



Escuela Universitaria de Energía y Minas
Operaciones y Procesos
PL 2ª



Practica 2ª : Destilación continua computerizada

DESTILACIÓN DE SISTEMAS BINARIOS CON COMPORTAMIENTO
AZEOTRÓPICO



Escuela Universitaria de Energía y Minas
Operaciones y Procesos
PL 2ª



Unidad de Destilación Continua Controlada desde
Computador (PC), con SCADA y Control PID



La unidad de destilación (UDCC) de EDIBON es una potente herramienta de laboratorio para el estudio de las variables que afectan al proceso de destilación. El alumno puede investigar los principios que rigen la transferencia de materia y energía, así como, determinar el punto óptimo de funcionamiento para la realización de una gran cantidad de separaciones.

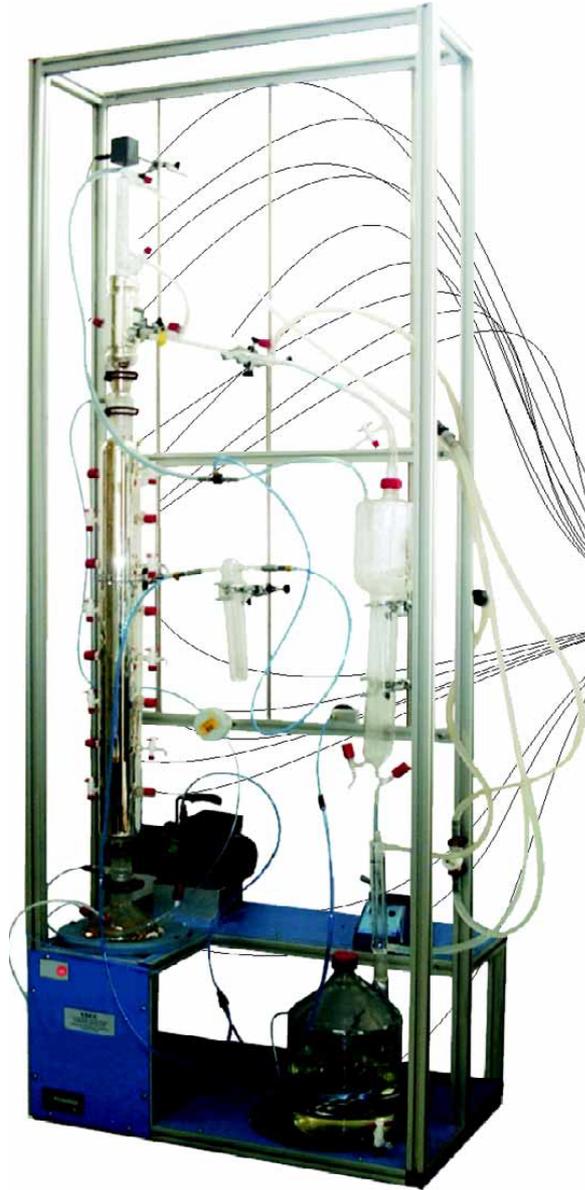
Este equipo está compuesto por un calderín sobre el que pueden adaptarse dos tipos de columnas intercambiables (de platos y de relleno (Raschig rings)), un sistema de reflujo, un depósito para la recepción del destilado, una bomba de vacío, y una bomba para efectuar la alimentación en continuo.

El vapor que llega a la cabeza de columna es enviado a un condensador total. El caudal de agua de refrigeración que atraviesa el condensador se regula e indica en un sensor de caudal. La destilación puede llevarse a cabo a presiones reducidas, con ayuda de una bomba de vacío regulable. La pérdida de carga en la columna puede medirse con ayuda de un sensor de presión.

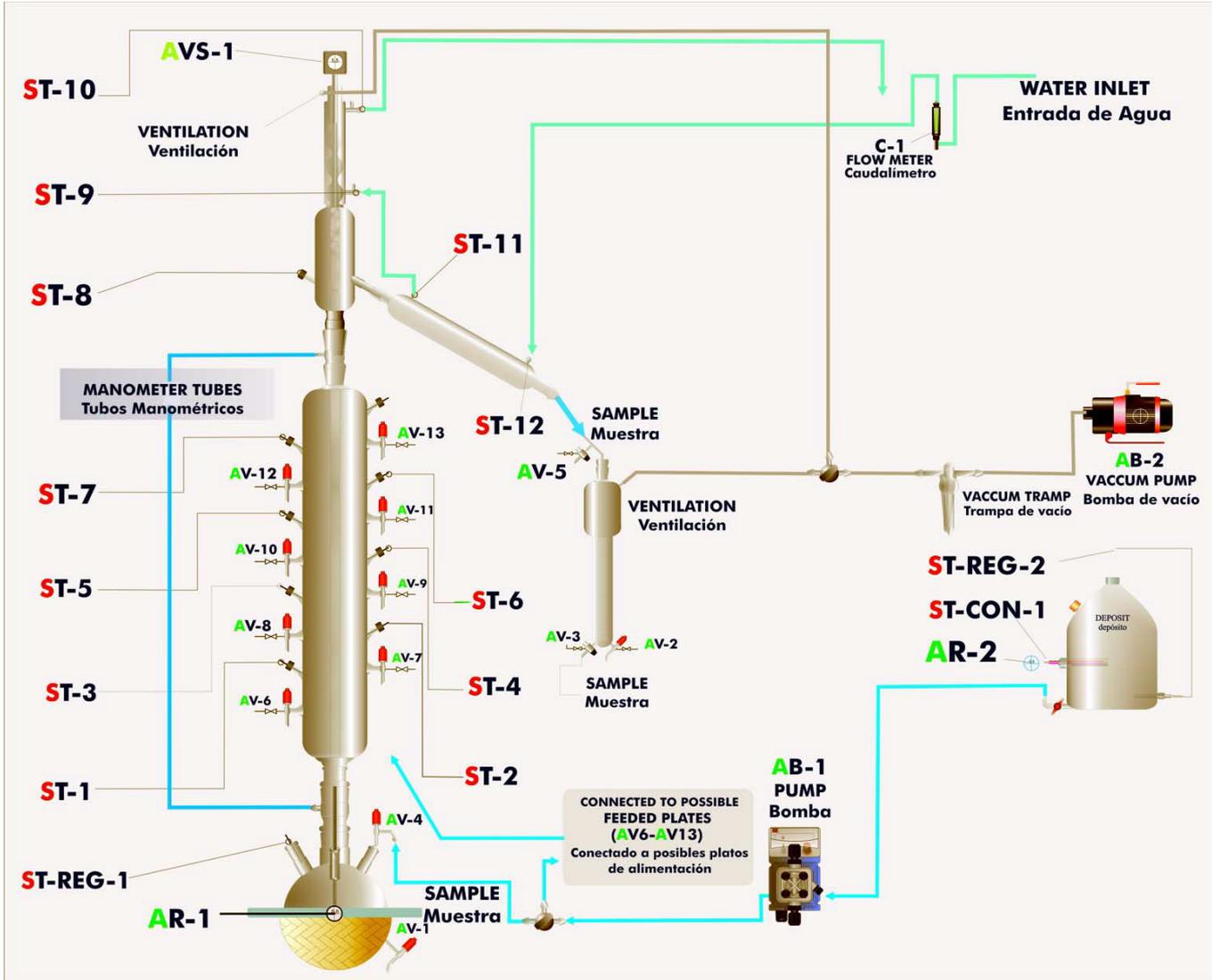
La columna puede trabajar en continuo ó en discontinuo.

Para efectuar la alimentación en continuo se dispone de una bomba que puede inyectar el alimento directamente en el calderín o en cualquiera de los platos.

Las temperaturas del sistema se miden mediante sensores situados en posiciones estratégicas.



Columna de destilación y
cables de conexión.

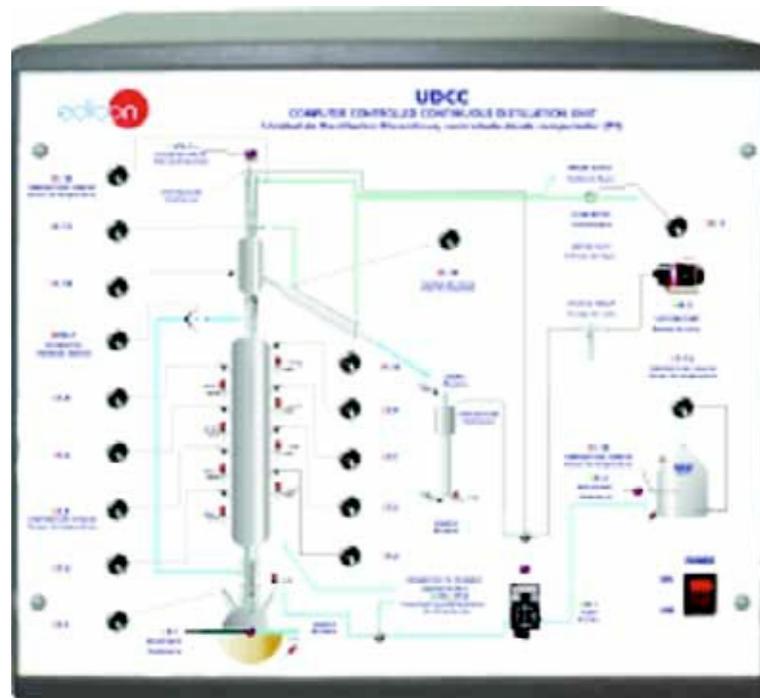


ST= Sensor de Temperatura.

AR= Resistencia de Calentamiento.

AVS=Válvula solenoide.

Modulo de conexión columna-ordenador:



REALIZACIÓN DE LA PRÁCTICA.

La Destilación continua es una operación de destilación en múltiples etapas y en contracorriente. La alimentación, como hemos visto al analizar las posibles aplicaciones de este equipo, se puede realizar en cualquier punto intermedio de la columna o en el calderín de calefacción.

El calor suministrado con la manta eléctrica vaporiza parte del líquido. Este vapor asciende por la columna, debido a su pequeña densidad, y se pone en contacto con el líquido que desciende. En los ocho platos de nuestra columna se intensifica este contacto líquido vapor.

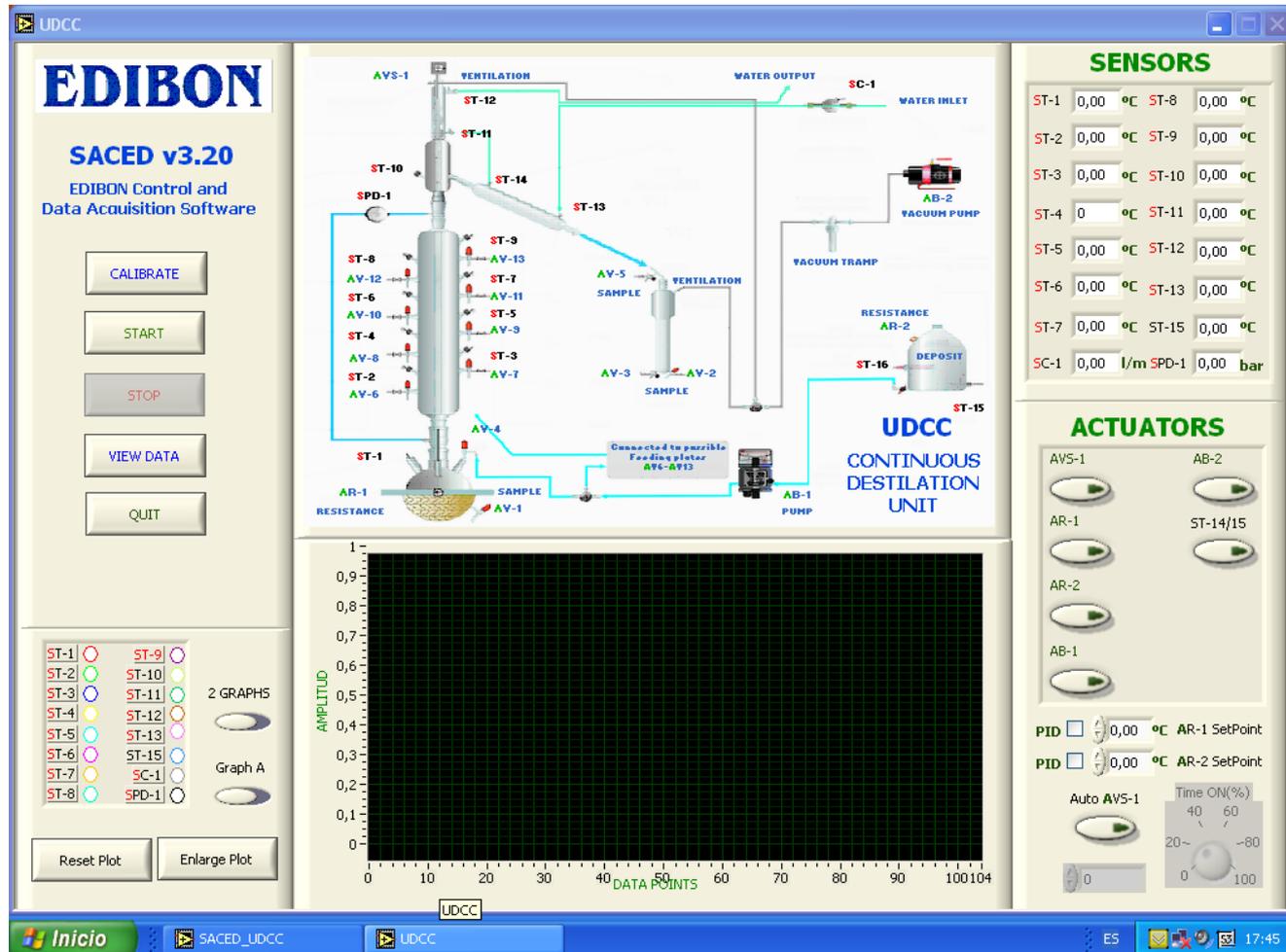
Iniciamos nuestra práctica preparando una disolución etanol-agua. Preparamos dos litros, al 30 % en EtOH, y los introducimos en el depósito situado en la base del equipo. Este recipiente contiene una resistencia (AR-2) y un sensor de temperatura (ST-16).

I.- Encendemos el ordenador

II.- Encendemos el modulo de conexión columna-ordenador.

III.- Hacemos doble “clic” en el icono denominado “control UDCC”. En una ventana, que nos pregunta el tipo de columna que tenemos montada, de relleno o de platos, seleccionamos platos. Aparece la siguiente pantalla :

Pantalla de control desde el ordenador:



Debemos tomar algunas precauciones:

1ª.- Dejar siempre el aparato abierto a la atmosfera por la parte superior del refrigerante de cabeza, por el depósito de recogida de destilado y por el deposito de alimentación, en caso de trabajar en continuo. Si se va a trabajar en vacio, conectar las tres salidas a la bomba de vacío.

2ª.- Mantener el caudal de agua de refrigeración suficiente para condensar todos los vapores.

3º.- Mantener las uniones esmeriladas limpias y engrasadas.

4ª.- Colocar un trozo de plato poroso, piedra pómez o rejilla metálica en el matraz para conseguir una ebullición suave.

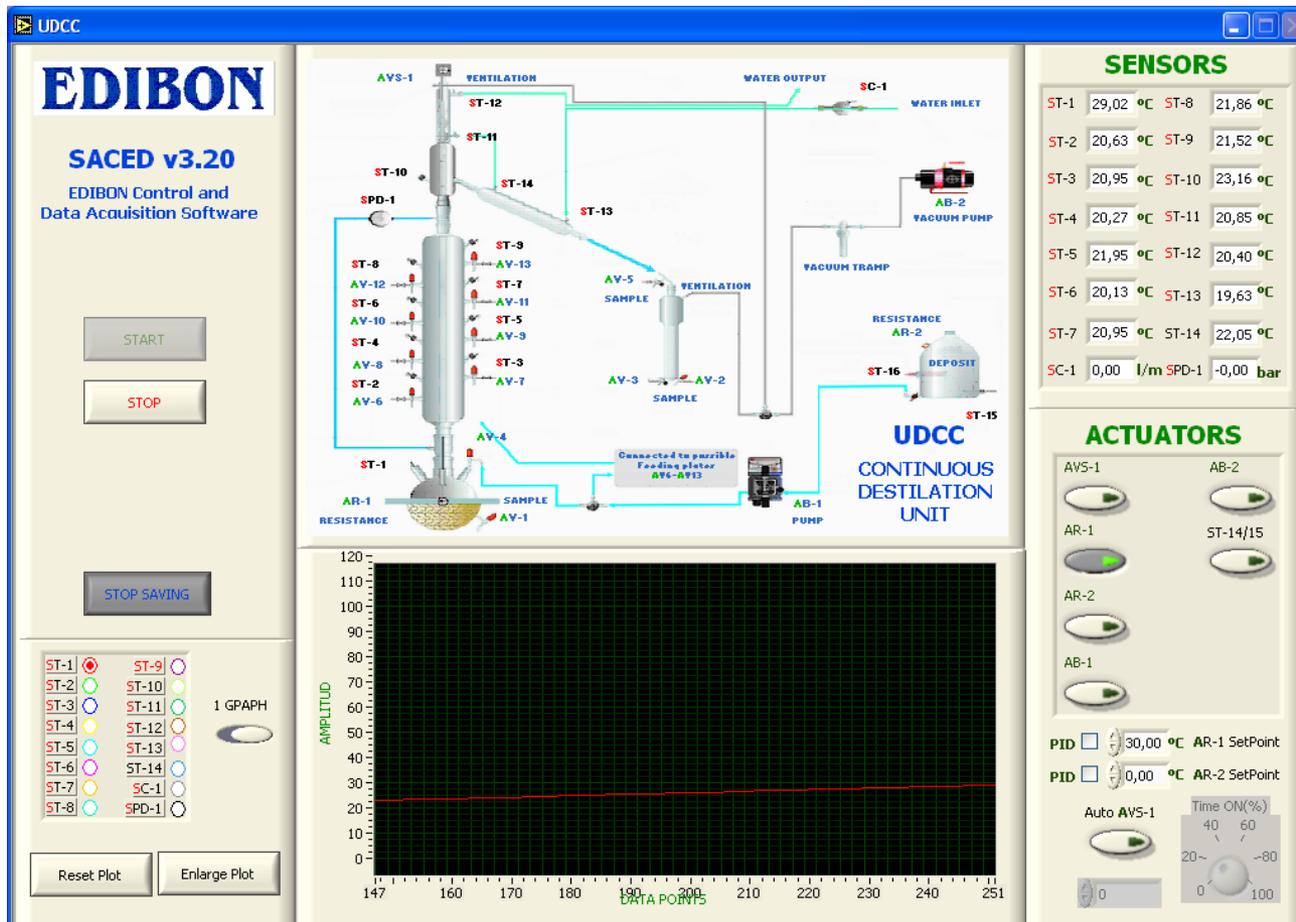
IV.- Iniciamos: “start”

V.- Activamos la bomba (AB-1) que nos carga el calderin. Le llenamos hasta un poco más de la mitad. Su capacidad es de dos litros.

VI.- Regulamos el agua de enfriamiento (SC-1). Previamente hemos comprobado que está colocado el tubo de desagüe. Encendemos la bomba de vacío con el actuador AB-2.

VII.- Fijamos el valor en el Set Point de AR-1 en 82° C., algo superior a la del componente más volátil.

Activamos la resistencia calefactora y el termopar del calderin, la pantalla nos muestra el incremento de temperatura, (en este caso el SetPoint se habia fijado en 30° :





VII.- Regulamos el reflujo: El 0% indica que todo el vapor es retornado a la columna, y el 100% que todo el vapor es extraído. Si activamos el control AVS-1, la válvula solenoide activa el reflujo total. Con el control Auto-AVS-1 podemos seleccionar el porcentaje de tiempo que la válvula de cabeza de columna permanece abierta.

VII.- El volumen de destilado se recoge, y mediante un alcoholímetro podemos conocer su composición, a si como los fondos del tanque de destilación.

Mas rápido, podemos determinar la concentración del alcohol midiendo el índice de refracción. Usamos un refractómetro que nos mide en grados “BRIX”:

Densidad	Baume	Brix	Alcohol
1.0000	0.00	0	0
1.0039	0.57	1	0
1.0078	1.13	2	0
1.0117	1.68	3	0.58
1.0156	2.25	4	1.18
1.0196	2.81	5	1.79
1.0236	3.36	6	2.40
1.0277	3.93	7	3.01
1.0318	4.49	8	3.62
1.0359	5.03	9	4.23
1.0400	5.60	10	4.84
1.0442	6.15	11	5.45
1.0483	6.70	12	6.07
1.0525	7.25	13	6.78
1.0568	7.80	14	7.42
1.0610	8.36	15	8.04
1.0653	8.92	16	8.68
1.0697	9.46	17	9.33
1.0740	10.01	18	10.0
1.0784	10.58	19	10.7
1.0828	11.12	20	11.4
1.0874	11.66	21	12.1
1.0919	12.23	22	12.8
1.0964	12.77	23	13.4
1.1009	13.31	24	14.1
1.1055	13.87	25	14.8
1.1102	14.41	26	15.5
1.1148	14.97	27	16.2
1.1195	15.51	28	16.8
1.1242	16.06	29	17.5
1.1290	16.58	30	18.2
1.1337	17.14	31	18.9
1.1386	17.68	32	19.6
1.1435	18.22	33	20.3
1.1484	18.75	34	21.0
1.1533	19.30	35	21.7
1.1583	19.84	36	22.4
1.1633	20.38	37	23.1
1.1683	20.92	38	23.8
1.1734	21.46	39	24.5
1.1785	21.99	40	25.2
1.1837	22.53	41	25.9
1.1888	23.05	42	26.6
1.1941	23.60	43	27.3
1.1994	24.13	44	28.0
1.2047	24.66	45	28.7

Un grado Brix es la densidad que tiene, a 20° C, una solución de sacarosa al 1 %, y a esta concentración corresponde también un determinado índice de refracción.

Así pues, se dice que un mosto tiene una concentración de sólidos solubles disueltos de un grado Brix, cuando su índice de refracción es igual al de una solución de sacarosa al 1 % (p/v).

Como los sólidos no son solamente sacarosa, sino que hay otros azúcares, ácidos y sales, un grado Brix no equivale a una concentración de sólidos disueltos de 1g/10ml.

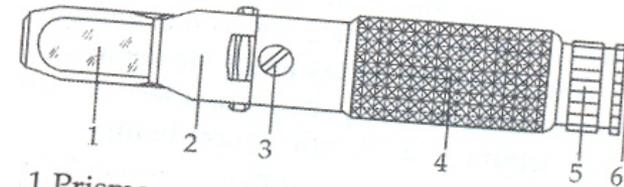
Los grados Brix son, por lo tanto, un índice comercial, aproximado, de esta concentración que se acepta convencionalmente como si todos los sólidos disueltos fueran sacarosa.

Para determinar los grados Brix se usa un aparato llamado refractómetro de ABBE, es el más común y mide los índices de refracción de cualquier producto



4. DESCRIPCIÓN

Figura 5



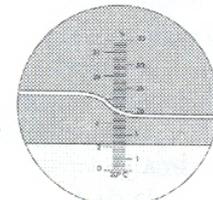
- 1 Prisma
- 2 Placa cubre prisma.
- 3 Tornillo de ajuste de la escala
- 4 Cuerpo del refractómetro cubierto de goma.
- 5 Anillo de ajuste de dioptrías.
- 6 Ocular.

Refractómetro comúnmente usado para bajas concentraciones en frutas, zumos de frutas, bebidas, productos lácteos, aceites industriales de corte, etc. La calibración se realiza ajustando a cero con agua destilada.

Rango: 0 - 32% Brix

Precisión: 0.2 %

Medidas: 27x40x160 mm



Los diagramas de fases de las mezclas reales se presentan a temperatura constante (presión-composición) o presión constante (temperatura ebullición-composición). Las Figuras 1 y 2, presentan una desviación de la Ley de Raoult, es decir, tienen un máximo de la presión total o lo que es lo mismo, un mínimo en la temperatura de ebullición. Como característica se observa la existencia de un punto singular (N) en el que la composición del líquido es igual a la del vapor, sin ser los casos de las sustancias puras; además, en un punto se presenta el máximo de la presión de vapor y el mínimo de la temperatura de ebullición.

A 1 atm., el agua y el etanol forman un azeotropo que contiene un 95,6 % de etanol y hierve a 78,15 °C.

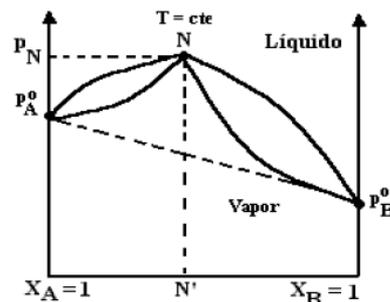


Figura 1.

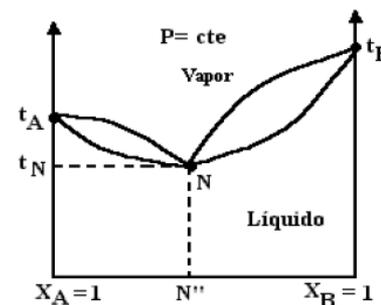
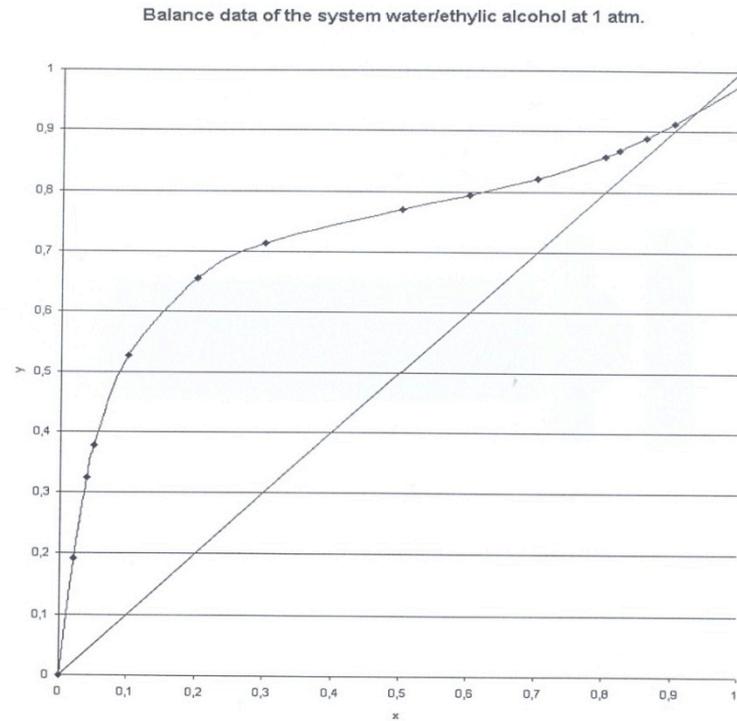


Figura 2.

T (°C)	x	y
100	0	0
98.1	0,020	0,192
96	0,040	0,325
95.2	0,050	0,377
91.8	0,100	0,527
87.3	0,200	0,0656
84.7	0,300	0,713
82	0,500	0,771
81	0,600	0,794
80.1	0,700	0,822
79.1	0,800	0,858
78.9	0,820	0,868
78.6	0,860	0,888
78.3	0,900	0,912
78.3	1,00	0,978





Escuela Universitaria de Energía y Minas
Operaciones y Procesos
PL 2ª



Se toman muestras de todos los platos de la columna, se mide la refracción y se anota la temperatura. Los datos se recogen en una tabla.

Cuando se encuentra la misma composición en varios platos sucesivos, pueden ser tres, en ellos se encuentra el azeotropo.