

INSTITUTO TECNOLOGICO Y DE ESTUDIOS  
SUPERIORES DE MONTERREY

ESCUELA DE INGENIERIA

DISEÑO, CONSTRUCCION Y EVALUACION  
DE LAS PROPIEDADES DE UNA COLUMNA  
DE DESTILACION DE MULTIPLE  
SECCION ANULAR

TESIS QUE PRESENTA  
FERNANDO DE LA GARZA DEL CASTILLO  
EN OPCION AL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO

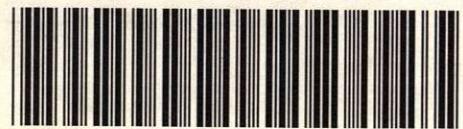
1 9 6 3

**TL**  
**TP159**  
**.D5**

**G3**

**c.1**

**6  
4**



1080094232

213.-

Fernando de la Garza

<sup>AUTOR</sup>  
Diseño, construcción y evalua-  
ción de las propiedades de una  
<sup>TIUO</sup> columna de destilación de múlti-  
ples sección anular"

COMEDIDA Y N. DEL LECTOR

# 213

autor: Fernando de la Garza

tesis: "Diseño y construcción y  
evaluación de las propie-  
dades de una columna de -  
destilación de múltiples  
sección anular"

ENCUADERNACION  
*Monterrey*

GARIBALDI 915 SUR  
TELEFONO 2-55-77



1080094232

TITULO	
AUTOR	
# 213	

autor: Fernando de la Garza

tesis: "Diseño y construcción y evaluación de las propiedades de una columna de destilación de múltiples sección anular"

ENCUADERNACION  
*Monterrey*

GARIBALDI 915 SUR

TELEFONO 2-55-77

INSTITUTO TECNOLOGICO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE MONTERREY

ESCUELA DE INGENIERIA

\* DISEÑO, CONSTRUCCION Y EVALUACION DE LAS PROPIEDADES DE UNA  
COLUMNAS DE DESTILACION DE MULTIPLE SECCION ANULAR. \*

TESIS QUE PRESENTA  
FERNANDO DE LA GARZA DEL CASTILLO  
EN OPCION AL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO

MONTERREY, N.L.

JUNIO DE 1963

Esta tesis se realizó en el laboratorio de Ingeniería  
Química del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, bajo la dirección del Ingeniero-  
Químico. Carlos Duhao.

## I N D I C E

### RESUMEN.

### INTRODUCCION.

Objeto .....	Pag. 1
Importancia del problema .....	Pag. 1
Estudio bibliográfico .....	Pag. 2
Selección del sistema .....	Pag. 3
EQUIPO EXPERIMENTAL .....	Pag. 7
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL .....	Pag. 10
DATOS Y RESULTADOS .....	Pag. 14
DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS .....	Pag. 15
CONCLUSIONES .....	Pag. 16
RECOMENDACIONES .....	Pag. 18
BIBLIOGRAFIA .....	Pag. 19

### APÉNDICES.

1.- Cálculo del área del serpentín ....	Pag. 21
2.- Cálculo de la longitud de los tubos-	
del repartidor de reflujo .....	Pag. 24
3.- Pérdidas de calor en las mantas de -	
calentamiento.....	Pag. 26
4.- Ejemplo de cálculo.....	Pag. 27

## R E S U M E N

Atendiendo la importancia de la destilación dentro de la industria, se trato de buscar un diseño por medio del cual fuera posible reducir los costos de las columnas de destilación industriales; se escogió la columna de sección anular por ser una de las más eficientes en laboratorio, teniendo alturas de plato equivalente de 5.3 mm. y 230 mm. a reflujo total, con una capacidad de 30 ml/hr y 300 ml/hr respectivamente (3).

El objeto de este trabajo fué el de hacer el diseño, la construcción, y la evaluación de las propiedades de una columna de destilación de sección anular. La columna (fig.1) estaba constituida por siete pares de tubos concéntricos de 235 cm. de largo cada uno (fig.3), con el tubo interior cerrado en sus dos extremos y en cuya capa anular se efectuó un contacto de líquido y vapor el reflujo se repartió de modo uniforme por medio de siete condensadores de aire (fig.1).

La experimentación se llevó a cabo en los experimentos del 1 al 37 a reflujo total, y en los experimentos del 38 al 43 a reflujo parcial. Se varió la capacidad para cada uno de los experimentos. Se tomaron muestras de residuo y de de tilado y se determinó su composición por el método de índices de refracción. En los experimentos a reflujo total se usó la ecuación de Fenske para el cálculo del número de platos (4), y en la experimentación a reflujo parcial se usó el método de <sup>13</sup>Cabe y Thiele. Los mejores resultados que se obtuvieron fueron: a reflujo total 26.6 platos equivalentes a una capacidad de 1.08 lt/hr., y a reflujo parcial 10.35 platos equivalentes con una capacidad de 2.38 lt/hr., una cantidad de de tilado de 0.106 lt/hr., y a un reflujo de operación 3.33 veces el reflujo mínimo.

La altura de plato equivalente que se obtuvo fué mayor que la reportada en la bibliografía (3), pero se trabajó a capacidades más grandes que las reportadas.

I            D            C .

bje.

unas e un s d ecti e & e la er terie t enen una eficiencia muy lta, n embn go su e pae d es baj , y las columnas e destilació e circiales e de tam e intermedio, con usualmente muc nos ie tes ( e un ltur e plate teórico del or en e un e factro par las columnas de laboratorio, sube a un orden magn tud de 50 centimetros pa columnas con re les ), per capacidad es más elev da.

El e jeto est trabajo es el de buscar un diseño tal, que permita a una columna de destilación e tam e intermedio e com ercial, eficiente tas, y al mismo t e c id des razo nables, siguiendo al uno diseños seme nt columnas e laboratorio. A cont uac ón present mos o principales tr bajes, en relació a uno de los diseños más eficientes de columnas de laborat ie, las col s e tilació de sec e anular. estas co una e t os tubos concent ricos; el interior e r de en sus o e r es bi ente es c on de tro del e t tubo, en t l f ran u un cl o de 1 mm. aproximada mente. La re tificació e actua par contacto del líquido que de ci nde moj n e par e o tubos, y el vapor que cede por la sec e anular.

soluci a del probl .

Al cálculo de l efic n una columna de tamaño intermedio , dará una i e de l relació que guardan las co usnas comerciales y las de laboratorio, en cuante a eficiencia y capacidad se refiere; si e dejan e us importancia el mejoramiento de esta e rció unida i , te di n su importancia en proceso ui ice .

### Estudio bibliográfico.

Los estudios referentes a las terres de destilación de sección anular fueron iniciados por Podbielski, en 1931 (1),(2). El principio es fundamentalmente tratar de lograr la formación de una interfase líquido vapor en la sección anular del anillo concéntrico. En sus artículos describe el proyecto de los aparatos usados en sus experimentos y los procedimientos analíticos incluyendo exactitud, limitaciones, muestras e investigación, así como la interpretación de los resultados.

La eficiencia de estas columnas fue estudiada por Conard y Kennedy (3), encontrándose eficiencias altas del orden de 150-plates teóricos en columnas de laboratorio de 900 mm. de longitud obteniendo una altura de unidad de transferencia de un orden de 5.3 mm. a reflujo total con una capacidad de 30 ml./hr. y alrededor de 30 mm. a reflujo total con una capacidad de 300 ml./hr. y esp. cie anular de 0.75 mm. El sistema que se usó fue m-heptano y 2.2.4. trimetil pentano; y los métodos de análisis fueron el del espectro infrarrojo y el de los índices de refracción. Para la determinación del número de plates teóricos se usó la ecuación de Penkse (4).

Naragon y Lewis (5) utilizaron una columna de 30.5 cm. de largo y un espacio anular de 1.5 mm. obteniendo una altura de unidad de transferencia del orden de 0.4 cm. a 0.66 cm. con capacidades que variaron de 77 ml./hr. a 122 ml./hr. obteniendo el equivalente de 50 a 80 plates teóricos.

El sistema usó de fué m-heptano y metil-ciclo hexano, y las concentraciones de los componentes se determinaron por la medición de los índices de refracción.

Para una destilación fraccionada en el laboratorio es necesario controlar el reflujo de un modo constante y los distintos datos que se tienen sobre los sistemas que se han usado para atacar este problema, se recopilaron por Synder y Steuber (6). Carter y Johnson usaron un repartidor intermitente magnéticos (7). Brun usó capilres y una valvula de dos pasos (8), y Podbelniak usó una valvula de control situada en el tubo de salida (6),(9).

La operación de columnas de sección anular a presiones reducidas, a demostrado que su eficiencia es menor que la obtenida a presión atmosférica. Cuando se usan a 50 mm. de Hg. la eficiencia cae aproximadamente a la mitad (10).

Estas columnas se han usado en la destilación de gasolina (4), - en la separación de mezclas complejas (4), en el cálculo de difusión de sistemas gaseosos (11), y en análisis de gases (2), - abriendose un nuevo campo en la separación de isótopos (12).

Los problemas en la selección de sistemas de líquidos utilizados en la evaluación de columnas de destilación, han sido reportados por varios investigadores.

Villingham y Rossini (13<sup>a</sup>) usaron sistemas en columnas experimentales de laboratorio, con un orden de 100 a 200 plates teóricos equivalentes.

En el cálculo del número de plates teóricos es conveniente usar la ecuación de Penske (4), en su siguiente forma:

$$N + 1 = \frac{1}{\text{Log. } P_A^{\circ}/P_B^{\circ}} \quad \text{Log. } (X_A/X_B)_p : (X_A/X_B)_s$$

Donde: N = Número teórico de plates.

p = Presión de vapor del componente dado a la temperatura no dim.

s = Fracción No ar.

A = Componente más volátil. ( sub-índice ).

B = Componente menos volátil. ( sub-índice ).

p = Producto. ( sub-índice ).

s = Residuo. ( sub-índice ).

Esta ecuación es útil para evaluaciones a reflujo total, utilizando el método de McCabe y Thiele, para cálculos a reflujos parciales.

Los sistemas que se usaron fueron: I n-Heptano y metil círculo hexano y II 2,2,4, trimetil pentano y metil círculo hexano. Para el sistema I,  $P_A^{\circ}/P_B^{\circ}$  tiene valores de 1.07380, al punto de ebullición normal del n-Heptano ( $98.426^{\circ}\text{C}$ ) y de 1.07584, al punto de ebullición normal del metil círculo hexano ( $100.934^{\circ}\text{C}$ ). Para el sistema II,  $P_A^{\circ}/P_B^{\circ}$  tiene valores de 1.04922, al punto de ebullición normal del 2,2,4, trimetil pentano ( $99.438^{\circ}\text{C}$ ), y 1.04890, al punto de ebullición normal del metil círculo hexano ( $100.934^{\circ}\text{C}$ ).

### Selección del sistema.

En la evaluación de columnas cortas no es crítica la selección del sistema de líquidos empleados, pero en columnas de mucha separación, para poder lograr exactitud en la determinación del número de platos, se necesitan sistemas en que los dos líquidos, tengan casi la misma presión de vapor requiriéndose además que el método por el cual se determinen las composiciones permita mucha exactitud, (métodos físicos de preferencia), que el sistema no sea corrosivo, y que no forme mezclas azeotropicas a ninguna composición.

El sistema seleccionado fue; benceno y dicloruro de etileno ( $13^b$ ). Forma soluciones ideales a todas concentraciones, tiene una diferencia de puntos de ebullición de  $3.39^{\circ}\text{C}$ , y su diferencia en índices de refracción es lo suficientemente amplia, para lograr buena-exactitud, con la lectura del refractómetro de precisión usado. (Refractómetro de precisión Baush & Lomb).

Los datos de equilibrio de benceno-dicloruro de etileno ( $13^e$ ), a  $760 \text{ mm. de Hg.}$  son los siguientes:

### B.ºOS DE EQUILIBRIO

Benceno-Dicloruro de etileno a ( $760 \text{ mm. de Hg.}$ )

Por ciento Molar en:	Vapor.	Temp. ( $^{\circ}\text{C}.$ )
Líquido.	Vapor.	
0.0	0.0	83.48
5.0	5.5	83.32
10.0	11.0	83.14
20.0	21.7	82.79
30.0	32.2	82.45
40.0	42.6	82.10
50.0	52.6	81.77

60.0	62.5	81.43
70.0	72.2	81.09
80.0	81.6	80.79
90.0	90.9	80.42
95.0	95.5	80.27
100.0	100.0	80.09

$P_A^{\circ}/P_B^{\circ}$  tiene valores de 1.113 a punto de ebullición normal del benceno ( $80.09^{\circ}\text{C}$ ) y de 1.109 a punto de ebullición normal del dicloruro de etileno ( $83.48^{\circ}\text{C}$ ).

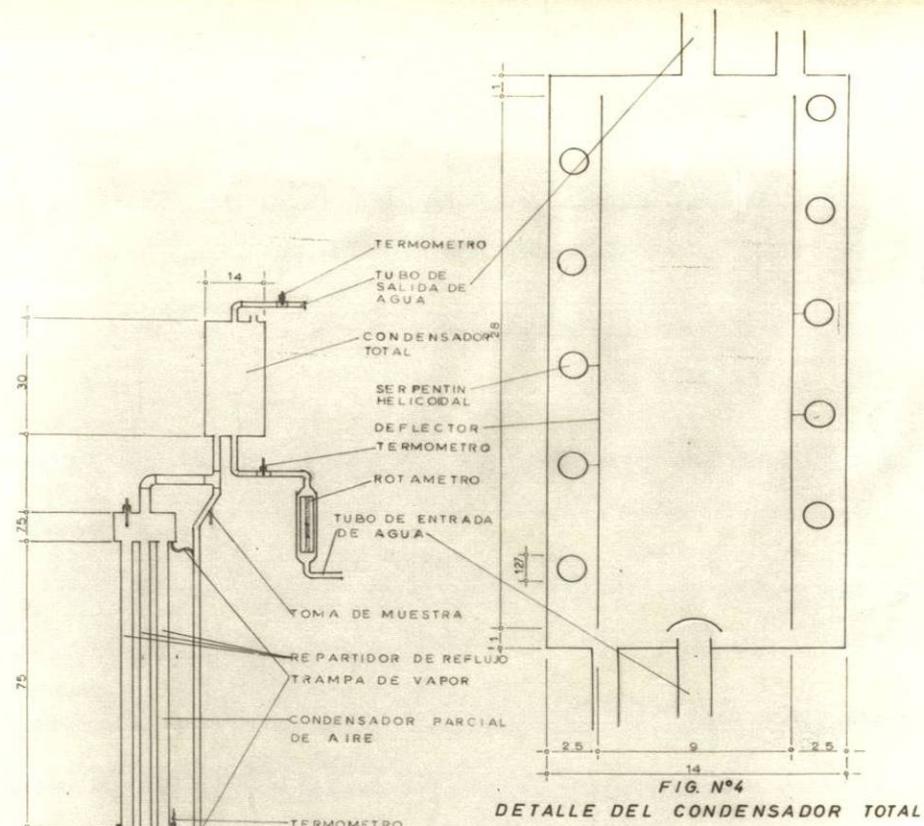


FIG. N°4  
DETALLE DEL CONDENSADOR TOTAL

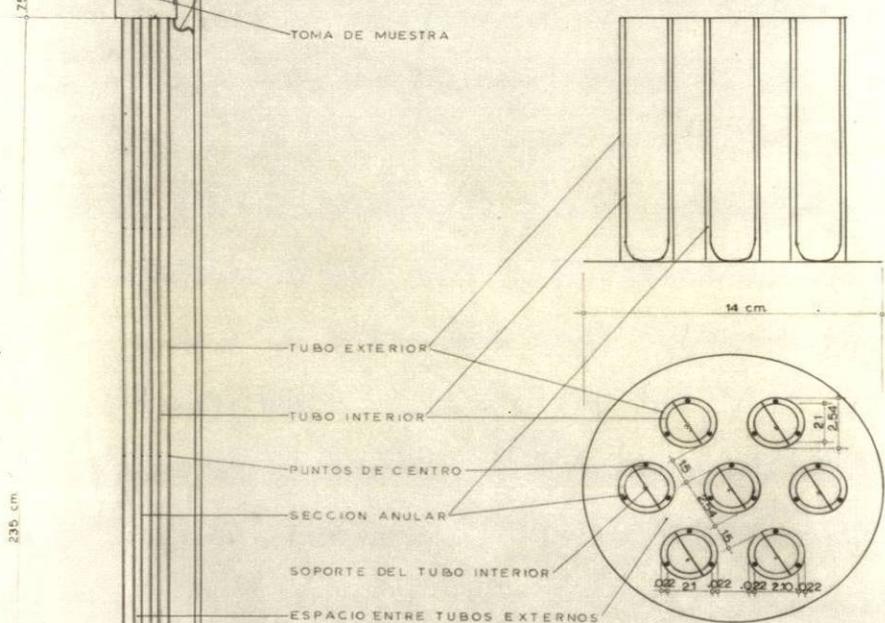


FIG N°3  
DETALLE INFERIOR  
TUBOS CONCENTRICOS

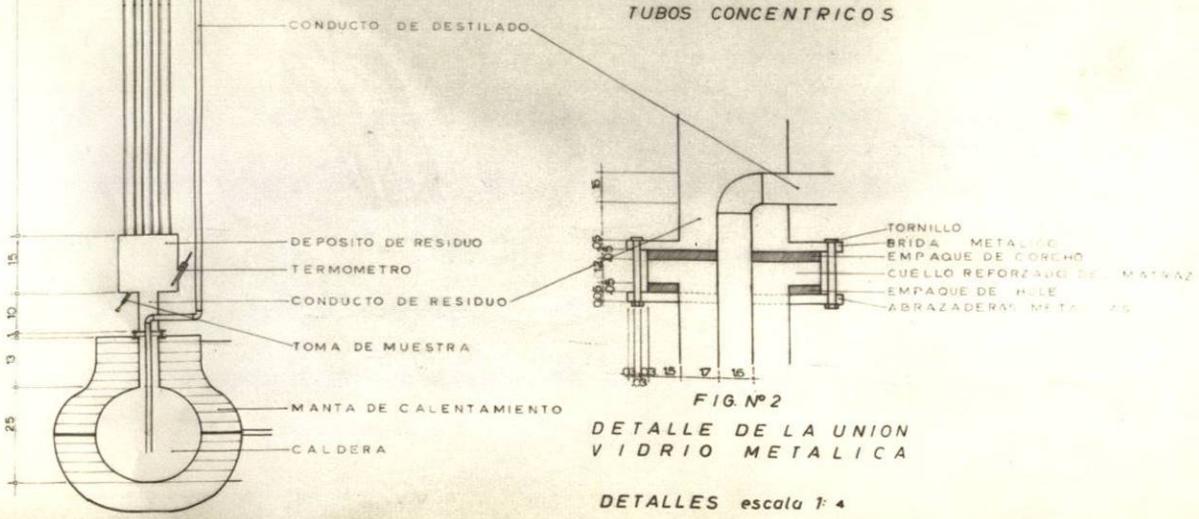


FIG. N°2  
DETALLE DE LA UNION  
VIDRIO METALICA

DETALLES escala 1:4

FIG. N°1  
COLUMNAS DE DESTILACION ESCALAS 1:4

## E Q U I P O E X P E R I M E N T A L

El diseño se basó en columnas de tubos concéntricos. Para aumentar la espesidad de la columna se usaron siete secciones de tubos concéntricos.

Esta columna debe trabajar igual que siete columnas independientes si:

1.- se logra repartir perfectamente el reflujo en tal forma que toque igual a cada uno.

2.- La sección anular es igual en las diferentes columnas y presenta la misma resistencia al vapor.

3.- Si no se presentan otras complicaciones en su operación.

Al aparato sobre el cual se hizo la experimentación estaba constituido por cuatro partes: la caldera, la región rectificadora, el repartidor de reflujo y el condensador total (fig.1).

La caldera: es un matraz de vidrio "pyrex" de seis litros de capacidad, con el cuello reforzado. El calor necesario para la ebullición lo proporcionaron dos mantas de cíntamiente cuya potencia máxima total era de 650 y 350 watts, respectivamente - (3,400 BTU/hr.), perfectamente variable y de fácil medición a todas sus capacidades. El cuello del matraz se une a un tubo de 5.08 cm. de diámetro (fig.2), que sirve de conducto de salida del vapor de la caldera y de entrada a la región rectificadora.

La región rectificadora: está constituida por siete pares de tubos concéntricos (fig. 3 vista lateral). El espacio anular es de 2.2 mm. y cada 60 cm. tenía tres puntos para espaciamiento. El tubo exterior es de cobre de 2.54 cm. y el tubo interior es de vidrio "pyrex" de 2.1 cm. de diámetro, cerrado en sus extremos y apoyado en un dispositivo (fig. 3 vista inferior) que está previsto de un termómetro y un conducto de toma de muestras;

se conectó a la caldera por medio de un tubo de cobre de 5.08cm. El vapor sale de las secciones anulares por la parte superior, a un depósito provisto de un termómetro y un orificio para toma de muestras. Los tubos concéntricos, los depósitos y los conductos de vapor se encuñtran aislados lo mejor posible; el aislante está formado por una capa de aislante de asbesto de 2.54 cm. de espesor, sobre la cual se enrolló una resistencia eléctrica de potencia máxima 1,500 watts (5,000 BIU/hr.); la resistencia estaba dividida en dos partes iguales controlada cada una de ellas por un autotransformador; la capa siguiente de aislante era de fibra de vidrio de 2.54 cm. de espesor.

Repartidor de reflujo: el vapor a la salida del depósito superior de la región rectificadora, se repartió uniformemente entre siete tubos de 2.54 cm. de cobre que sirven de condensadores parciales de vapor, regresando el condensado a la parte media del tubo central, y actuando como repartidores de reflujo. Los tubos en su parte superior se conectaron a un depósito provisto de termómetro y un conducto de salida del vapor que se unió al conducto de destilado<sup>1</sup> que llevan el vapor hasta el condensador total.

Condensador total: se encuentra en la parte superior del aparato (fig.1). Terminó de condensar el vapor que sale del condensador parcial, regresando el destilado a la caldera por un tubo de 1.27 cm. de cobre previsto de una toma de maestra y que entra en el tubo de salida del vapor de la caldera y baja concéntricamente hasta tocar el nivel del líquido en ebullición.

Es de forma cilíndrica y está formado por un serpentín helicoidal de 1.27 cm. de cobre, limitado en su cara externa por la cubierta del condensador y en su cara interna por un deflecto ci-

lindrice contenido por el serpentín (fig. 4). La tapa inferior tiene en el centro la tubería de entrada del agua de enfriamiento, que pasa anteriormente por un rotámetro y por un termómetro; el tubo penetra en el condensador un centímetro y el líquido es desviado hacia la periferie por un deflecto cónico. La tubería de descarga de agua que está provista de un termómetro, sale de la tapa superior del condensador.

Ver Fig. 9

## P R O C E D I M I . N T O E X P E R I M E N T A L

### Obtención de datos necesarios para la experimentación.

#### 1) Curva de índice de refracción contra composición.

El procedimiento empleado para el análisis de las muestras de residuo y destilado, fue el de índices de refracción.

Con este fin se hicieron soluciones de benceno-dicloruro de etileno, en proporciones conocidas en volumen, para mayor exactitud. Se determinó el índice de refracción de cada una y se transformó la composición a - porcentaje en peso, haciendo la gráfica de índice de refracción, contra - porcentaje en peso de benceno.

#### 2) Curva de calibración del termopar.

Para conocer las perdidas de calor en las mantas de calentamiento, fue necesario conocer el área de las mantas, el coeficiente de transmisión de calor determinado experimentalmente (apéndice 3), la temperatura ambiente y la temperatura en la superficie de las mantas; para esto se usó un termopar de cobre-constantan, que se calibre de la siguiente manera: se escogieron substancias sólidas químicamente puras de punto de fusión conocido, y se midió el milivoltaje registrado en un potentiómetro en el punto de fusión de cada una de las substancias; se graficó -- temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ ) contra voltaje en milivolts.

#### 3) Curva de calibración del rotámetro.

La cantidad de destilado se calculó por un balance de calor en el condensador total, y para esto se necesitó conocer el calor latente de condensación de la solución, la diferencia de temperaturas del agua de entrada y de salida del condensador y la cantidad de agua circulando - por el mismo en un tiempo dado, esta última se midió con rotámetro calibrado de la siguiente forma: se abrió la válvula de entrada de agua y se coloco el fletador del rotámetro en una lectura determinada; se -

pasó la cantidad de agua por minuto que pasó por el rotámetro y se graficó la lectura del rotámetro contra el flujo real en gramos por minuto.

#### 4) Determinación de la potencia suministrada.

Para variar la potencia suministrada en las mantas de caleamiento, se usaron dos autotransformadores con escala 0-130... se determinó la corriente y el voltaje para cada una de las lecturas del autotransformador y se calculó la potencia de cada una de las mantas por medio de la fórmula  $P = EIC \cos \theta$  donde:  $P$  es la potencia,  $E$  es el voltaje,  $I$  es la corriente, y  $\cos \theta$  es el factor de potencia, que vale uno para un circuito con impedancia exclusivamente resistiva (17). Se sumaron las potencias de las mantas para cada lectura y se graficó, potencia total contra lectura de los autotransformadores.

#### Experimentación.

Los experimentos del 1 al 17, se hicieron sin el uso de la resistencia caldeada en la región rectificadora y del 18 al 48 se hicieron con la resistencia en operación.

#### Reflujo total.- Experimentos del 1 al 37.

Previamente se secaron los líquidos con sulfato de sodio anhidro, para evitar la corrosión. Se cargó la caldera con una solución del sistema usado y se conectó el manta, a la sección Enriquecedora, colocándose las mantas sobre el manta y ajustándolas a la potencia de operación; cuando la temperatura del depósito superior comenzó a subir entró en operación un abanico que aumentó la transmisión de calor en el condensador parcial, que en este caso sirve de condensador total. Se ajustó la temperatura a  $80^{\circ}\text{C}$  en el espacio que hay entre las

des capas de aislante (solamente se usó la resistencia de los experimentos 18 al 37) por medio de un control de potencia en los autotransformadores.

Antes de iniciar la experimentación, se determinó el tiempo requerido para alcanzar régimen constante, analizando muestras tomadas a intervalos de tiempo regular. De acuerdo con lo anterior se esperó una hora para alcanzar el régimen constante, y se tomaron muestras de residuo y destilado, ésta última por succión en el depósito superior de la sección rectificadora. Además se anotó la temperatura ambiente, la temperatura en la superficie de las mantas de calentamiento, y la lectura de los autotransformadores de las mismas. Se hicieron los cálculos ilustrados en el apéndice 4.

#### Reflujo parcial.- Experimentos del 37 al 48.

Se cargó la caldera con una solución del sistema utilizado, y se conectó al aparato; se colocaron las mantas de calentamiento y se ajustaron los autotransformadores a la potencia requerida de operación. Cuando la temperatura del depósito superior del repartidor de reflujo comenzó a subir, se abrió la válvula de entrada de agua al condensador total, y se ajustó a una lectura del rotámetro, que permitió obtener una diferencia de temperaturas apreciable, entre el agua de entrada y de salida del condensador. Se ajustaron los autotransformadores de la resistencia colocada en la sección rectificadora, hasta alcanzar una temperatura estable de  $80^{\circ}\text{C}$ , en el espacio que hay entre las dos capas de aislante. Se esperó una hora a que el régimen fuera constante, tomando después muestras de residuo y de destilado. Además se anotó la lectura del rotáme-

tre y de los autotransformadores de las mantas de calentamiento, y las siguientes temperaturas: entrada y salida del agua del condensador, la del ambiente y de la superficie de las mantas de calentamiento. Se hicieron los cálculos pertinentes. (apéndice 4).

## DATOS Y RESULTADOS

Los datos obtenidos en la experimentación y los resultados calculados a partir de dichos datos (apéndice 4), se presentan a continuación en forma tabular.

LECTURA DE CORRIDAS	TMIN. LOS	TMAX. C	TMAX. F	TMIN. C	TMIN. F	Hr.	Hr.	C.E.	% PESO Hr. molar	% BASE Hr. molar	POT. SUM. Btu/hn	PERDIDAS Btu/hn	POT. CONS. Btu/hn	CAPACIDAD LITROS/HR.	NUMERO DE PLATOS.
1-6	4.0	75.0	94	80.0	27	73.4	23	1.48001	1.45261	0.6	35.0	4.35	0.6	14.2	23.6
1-8	-4.1	75.2	24	80.8	27	73.4	23	1.48003	1.45263	0.5	35.0	4.35	0.5	1.1	22.6
2-0	-4.2	75.2	24	80.7	28	73.4	23	1.48043	1.45264	1.5	35.0	4.35	1.5	2.1	22.2
21-	4.3	77	25	84.4	28	75.2	24	1.47775	1.45282	0.6	35.0	4.35	0.6	1.7	20.4
28-	4.4	77	25	84.4	28	75.0	24	1.47779	1.45285	0.5	35.0	4.35	0.5	1.7	19.3
30-	4.5	77	25	84.3	30	75.0	24	1.47777	1.45287	0.6	35.0	4.35	0.6	1.7	19.2
32-41	4.6	77	25	84.3	30	75.2	24	1.47776	1.45288	0.5	35.0	4.35	0.5	1.7	18.7
2-5-	4.7	77	25	84.3	30	75.2	24	1.47771	1.45289	0.5	35.0	4.35	0.5	1.7	18.1
3-8	4.8	77	25	84.3	30	75.0	24	1.47770	1.45291	0.5	35.0	4.35	0.5	1.6	18.0
27-	4.9	77	25	84.3	30	75.0	24	1.47768	1.45292	0.5	35.0	4.35	0.5	1.6	18.0
28-	5.0	77	25	84.0	31	74.6	24	1.47766	1.45294	0.5	35.0	4.35	0.5	1.6	17.7
2-9	5.5	72.6	26	84.6	32	74.6	24	1.47009	1.45291	0.5	35.0	4.35	0.5	2.2	13.75
3-0	6.0	40.9	27	84.6	32	73.7	23	1.48270	1.45292	0.5	35.0	4.35	0.5	2.0	13.00
31-	6.5	49.7	28	81.6	33	70.6	26	1.48277	1.45317	0.5	35.0	4.35	0.5	1.3	10.30
32-	7.0	86.3	30	91.6	33	80.9	27	1.48659	1.45324	0.5	35.0	4.35	0.5	0.8	8.86
38-	7.5	84.3	30	91.6	34	81.5	27	1.46554	1.45327	0.5	35.0	4.35	0.5	0.7	8.70
39-	8.0	84.0	31	93.4	34	82.7	28	1.46559	1.45327	0.5	35.0	4.35	0.5	0.5	8.55

C L A V E

T M	Temperatura en la superficie de la montaña inferior.
T M	Temperatura en la superficie de la montaña superior.
I N	Indice de refracción del aire.
H	Altitud.
C C	Composición del aire.
P	Presión atmosférica.
A	Presión atmosférica en el nivel del mar.
B	Presión barométrica.

## DISCUSION DE LOS RESULTADOS

Los porcentajes obtenidos en el análisis por índices de refracción fueron bastante exactos debido a la alta precisión del refractómetro usado.

La variación que tiene la linea de electricidad en su voltaje, debido a la introducción de cargas ajena a la experimentación, fué solamente momentánea, y por lo tanto no se consideró como una variable que pueda sacar de control el proceso. Por otra parte se observó uniformidad en los datos y resultados; y las variaciones en el proceso son pequeñas y naturales en cualquier tipo de proceso. El número de platos disminuyó a medida que se aumentó la capacidad; la variación fué apreciable y determinante en las capacidades de operación.

Las pérdidas de calor a lo largo de la región rectificadora tuvieron influencia en el número de platos, como pudo comprobarse en los experimentos hechos a reflujo total; obteniéndose mayor número de platos cuando hay menos pérdidas debido a que se pudo alcanzar el régimen constante a velocidades de vapor más pequeñas.

Al disminuir el reflujo en la columna el número de platos disminuyó apreciablemente, aumentándose el rendimiento.

Los resultados obtenidos en la experimentación en general no fueron los que se esperaban; sin dejar de ser buenas; resultando mayor la altura de la unidad de transferencia que la reportada en la bibliografía (13<sup>a</sup>) para columnas empacadas de la misma capacidad.

## C O N C L U S I O N E S

El objetivo de la tesis fue hacer el diseño, la construcción, y la evaluación, de una columna de destilación de siete secciones anulares.

El sistema usado, (benzene, dicloruro de etileno) llenó los requisitos necesarios para lograr el objeto de la experimentación.

El diseño del aparato se acercó a un diseño industrial, y su funcionamiento fue sencillo de controlar. La caldera se diseñó de vidrio, con el objeto de poder observar posibles anomalías, a través de su funcionamiento; y se unió a la parte metálica de una manera práctica y eficiente.

En el procedimiento experimental se trató de obtener la mayor exactitud posible, tanto en el método de análisis de las muestras, como en la determinación de las temperaturas.

Los experimentos se hicieron a reflujo total, del 1 al 17 se usó la resistencia enrollada en la región destiladera y - del 18 al 37 se hicieron con la resistencia en operación; y a reflujo parcial, del 38 al 48 se experimentó con la resistencia en operación.

En los experimentos del 1 al 17 se obtuvo el mayor número de platos, igual a 19.75, a una capacidad de 2.03 lt/hr. En los experimentos del 18 al 37 se obtuvo el mayor número de platos igual a 23.6 a una capacidad de 2.08 lt/hr. Los experimentos del 38 al 48 correspondieron a reflujo parcial, y los mejores resultados fueron a una capacidad de 2.38 lt/hr., con un número de platos igual a 10.35 y con un reflujo de 3.33 veces el reflujo mínimo; obteniendo una cantidad de destilado de 0.106 lt/hr.

Estos resultados fueron mas bajos que los esperados en la operación de la columna, siendo buenas de cualquier manera. La bibliografía (13<sup>d</sup>) reporta alturas de plate equivalente, para diferentes velocidades de vapor y diferentes empaques de columna, empleando el mismo sistema que se usó en el presente trabajo; - pudiéndose hacer una comparación entre las alturas de plate reportadas, ( mas pequeñas que las obtenidas en este trabajo ) y las logradas en la experimentación con la columna de destilación usada.

Comparando los resultados con los obtenidos por Kennedy (3) - para una columna de laboratorio de diseño semejante, se tiene lo siguiente:

	Kennedy.	Este trabajo.
Altura de plate a reflujo total.	6 mm.	106 mm
Capacidad.	30 ml/hr.	2080 ml/hr.

Se obtuvieron por lo tanto alturas de plate 17.7 veces mayor, - pero con capacidad 69.1 veces menor.

Este resultado como ya se dijo no es tan bueno como se esperaba, pero no es malo tampoco.

## RECOMENDACIONES

El reflujo en el condensador parcial estuvo sujeto a variaciones debidas al cambio del coeficiente de transmisión de calor al aumentar o disminuir la velocidad en la corriente de aire, y también debido al cambio en la diferencia de temperaturas al variar la temperatura ambiente. Para lograr un mayor control en el proceso, sería conveniente mantener una temperatura y velocidad constante del aire que sirve como medio absorbedor de calor. Puede utilizarse otro tipo de sección anular en la cual se logre el mismo efecto que en la del tipo anular de tubos concéntricos; y que no desperdicien el espacio del tubo interior del par concéntrico, con el fin de lograr mayores capacidades y mejores contactos.

## B I B L I O G R A F I A

1.- Poddlelniak, R.J.

Patente de Estados Unidos # 2,209,577. (Jul. 30 1940).

2.- Poddlelniak, R.J.

IND. ENG. CHM. ANAL. ED. 2, 177 (1931).

3.- Cenard, K.D. y R.M. Kennedy.

IND. ENG. CHM. 42, 2327 (1950).

4.- Fenake, M. I.

IND. ENG. CHM. 24, 482 (1932).

5.- Maragon, E.A. y C.J. Lewis.

IND. ENG. CHM. ANAL. ED. 18, 448 (1946).

6.- Snyder, C.J. y W. Steuber.

IND. ENG. CHM. ANAL. ED. 16, 454 (1944).

7.- Brown, J.H.

IND. ENG. CHM. ANAL. ED. 2, 359 (1935).

8.- Carter, A... y P.W. Johnson.

Patente de Estados Unidos # 2,251,185 (jul. 29 1941).

9.- Poddlelniak, R.J.

Circular 22 (Nov. de 1942).

10.-R.K. Banaks, y W.K.M. Musgrave.

J. APPL. CHM. 6, 214 (1956).

11.-Gilliland, E.R.

IND. ENG. CHM. 26, 661 (1943).

12.-Dipak, G. y S.N. Ray.

IND. ENG. CHM. Vol. 1 # 4 (Oct. 1962).

13.-J.H. Perry.

"CHEMICAL ENGINEER'S HANDBOOK"

M<sup>2</sup> Graw - HILL. Book Co. Inc.

3a. Edición New York 1950.

- 13<sup>a</sup>.- Ibid. pag. 610.
- 13<sup>b</sup>.- Ibid. pag. 526.
- 13<sup>c</sup>.- Ibid. pag. 573.
- 13<sup>d</sup>.- Ibid. pag. 621.
- 13<sup>e</sup>.- Ibid. pag. 459.
- 13<sup>f</sup>.- Ibid. pag. 175.
- 13<sup>g</sup>.- Ibid. pag. 292.
- 13<sup>h</sup>.- Ibid. pag. 225-228.
- 13<sup>i</sup>.- Ibid. pag. 372-373.
- 13<sup>j</sup>.- Ibid. pag. 476.
- 13<sup>k</sup>.- Ibid. pag. 335.
- 13<sup>l</sup>.- Ibid. pag. 466.
- 14.- Strooz, J.A.  
.CC. CH M. INC. J. 64, 322 (1945).
- 15.- H<sup>a</sup> Adams, .H.  
"Heat Transmission" pag. 249.  
H<sup>a</sup> Graw-HILL Book Co. Inc.  
3a. Edición New York 1954.
- 16.- High, Beldrith, Skilling.  
" Electrical Engineering Circuits. pages. 38-119.  
4a. Edición John Wiley & Sons. New York 1959.

## A P E N D I C E S

Apéndice No. 1.

Cálculo del área del serpentín.

Cálculo del coeficiente de transmisión de calor, del agua en el condensador total.

$$h_f = 0.72 \frac{K}{D_0} \left[ \frac{\beta^2 \rho \Delta T c \mu g}{K \mu^2} \right]^{0.25} \quad (14)(15).$$

Ecación para transferencia de calor a través de película en entre la superficie exterior de un condensador de tipo serpentín-helicoidal, y el líquido a caliente.

Posición del serpentín: Vertical.

Movimiento del líquido: Convección natural.

Nomenclatura:-

$h_f$  = Coeficiente de transmisión de calor. BTU/hr-pie<sup>2</sup>-°F.

K = conductividad térmica a  $T_f$ . BTU/hr-pie<sup>2</sup>-°F. (13<sup>a</sup>).

$D_0$  = Diámetro del tubo exterior. Pies.

$\rho$  = Densidad de líquido a  $T_f$ . lb/pie<sup>3</sup>. (13<sup>b</sup>).

$\beta$  = Coeficiente volumétrico de expansión del líquido a  $T_f$ . (13<sup>c</sup>).

$g$  = Aceleración de la gravedad.  $4.17 \times 10^6$ . pieas/hr<sup>2</sup>.

$\Delta T$  = Diferencia de temperaturas entre el serpentín y el líquido. °F.

c = Calor específico del líquido a presión constante. BTU/lb-°F. (13<sup>d</sup>).

$\mu$  = Viscosidad del líquido a  $T_f$ . lb/pie-hr. (13<sup>e</sup>).

$T_f$  = Temperatura de la película. Promedio aritmético de la temperatura del serpentín, y la temperatura media del líquido.

Constantes físicas: Los valores de las constantes físicas están reportadas en las "Tablas críticas Internacionales", en varios manuales y en la literatura técnica.

**Limitaciones del método de cálculo.**

1.- El diámetro del serpentín no debe de ser mayor de un pie.

2.- El diámetro del tubo del serpentín no debe de exceder de 1/2".

Datos para el agua.

$$K = 0.370 \text{ BTU/hr-pie}^2 - (\text{F/pie}).$$

$$D_o = 0.5 \text{ pulgadas.}$$

$$\rho = 61.756 \text{ lb/pie}^3.$$

$$G = 8.5053 \times 10^{-6}.$$

$$g = 4.17 \times 10^8 \text{ pie/hr}^2.$$

$$T = \text{Temperatura media del agua} - \text{Temperatura del serpentín} = 158 - 86 = 72^\circ\text{F}.$$

$$c = 0.91 \text{ BTU/lb-}^\circ\text{F}.$$

$$\mu = 1.352 \text{ lb/pie-hr.}$$

$$T_f = (156 + 86) \div 2 = 122^\circ\text{F}.$$

$$h_f = \frac{0.72 \times 0.370 \times 12}{0.5} \left[ \frac{(0.5/12)^3 (61.756^2 (8.5053 \times 10^{-6}) 4.17 \times 10^8) (72)(0.91)}{1.352 \times 0.370} \right]^{0.25}$$

$$h_f = 38.0 \text{ BTU/hr-pie}^2 - ^\circ\text{F.}$$

**Coeficiente de transmisión de calor del condensador.**

Para vapores orgánicos que se condensan en la pared de un tubo horizontal, enfriados por agua exteriormente, los valores del coeficiente de transmisión de calor varian de 200 - 400 BTU/hr-pie<sup>2</sup>-<sup>°</sup>F. (13<sup>j</sup>).

**Cálculo de la longitud del tubo del serpentín.**

Datos.

$$K \text{ cobre} = 222 \text{ BTU/hr-pie}^2 - (\text{F/pie}).$$

$$h \text{ vapor} = 200 \text{ BTU/hr-pie}^2 - ^\circ\text{F.}$$

$$h \text{ agua} = 38.0 \text{ BTU/hr-pie}^2 - ^\circ\text{F.}$$

$$\text{Diámetro exterior} = 0.5 \text{ pulgadas.}$$

$$\text{Diámetro interior} = 0.38 \text{ pulgadas.}$$

$h$  del benceno = 103.57  $\frac{\text{Cal}}{\text{lb}}$  = calor latente de condensación.

$$\frac{\text{Cal}}{\text{lb}} \times 1.8 = \frac{\text{BTU}}{\text{lb}} (1)^k.$$

Temperatura del vapor =  $158^{\circ}\text{F}$ .

Temperatura media del agua =  $86^{\circ}\text{F}$ .

Se desprecia la resistencia del tubo de cobre por su alta conductividad térmica y su pequeño espesor.

El coeficiente de transmisión de calor del vapor se escoge en el punto crítico para dar un factor de seguridad al diseño del serpentín. Se estima que la cantidad máxima de condensado sea de  $2.2 \text{ lb/hr}$  y además se supone que la concentración en benceno que haya en el destilado sea bastante elevada.

$$U = \frac{1}{\frac{1}{200} + \frac{1}{38}} = 32 \text{ BTU/hr-pie}^2-\text{F}.$$

$$Q = UA\Delta T.$$

$$Q = \Delta H_F \times \text{factor de conversión.}$$

$$UA\Delta T = \Delta H_F.$$

$$A = \frac{\Delta H_F}{U\Delta T} = \frac{2.4 \times 103.57 \times 1.8}{32 \times 86} = 0.1630 \text{ pie}^2.$$

$$A = \frac{\pi L D_{ext} - \pi L D_{int}}{\ln \frac{\pi L D_{ext}}{\pi L D_{int}}} = \frac{\pi L (0.50 - 0.38)}{12 \ln \frac{0.50}{0.38}} = 0.1630$$

$$L = (0.1630 \times 12 \times \ln \frac{0.50}{0.38}) / \pi (0.50 - 0.38) = 14.2 \text{ pie}.$$

$$\underline{\underline{L = 14.2 \text{ pie}.$$

**Apéndice No. 2.**

Cálculo de la longitud de los tubos del reárticor de reflujo.

Se estima la cantidad mínima que se desea condensar en el condensador de aire, en 1.1 lb/hr. y se desea que los tubos sean de cobre de una pulgada.

Datos.-

El coeficiente de transmisión de calor de la película de benceno es del orden de 200-400 BTU/hr-pie<sup>2</sup>-°F. (13<sup>j</sup>), por lo tanto puede despreciarse en comparación con la resistencia del aire. La resistencia del tubo de cobre se desprecia por su alta conductividad térmica y su pequeño espesor. El coeficiente de transmisión de calor del aire se estima en 23K-Cal/ hr-m<sup>2</sup>-°C.

Factor de conversión (13<sup>l</sup>) BTU/hr-pie<sup>2</sup>-°F = 4.81 x K-Cal/hr-m<sup>2</sup>-°C.

$h_b$ : calor latente de condensación del benceno = 103.57 K-Cal/Kg.

Factor de conversión (13<sup>k</sup>) K-Cal/kg x 1.8 = BTU/lb.

Temperatura de la película de benceno = 158°F (se estima que el vapor que se condensa tiene una riqueza muy alta en benceno).

Temperatura ambiente = 77°F.

$w_b$ : cantidad de benceno lb/hr.

Q = calor cedido por el benceno al condensador.

$$Q = w_b \Delta h_b$$

$$Q = UA\Delta T$$

$$A = \frac{w_b \Delta h_b}{U \Delta T} = \frac{1.1 \times 103.57 \times 1.8}{(158-77)23 \times \frac{1}{4.81}} = 0.540 \text{ pies}^2$$

Diametro exterior del tubo de cobre de 1" = 1"

Diametro interior del tubo de cobre de 1" = 0.94"

$$A = \frac{\pi L D_{ext} - \pi L D_{int}}{\ln \frac{\pi L D_{ext}}{\pi L D_{int}}} = \frac{\pi L (1.00 - 0.94)}{12 \ln \frac{1.00}{0.94}} = 0.540 \text{ pies}^2$$

$$L = (0.540 \times 12 \times \ln 1.00) / \pi (1.00 - 0.94) = 3.96 \text{ pies.}$$

### Apéndice No. 3

Pérdidas de calor en las mantas de calentamiento.

Cálculo del coeficiente de transmisión de calor.

Datos para la manta superior.

Área =  $3597 \text{ cm}^2$  ( $3.87 \text{ pies}^2$ ).

Temperatura de la superficie =  $44^\circ\text{C}$

Temperatura ambiente =  $23.5^\circ\text{C}$

Potencia = 146 watts.

Datos para la manta inferior.

Área =  $1370 \text{ cm}^2$  ( $1.47 \text{ pies}^2$ ).

Temperatura de la superficie =  $42^\circ\text{C}$

Temperatura ambiente =  $23.5^\circ\text{C}$

Potencia = 75.6 watts.

$\text{BTU/hr-pie}^{2-\circ}\text{F} \times 0.000568 = \text{watts/cm}^{2-\circ}\text{C}$  ( $13^1$ ).

$Q = \text{Pérdidas} = h \Delta T$

$$h = \frac{Q}{\Delta T} = \frac{\text{watts}}{\text{cm}^2 \times ^\circ\text{C} \times \text{factor de conversión.}}$$

$$h = \frac{146}{3597 \times 18.5 \times 0.000568} = 3.86 \text{ BTU/hr-pie}^{2-\circ}\text{F}$$

$$h = \frac{75.6}{1370 \times 20.5 \times 0.000568} = 4.74 \text{ BTU/hr-pie}^{2-\circ}\text{F}$$

$$h = 4.3 \text{ BTU/hr-pie}^{2-\circ}\text{F.}$$


---



---

## Apéndice No. 4.

Ejemplo de cálculo.- Reflujo total.

Experimento # 1.

Ecación de Fenske: (4).

$$\pi = \frac{\log(x_A/x_B)_p : (x_A/x_B)_s}{\log \alpha}$$

 $\alpha$  = Volatilidad relativa.

x = Fracción Molar.

A = Componente mas volátil. (sub-Indice).

B = Componente menos volátil. (sub-Indice).

p = Destilado. (sub-Indice).

s = Residue. (sub-Indice).

$$\pi = \frac{\log (89.4/10.6):(52.1/47.9)}{\log 1.1} = 19.75$$

q = Pérdidas de calor =  $h_A \cdot T = (\text{BTU/hr-pie}^2 \cdot {}^\circ\text{F.}) (\text{pie}^2)({}^\circ\text{F}) = \text{BTU/hr.}$ 

$$q = 4.3 [ 3.87 (80.9-70.1) + 1.47(32.7-78.1) ] = 76.5 \text{ BTU/hr.}$$

Densidad del benceno = 1.257 Kg/lt.

Densidad del dicloruro de etileno. = 0.879 Kg/lt.

Calor latente de evaporación del benceno = 103.57 K-Cal/Kg.

Calor latente de evaporación del dicloruro de etileno.= 84.8 K-Cal/Kg.

K-Cal: .252 = BTU. (13<sup>k</sup>).Densidad de residuo =  $(0.464 \times 1.257) + (0.536 \times 0.879) = 1.054 \text{ Kg/lt.}$ Calor latente de evaporación del residuo =  $(0.464 \times 103.57) + (0.536 \times 84.8) = \text{K-Cal/Kg.}$   
 $= 93.5$ 

1 K-Cal/h = 3412 BTU/h

Capacidad = Potencia suministrada - Pérdidas  
Densidad calor latente de evaporación x factor de conversión.

$$\text{Capacidad} = \frac{(870-76.5)}{1.054 \times 93.5 \times \left( \frac{1}{0.25} \right)} = 2.03 \text{ lt/hr.}$$

Ejemplo - Refugio p recial.

experimento # 38

$$q = \text{Pérdidas} = hA\Delta T = (\text{BTU/hr-pie}^2 \cdot F) (\text{pie}^2) (F^\circ) = \text{BTU/hr.}$$

$$q = 4.3 \left[ 3.87(91.5-88) + 1.47 (92.3-88) \right] = 86.0 \text{ BTU/hr.}$$

$$\text{Densidad del residuo} = (0.454 \times 1.257) + (0.546 \times 0.879) = 1.050 \text{ kg/lit.}$$

$$\text{Densidad del destilado} = (0.533 \times 1.257) + (0.447 \times 0.879) = \text{kg/lit.}$$

Calor latente de

$$\text{evaporación del residuo} = (0.454 \times 103.57) + (0.546 \times 84.8) = 93.9 \text{ k-cal/kg.}$$

residuo

Calor latente de

$$\text{evaporación del destilado} = (0.533 \times 103.57) + (0.447 \times 84.8) = 95.1 \text{ K-Cal/kg.}$$

destilado

Capacidad = Potencia suministrada - Pérdidas  
Densidad calor latente de evaporación x factor de conversión.

$$\text{Capacidad} = \frac{1136 - 86}{1.05 \times 93.3 \times \left( \frac{1}{0.252} \right)} = 2.70 \text{ lt/hr.}$$

$$\text{Destilado} = \left( \frac{\text{lb de agua}}{\text{hr}} \right) \left( C_p \frac{\text{BTU}}{\text{lb}^\circ\text{F}} \right) ( F^\circ )$$

Densidad x calor latente de evaporación x factor de conversión.

$$\text{Destilado} = \frac{55.6 \times 1 \times (88-83.7)}{1.089 \times 95.1 \times \left(\frac{1}{0.252}\right)} = 0.585 \frac{\text{lt}}{\text{hr}}$$

$R_{op}$  = Reflujo de operación.

$$R_{op} = \frac{Oe}{D} = \frac{\text{Capacidad - destilado}}{\text{destilado}}$$

$$R_{op} = \frac{2.70 - 0.585}{0.585} = 3.61$$

$R_m$  = Reflujo mínimo.

$$R_m = \frac{XD - Y_1/X_0 - X_1}{1 - XD - Y_1/XD - X_1}$$

$XD$  = Composición del destilado (% mol).

$X_1$  = Composición de la alimentación (% mol) a la sección enriquecedora.

$Y_1$  = Composición del primer vapor en equilibrio con  $X_1$ . (% mol). Su valor se obtiene de la gráfica de equilibrio con  $q=1.0$  por estar alimentando líquido saturado.

$$R_m = \frac{0.608 - 0.536/0.608 - 0.511}{1 - 0.608 - 0.536/0.608 - 0.511} = 2.89$$

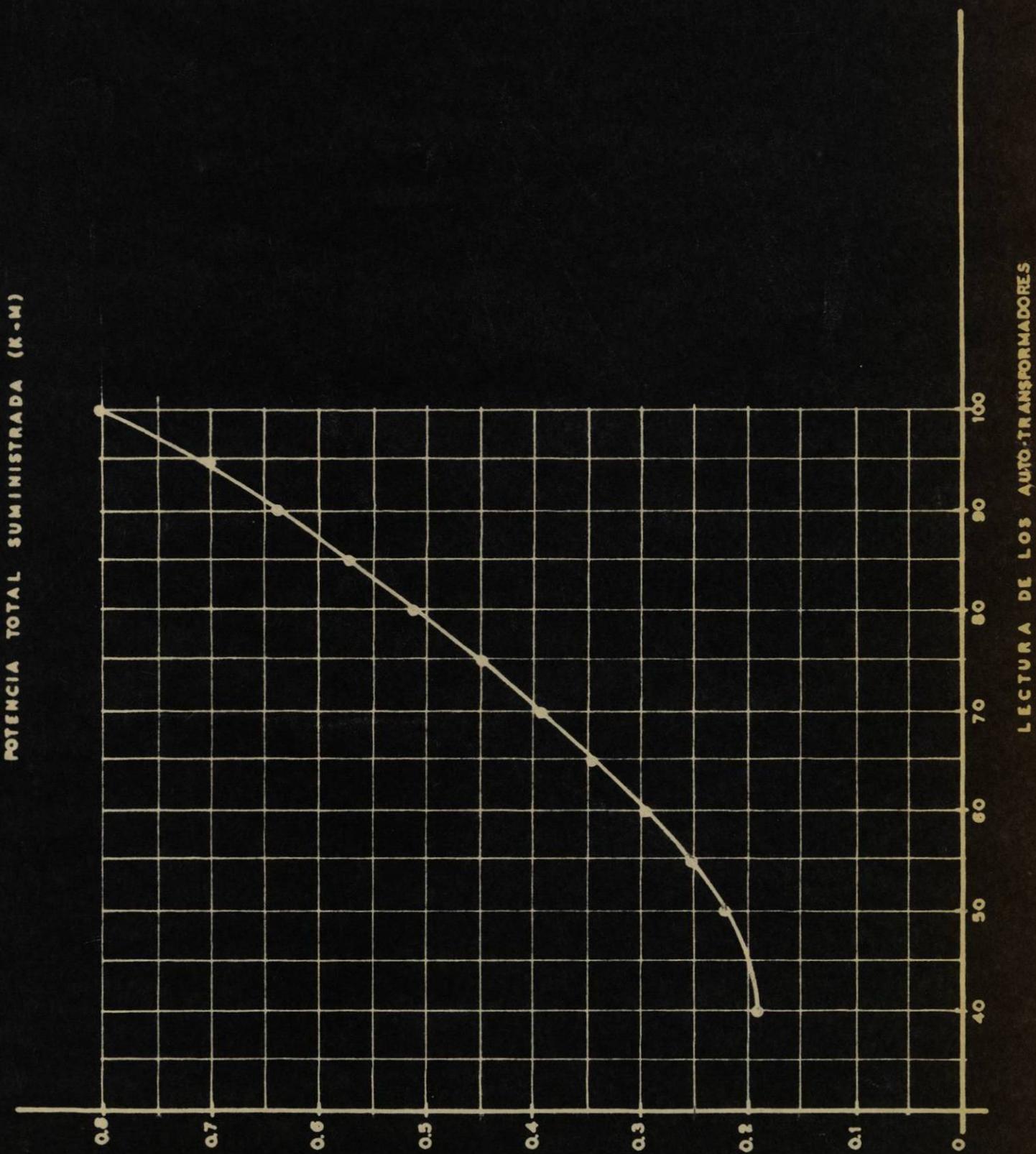
$$\frac{R_{op}}{R_m} = \frac{3.61}{2.89} = 1.25$$

Pendiente de la linea de operación (sección enriquecedora) =  $\frac{R_{op}}{k_{op}+1}$

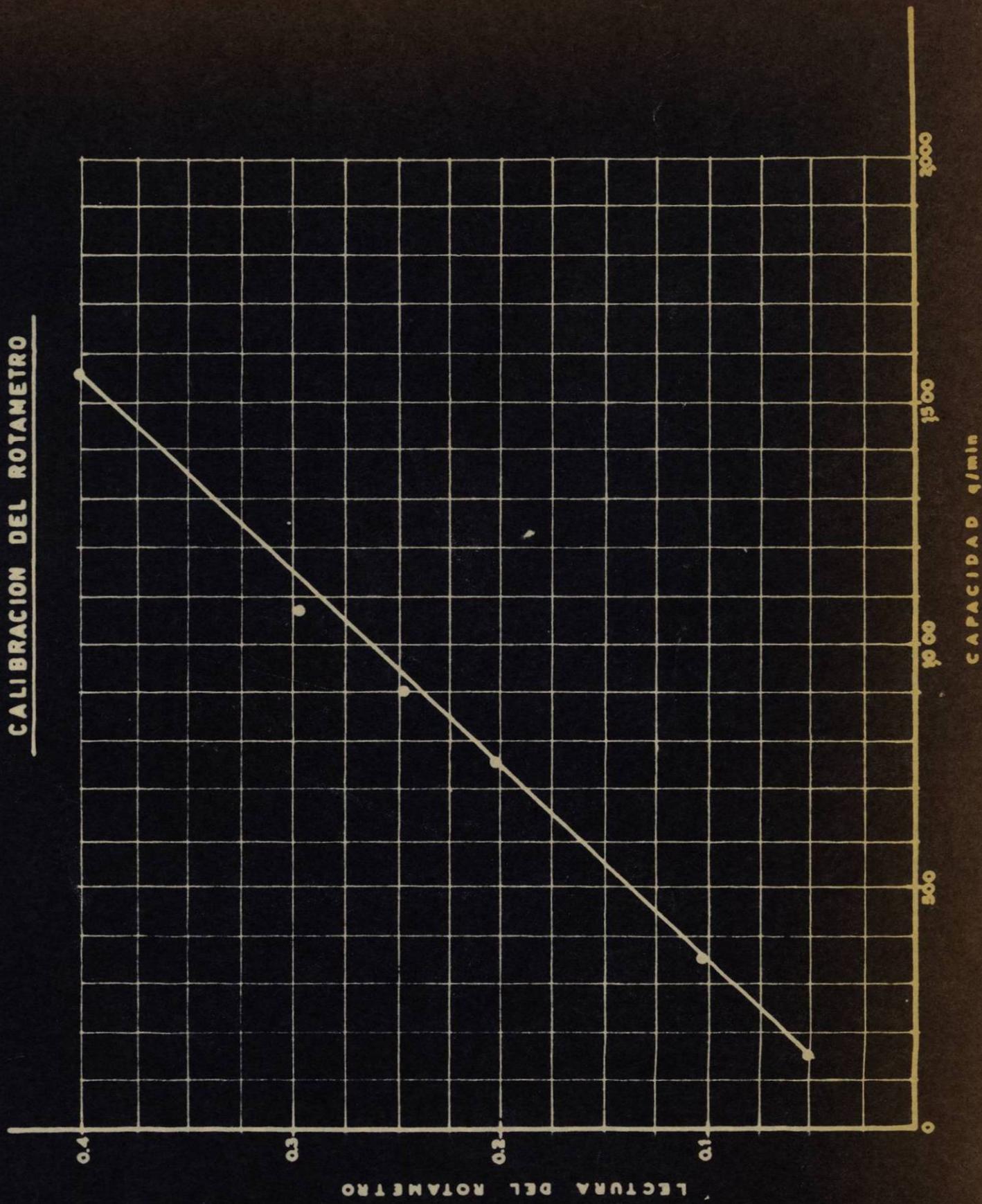
$$\text{Pendiente} = \frac{3.61}{4.61} = 0.782$$

Número de platos de la gráfica. = 6.58

GRAFICA A'

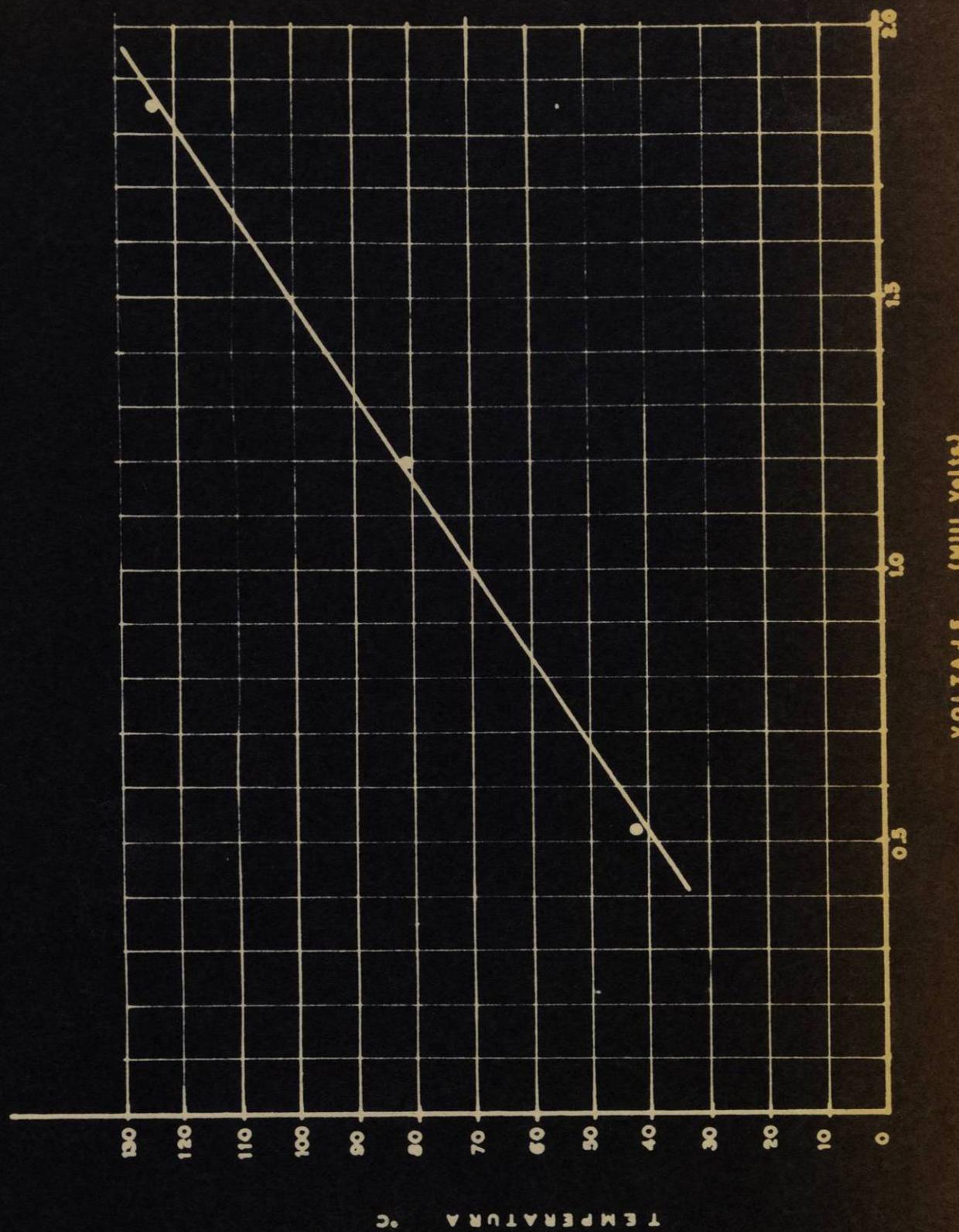


**GRÁFICA**  
**CALIBRACIÓN DEL ROTAMETRO**



GRAFICA "C"

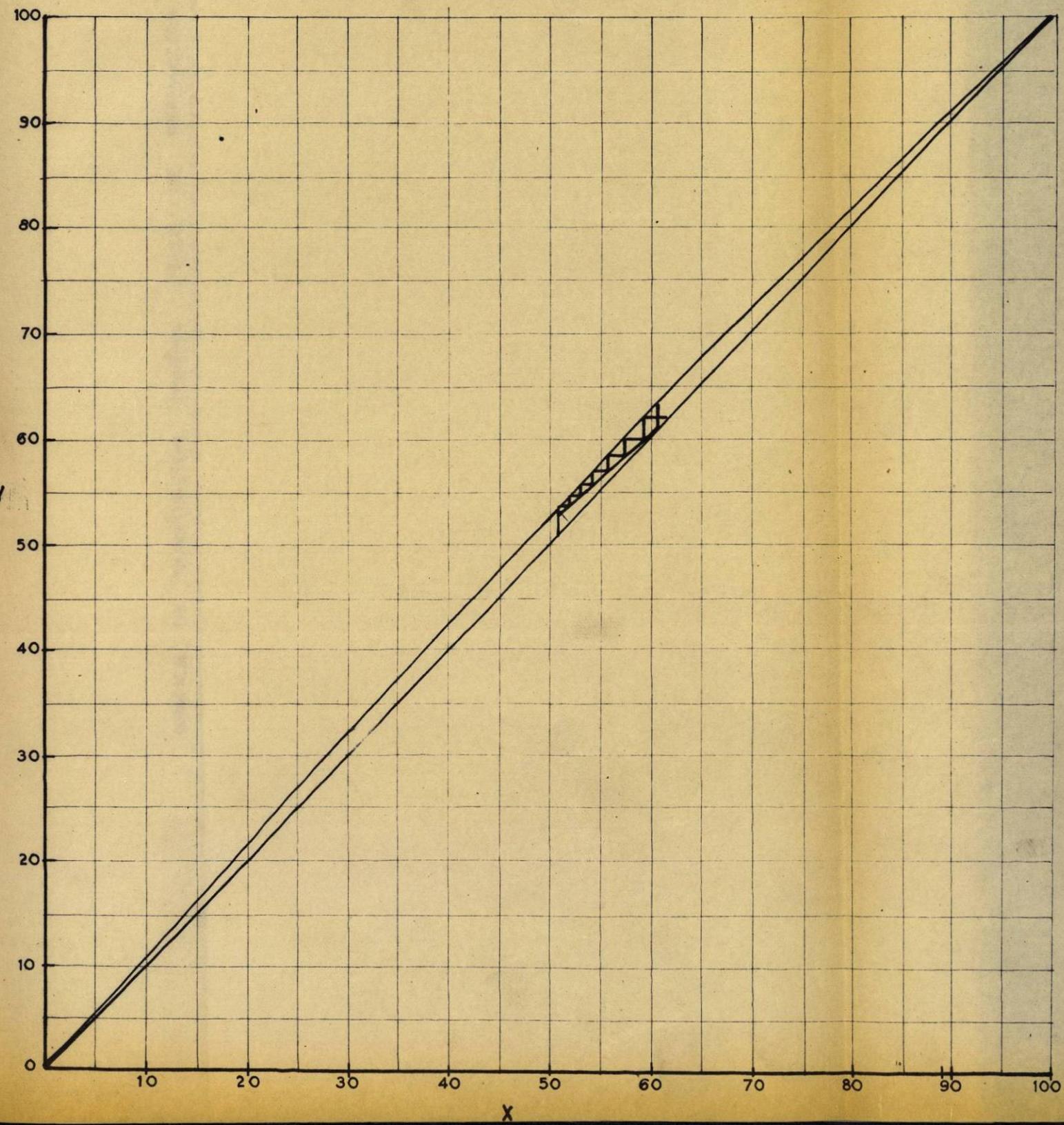
CALIBRACION DEL TERNOPAR.



GRAFICA DE EQUILIBRIO.

X = POR CIENTO MOLAR DE BENCENO EN EL LIQUIDO

Y = POR CIENTO MOLAR DE BENCENO EN EL VAPOR



GRAFICA DE COMPOSICION CONTRA INDICE DE REFRACTION

100

90

80

70

60

40

30

20

10

PORCENTAJE  
EN PESO  
DE BENZENO

