gases se dispersan en el aire por convección y por difusión formando una atmósfera homogénea. El polvo es mucho más pesado que el aire y tiene tendencia a depositarse más rápidamente.

Una atmósfera explosiva polvorienta se da cuando se reúnen cuatro condiciones:

- a) El polvo debe ser inflamable (granulometría generalmente $< 0,3$ mm).
- b) La atmósfera debe contener un comburente (generalmente oxígeno incluso en muy baja cantidad).
- c) El polvo se debe encontrar en suspensión (la explosión resulta de una combustión muy rápida del polvo en el oxígeno del aire).
- d) La concentración de polvo se debe encontrar en un rango explosivo (Como regla general, el límite inferior de explosividad se sitúa alrededor de 50 g/m^3).

1.4 Grupo y la categoría de un aparato

A fin de determinar el procedimiento adecuado de evaluación de la conformidad, el fabricante debe decidir previamente, en base al uso previsto, a qué grupo y categoría pertenece el producto. A efectos de la Directiva, los aparatos, incluidos en su caso los dispositivos y componentes, se dividen en dos grupos. Los dispositivos deben evaluarse con arreglo a la categoría del aparato o sistema de protección para cuyo funcionamiento seguro son necesarios o al cual contribuyen.

1.4.1 Grupo I

Incluye aquellos aparatos destinados a utilizarse en trabajos subterráneos en las minas y en las partes de sus instalaciones de superficie en las que exista peligro debido al grisú y/o a polvos explosivos, la clasificación depende (entre otros factores) de si se podrá cortar la alimentación de energía del producto en caso de existir una atmósfera explosiva. Dentro de este grupo se pueden encontrar las siguientes categorías:

- Categoría M1: Por motivos de seguridad, los productos de esta categoría deben permanecer operativos en presencia de una atmósfera explosiva, y se caracterizan por integrar medios de protección contra explosiones que en caso de fallo de una de las medidas integradas, al menos una segunda medida asegura un nivel de seguridad suficiente; o bien, en caso de que se produzcan dos fallos independientes uno de otro, se garantiza un nivel de seguridad suficiente.

- Categoría M2: En caso de que haya signos de una atmósfera potencialmente explosiva, deberá poder cortarse la alimentación de energía de estos productos. Es necesario incorporar unos medios de protección que ofrezcan un alto nivel de seguridad. Los medios de protección relativos a los productos de esta categoría ofrecen un nivel de seguridad suficiente durante el funcionamiento normal, incluso en condiciones de funcionamiento más problemáticas, en particular las que se derivan de un uso intenso del aparato y de un ambiente variable.

1.4.2 Grupo II

Incluye aquellos aparatos destinados al uso en otros lugares en los que puede haber peligro de formación de atmósferas explosivas. Su clasificación depende del lugar donde se ha previsto utilizar el producto y de si la atmósfera potencialmente explosiva siempre está presente o se produce, con arreglo a toda probabilidad, de forma más o menos duradera. Este grupo se divide en las siguientes categorías:

- Categoría 1: Comprende los productos diseñados para poder funcionar dentro de los parámetros operativos fijados por el fabricante y asegurar un nivel de protección muy alto para su uso previsto en emplazamientos donde sea muy probable que se produzcan de forma constante, duradera o frecuente atmósferas explosivas debidas a mezclas de aire con gases, vapores, nieblas o polvos en suspensión.
- Categoría 2: Comprende los productos diseñados para poder funcionar dentro de los parámetros operativos fijados por el fabricante y asegurar un nivel de protección alto para su uso previsto en emplazamientos donde sea probable la formación de atmósferas explosivas debidas a mezclas de aire con gases, vapores, nieblas o polvos en suspensión.
- Categoría 3: Comprende los productos diseñados para poder funcionar dentro de los parámetros operativos fijados por el fabricante y asegurar un nivel de protección normal para su uso previsto en emplazamientos donde sea poco probable la formación de atmósferas explosivas debidas a mezclas de aire con gases, vapores, nieblas o polvos en

suspensión y donde, con arreglo a toda probabilidad, su formación sea infrecuente y su presencia sea de corta duración.

1.5 Las zonas

La clasificación por zonas ha sido utilizada para determinar el nivel de seguridad necesario para el material eléctrico instalado en ambientes explosivos de gas y vapores y debido al éxito de esta gestión, ésta ha sido también aplicada al polvo.

El objetivo de la clasificación por zonas de una instalación es doble:

- Precisar las categorías de material utilizado en las zonas indicadas, a condición de que éstas estén adaptadas a los gases, vapores o niebla y/o polvo.
- Clasificar por zonas los emplazamientos peligrosos para evitar las fuentes de inflamación y para realizar una selección correcta de los materiales eléctricos y no-eléctricos. Estas zonas serán establecidas en función de la presencia de un ambiente explosivo gaseoso polvoriento.

La clasificación de una instalación es responsabilidad del usuario, el cual procede a un estudio separado entre las zonas con riesgo de explosión de gas o de vapores y aquellos con riesgo de explosión de polvo. Se debe tratar individualmente cada instalación a la vista de las diferencias existentes entre cada una de ellas. La zona cero es donde el nivel de criticidad es mayor y desde ahí, a medida que aumenta la cantidad de zonas disminuye el nivel de seguridad que debe existir.

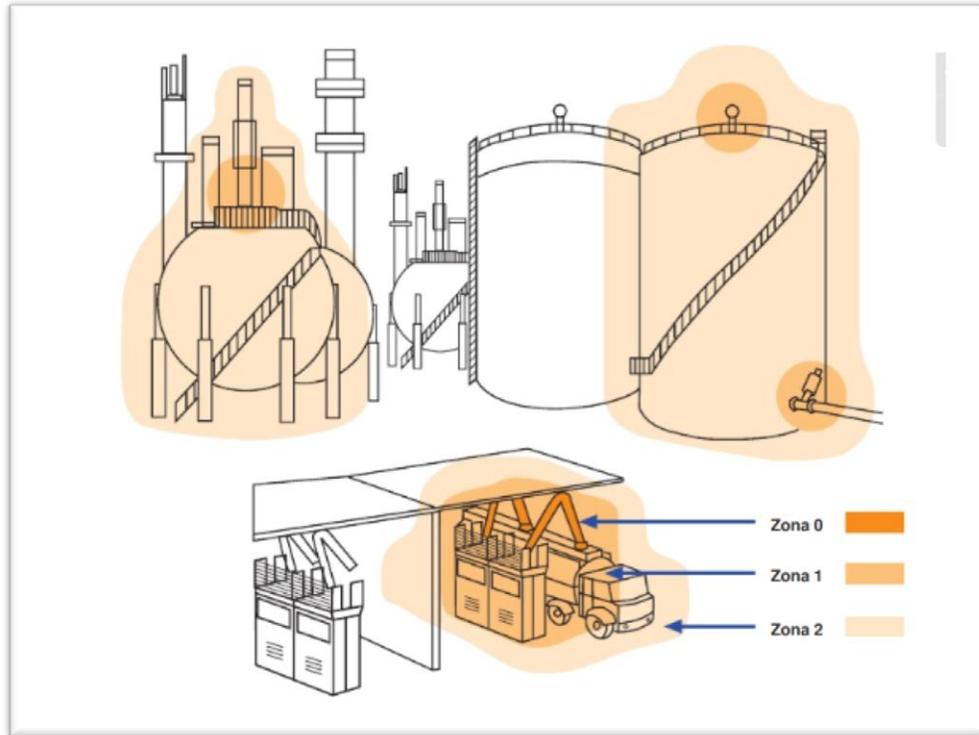


Figura 1.2 Ejemplo de clasificación en ambientes explosivo gaseoso.

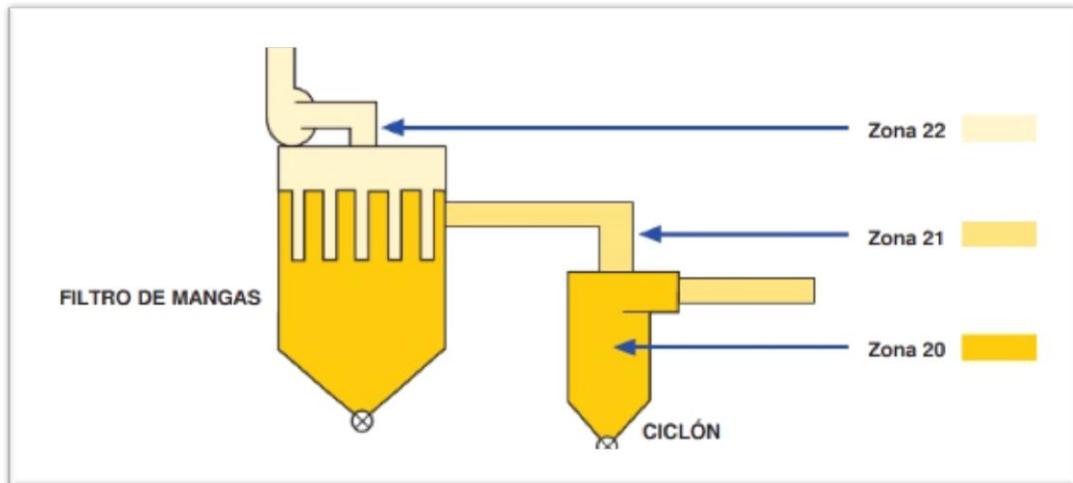


Figura 1.3 Clasificación de zonas para un ambiente explosivo polvoriento.

ANEXO B

Catalog Gauze Structured Packing Koch-Glitsch



KOCH-GLITSCH



KOCH-GLITSCH

Koch-Glitsch Wire Gauze Packing: The original others try to imitate.

When your chemical process application requires the most efficient commercial tower packing available, Koch-Glitsch wire gauze packing is the first choice. Koch-Glitsch woven gauze packing is the recognized leader in processing solutions for low liquid-loading systems, temperature-sensitive compounds, vacuum distillations, specialty chemicals, and most highly refined, value-added processing operations.

Koch-Glitsch wire gauze packing has a proven track record of providing superior performance in thousands of diverse applications around the world. Koch-Glitsch Mass Transfer Technology has more than 85 years of combined experience. Our process and design expertise, coupled with superior manufacturing and pilot plant test facilities, provide Koch-Glitsch customers with solutions to mass transfer problems.

Matching this high-efficiency packing with our custom-designed internals offers our customers complete systems engineered to maximize tower performance. Give us a call — we'll gladly provide the details.

Fig. 1 Each layer in a stack of Koch-Glitsch wire gauze packing elements is oriented 90° from the previous one for intimate liquid and gas mixing, and radial distribution.

Design Principles

Koch-Glitsch wire gauze packing is a proprietary design formed from sheets of corrugated, surface-treated, woven wire gauze. Packing elements can be fabricated in any material capable of being drawn into wire. It is available in a variety of metals, including stainless steel and exotics.

Formed of a woven wire fabric, Koch-Glitsch wire gauze packing is completely self-wetting. Wire diameter and mesh opening dimensions have been researched and selected to maximize capillary forces. Thus, the self-wetting characteristic is enhanced and pre-flooding is not required to obtain the wetted condition.

BENEFITS

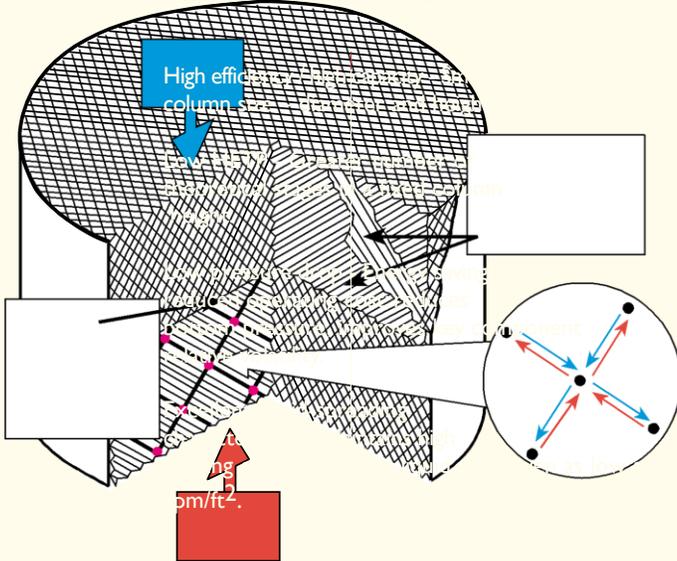


Fig. 2 Flow of liquid over metal sheet (left) and over a vertical surface of Koch-Glitsch wire

gauze (right).

Figure 2 illustrates the self-wetting feature. When liquid is introduced at the top, it flows in a stream over the sheet metal (left photo). However, when liquid is introduced on the woven wire mesh, a wide band of liquid is formed (right photo). Liquid flows downward in a zigzag pattern and the capillary effect of the woven wire gauze assures complete surface wetting.

Fig. 3 In Koch-Glitsch wire gauze packing elements, liquid and gas streams enter a cell, mix and form two new streams which flow to other mixing cells.

The angled corrugations of adjacent sheets of Koch-Glitsch wire gauze packing are reversed with respect to the vertical column axis, forming mixing cells at every point where the corrugations intersect. Each subsequent element is oriented 90° from the previous one. Intimate mixing and radial distribution occur over the entire tower cross-section. As shown in Figure 3, liquid and gas streams enter a cell, mix, and form two new streams that flow into another mixing cell downstream in the element. After passing through the element, gas and liquid have been thoroughly mixed across the surface of the corrugated sheets.

Characteristics unique to Koch-Glitsch wire gauze packing provide uniform liquid flow across the entire column cross-section, even at very low liquid rates. Mass transfer takes place on both sides of the wire gauze. Because the ordered geometry of the packing eliminates form drag, pressure drops per theoretical stage are extremely low.

TOWER
SHELL

CORRUGATIONS
OF ADJACENTS
LAYERS ARE
REVERSED

Each element
placed 90° to
previous
elements

GAS
STREAM

Fig.4 Koch-Glitsch wire gauze packing elements are formed in sections to facilitate de installation.

Design Characteristics of Koch-Glitsch Wire Gauze Packing

Koch-Glitsch gauze packing is available in a variety of standard types. BX gauze packing is designed for applications requiring a high number of theoretical stages with very low pressure drop. CY gauze packing is designed for use in smaller diameter towers for separations which require a maximum number of theoretical stages.

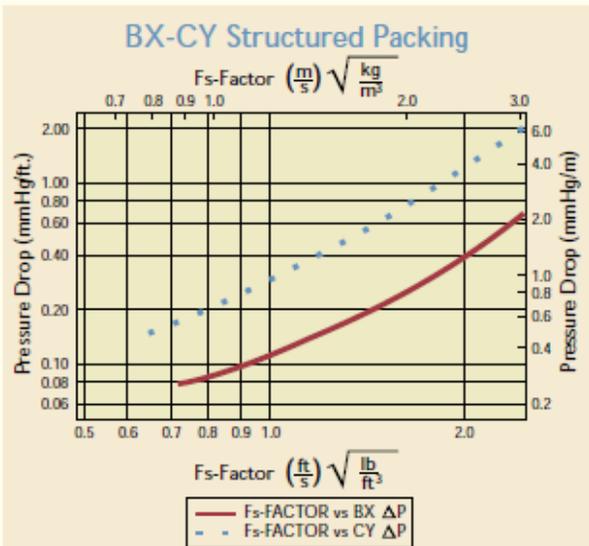
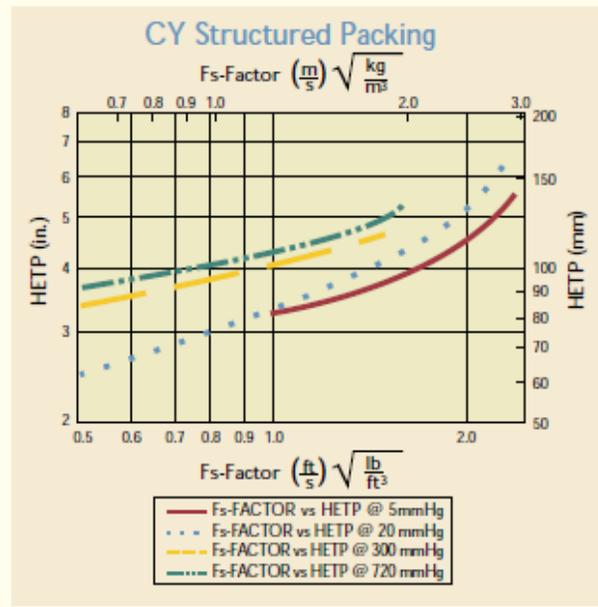
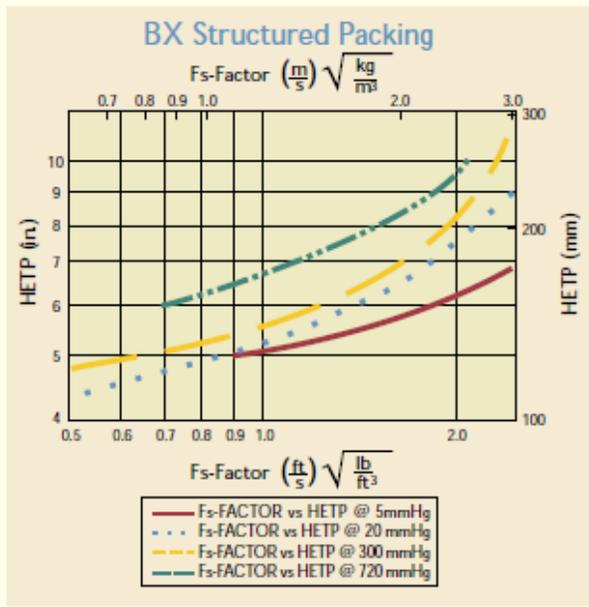
DX and EX gauze packings are designed for laboratory use in columns with diameters as small as 0.8 inches (20 mm) to 3.2 inches (80mm). EX gauze packing offers a reliable scale-up, achieving a high number of theoretical stages with the same pressure drop as BX gauze packing in laboratory columns. DX gauze packing is constructed with a coarser geometrical configuration and, therefore, a lower number of theoretical stages. It provides low pressure drop at higher load capacity.

Unlike other packings, Koch-Glitsch wire gauze packing retains its operating efficiency as the liquid rate decreases. In fact, HETP decreases (efficiency increases) at lower liquid loadings. There is no practical lower limit for the liquid irrigation rate.

The mass transfer characteristics of Koch-Glitsch wire gauze packing are independent of diameter. The packing's uniform structure routes liquid and vapor through ordered passages.

Excellent transverse mixing is achieved and maldistribution does not occur. Laboratory experiments with packing of 3", 10" and 20" diameters have confirmed that the number of theoretical plates is independent of diameter. Because of its low pressure drop and minimum holdup characteristics, Koch-Glitsch gauze packing is an ideal mass transfer medium for temperature-sensitive systems.

Shown here are efficiency and pressure drop curves for BX, CY, DX, and EX packings. For the BX and CY packings, total reflux data are shown for a 20-in. (508mm) diameter column using the system cis-trans decalin at pressures of 5, 20, 300, and 700 mm Hg. The pressure drop curves for these two packings are shown for an operating pressure of 20 mm Hg. For the DX and EX packings, total reflux efficiency and pressure drop data are presented for the chlorobenzene/ethylbenzene system at a pressure of 40 mm Hg obtained in a 1.2-in.(30mm) diameter.



Definition of Terms

Pressure Drop Capacity Curves

$$F_s = V_v \sqrt{\rho_v} = \frac{G}{3600\rho_v A} \sqrt{\rho_v}$$

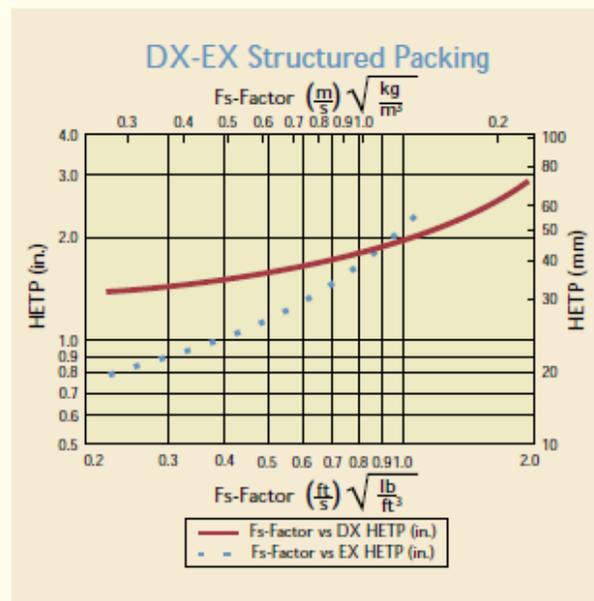
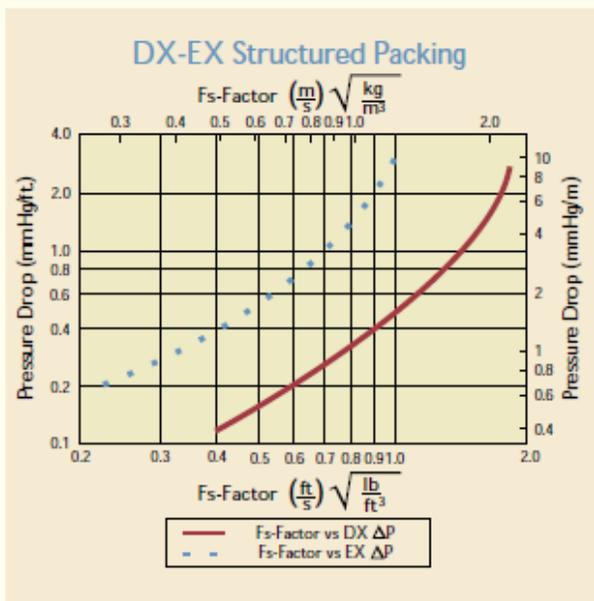
Where:

G = vapor rate in lbs/hr (kg/hr)

V_v = vapor rate in ft/sec (m/sec)

ρ_v = vapor density in lbs/ft³ (kg/m³)

A = cross-sectional area in ft² (m²)



Typical Applications

Koch-Glitsch wire gauze packing can handle diverse rectification problems. Its low pressure drop per theoretical stage makes it ideally suited for vacuum rectification. Its superior performance over a wide operating range makes it an excellent choice for use in multipurpose rectification as well.

Good initial distribution, together with systematic redistribution, are critical to tower performance. Koch-Glitsch designs and manufactures various internals to enhance distribution capabilities and maximize tower performance.

APPLICATIONS

General Systems

- vacuum distillations
- low liquid-loading systems
- specialty chemicals
- temperature-sensitive compounds
- fine chemicals

Amines

- ethanolamine (mono-, di-, tri-)
- diethylenetriamine
- dipropylenetriamine

Glycols

- ethyleneglycol (mono-, di-, tri-, tetra-)
- glycerin

Plastic Monomers

- caprolactam
- MDI (Methylenediphenyldiisocyanate)

Organic Intermediates

- nitrochlorobenzene
- nitroorthoxylene
- nitrocumene
- oxoalcohol

Fatty Acids

- various fatty acids
- esters
- fatty alcohols

Fragrances

- menthol
- nerol/geraniol

Vitamins

Pharmaceuticals

Koch-Glitsch Products

KOCH-GLITSCH GAUZE STRUCTURED PACKING



Tower Internals

The proper selection and design of packed tower distributors, collectors, supports, and other column internals are essential for optimum packing performance.

At Koch-Glitsch we take special care to assure that liquid and vapor distribution to the packed bed are uniform and that the equipment is selected to best handle any special process considerations, such as fouling or foaming. We offer a proven line of distributors and redistributors for a wide range of flow rates, physical properties, and turndown requirements. Our internals are available in a variety of styles and materials, including ceramic, graphite, and many plastics. (Bulletin PTI-Series)

Koch-Glitsch Structured and Gauze Packings

FLEXIPAC® and GEMPAK® structured packings provide high capacity, higher efficiency and lower pressure drop than any random packing and most trays available today. Revamping existing packed or trayed columns with structured packing from Koch-Glitsch will increase the operation capacity of the tower, lower the pressure drop, and lower the energy cost of the distillation or absorption operation. Our structured packing elements may be fabricated in a variety of metals and plastics, as well as in ceramic. (Bulletin KFP-5 and 5140)

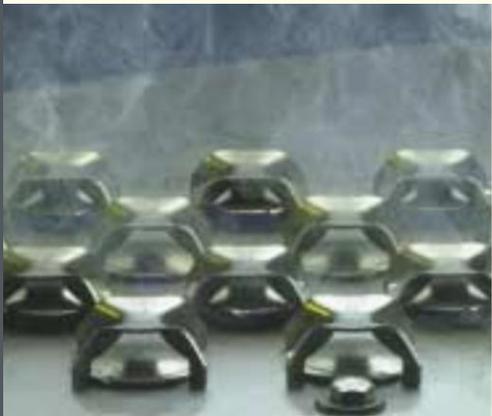
Koch-Glitsch gauze structured packing is the most efficient commercial tower packing available today. Fabricated of a woven metal wire or plastic gauze, it is well-suited for applications where low pressure drop is important and liquid rates are as low as 0.1 gpm/ft². HETP is generally 5 - 8", regardless of column size. Pressure drop is as low as 0.2mm Hg per theoretical tray. (Bulletin KGGP-1)



Koch-Glitsch High Valve Trays

These valve-type trays have replaced bubble cap and sieve trays as the industry standard. FLEXITRAY® and BALLAST® valve trays have a higher efficiency over a broader range of operating conditions than sieve trays and can handle liquid loadings up to 10% greater than other tray types. Other advantages include low cost, simple installation, low pressure drop, excellent turndown, and reduced maintenance. These trays have demonstrated superior performance in more than 15,000 installations. (Bulletin KT-7)

Koch-Glitsch also manufactures sieve, bubble cap, tunnel, dualflow, chimney, disc-and-donut, and other specialty trays to meet specific customer requirements.



Koch-Glitsch High Capacity Trays

Koch-Glitsch Mass Transfer Technology is unsurpassed in its offering of high performance distillation trays for the refining, chemical and hydrocarbon processing industries. Bi-FRAC® trays, MAX-FRAC® trays, NYE TRAYS®, and SUPERFRAC® trays have unique features and performance benefits for increased capacity in virtually any service. These technologically advanced trays employ innovative downcomer designs and active area enhancements to provide minimal pressure drop, optimum mass transfer efficiency, and high capacity. Let Koch-Glitsch help you select the best solution to meet your processing requirements. (Bulletins KBFT-1, KMFT-1, 5138, and *Improving Column Performance*/CP 12/96)



Koch-Glitsch Grid Structured Packing

Koch-Glitsch offers a variety of grid packings designed for high performance and extended service life in fouling or dirty services. Choose Style 2 grid structured packing for high capacity, Style 3 for high efficiency. These two grid packings eliminate the horizontal surfaces where liquids or solids can stagnate. Style EF-25A is one of the most fouling-resistant grid packings on the market. Style EF-25AP (plastic) is ideal for SO₂ and H₂S service. Fouling is reduced and maintenance costs are lower. In dirty services, all styles increase run times and eliminate bottlenecks. (Bulletins KFG-3 and 207)

Koch-Glitsch Static Mixers

The Koch-Glitsch Static Mixer, an in-line mixer with no moving parts, is a simple, cost-effective solution to many mixing and contacting problems. It consists of a series of stationary, rigid elements placed lengthwise in a pipe. These form intersecting channels that split, rearrange, and recombine component streams into smaller and smaller layers until one homogeneous stream exists.

The unit is compact and easy to install. More affordable than dynamic agitator systems, Koch-Glitsch static mixers have long lives and low pressure drops. They are fabricated from a variety of plastics and metals. Koch-Glitsch static mixers are available in virtually any size to fit pipes and vessels for a wide range of industrial applications. (Bulletin KSM-6)

Koch-Glitsch, Otto York Mist Eliminators

Fifty years ago, we introduced our first mist elimination equipment in the form of mesh pads, known as DEMISTER[®] mist eliminators. Later, we introduced FLEXICHEVRON[®] and FLEXIFIBER[®] mist eliminators. The DEMISTER mist eliminator is the most economical for removal of mist particles down to 10 microns or less. FLEXIFIBER mist eliminators capture submicron mist particles at collection efficiencies of up to 99.95%. FLEXICHEVRON mist eliminators have the greatest resistance to fouling or flooding. Koch-Glitsch is now recognized as the international leader in total entrainment separation technology. (Bulletins KME-14 and 5601)

High Performance Random Packing

FLEXIMAX[®] and CASCADE MINI-RINGS[®] high-performance random packings provide significant capacity advantages and lower pressure drop than other random packings. These high-performance random packings have consistently demonstrated capacity improvements of up to 15% in a variety of applications without loss of efficiency. Superior mechanical integrity allows processors to specify deep beds without packing deformation. Both high performance packings are available in several sizes and virtually any metallic material. FLEXIMAX and CASCADE MINI-RINGS random packings are among the most advanced random packing designs offered today. (Bulletins KFM-3 and 345)



*For more information about any of these products, contact the Koch-Glitsch Representative nearest you.
See the back page of this brochure for listings.*



Koch-Glitsch Field Service Advantage

Depend on Koch-Glitsch Field Service to provide expert installation of custom-engineered Koch-Glitsch Mass Transfer products. Integrating design, fabrication and installation ensures faster, safer revamps with minimum down time.

Koch-Glitsch Field Service craftsmen are extensively trained to handle any field installation service need safely and efficiently.

Our crews frequently work on various levels of a tower simultaneously, removing equipment from one level while installing new equipment on another. All vessel modifications are made under ASME code qualifications.

For revamps or new construction contact your Koch-Glitsch Field Service experts.

Pilot Plant Capabilities

For more than 20 years, Koch-Glitsch has offered customers solutions to critical design problems through its Pilot Plant Service. Our facilities offer the flexibility to complete distillation studies on a wide variety of compounds and systems. We provide customers with design data and commercial tower designs based on sophisticated analytical measurements, including: gas chromatography, automatic titrimetry, spectrophotometric analysis, wet chemical analytical and physical property determinations. Additionally, Koch-Glitsch can conduct customer tests in absorption and stripping applications in a variety of tower diameters from 6 inches to 8 feet.

Koch-Glitsch Corporate Offices

P.O. Box 8127
WICHITA, KS 67208-0127
4111 E. 37th Street North

WICHITA, KS 67220
TEL (316) 828-5110
FAX (316) 828-5263

Koch-Glitsch Italia S.r.l.
Via Tonale 50, Casella Postale 13
24061 Albano S. Alessandro

BERGAMO, ITALY
TEL 011-39-035-328611
FAX 011-39-035-328600

Koch-Glitsch Japan Corp.
7th Floor, KSS Building
1-21-8, Nishi Gotanda
SHINAGAWA-KU, TOKYO
141-8538, JAPAN
TEL +81-3-5435-8560
FAX +81-3-3491-3523

**For a complete listing of
Koch-Glitsch offices,
visit us on the internet:
www.koch-glitsch.com**

For emergencies:
1-888-KOCH-911

KOCH-GLITSCH

The Fundamental Driving Force

Gauze packings

Sulzer metal gauze packing, Type BX



0602017

This packing has been successfully employed in industry for over 30 years. Greatest diameter supplied to date: 6 m.

Special features

- High number of theoretical stages per metre
- Pressure drop per theoretical stage 0.1–0.5 mbar
- Most economical load range:
F factor 2–2.5 $\text{m/s} \sqrt{\text{kg/m}^3}$
- Minimum liquid load approx. 0.05 $\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$ (with a suitable liquid distributor)
- Small hold-up

Preferred applications

- For a large number of theoretical stages
- In vacuum from 1 mbar to atmospheric pressure
- Where minimum pressure drop per theoretical stage is important
- For small overall height
- Batch and continuous columns
- Pilot columns [reliable scale-up]
- In combination with MELLAPAK

Of only limited suitability for

- fouling substances that form deposits
- non-wetting liquids
(e.g. reduced NTSM with water)

Product applications

- Monomers from plastics (MDI, DMT, etc.)
- Fatty acids, fatty alcohols, fatty acid esters
- Mono-, di-, tri-, and tetraethylene glycols
- Fine chemicals

