

**Rectificación en
columna de relleno**

Objetivos de la práctica

- Analizar los datos de equilibrio líquido-vapor del sistema binario tetracloruro de carbono - benceno que se utilizan en el cálculo de una columna de rectificación.
- Estudiar el comportamiento de una columna de relleno que opera de forma discontinua a reflujo total.
- Aplicar los conceptos de etapa de equilibrio, piso teórico y altura equivalente a un piso teórico.

Fundamento teórico

En muchos casos interesa conocer el límite mínimo del número de etapas teóricas de una columna de rectificación, por debajo del cual no es posible la separación de las mezclas con las concentraciones de destilado y residuo especificadas. Ello se consigue determinando el número mínimo de etapas teóricas en condiciones de reflujo total, si bien dichas condiciones no tienen interés en la práctica, pues no existiría corriente de destilado, ni tampoco de residuo, ni de alimento.

Como se aumenta el reflujo, aumenta la pendiente de la recta operativa de enriquecimiento (ROE):

$$y_n = \frac{L}{V} x_{n+1} + \frac{D}{V} x_D$$

alcanzando un valor límite cuando el reflujo es total, es decir, cuando ya no hay destilado, porque todo el líquido se devuelve a la columna. Como:

$$D = 0$$

$$V = L$$

la recta operativa se transforma en:

$$y_n = x_{n+1}$$

es decir, la diagonal del diagrama de equilibrio x-y.

Asimismo, para la recta operativa de agotamiento (ROA):

$$y_m = \frac{L'}{V'} x_{m+1} - \frac{R}{V'} x_R$$

será:

$$R = 0$$
$$V' = L'$$

y también se tendrá:

$$y_m = x_{m+1}$$

es decir, asimismo la diagonal del diagrama de equilibrio **x-y**.

El trazado de los escalones para poder obtener el número de etapas teóricas (que será el mínimo) por el método de **McCabe-Thiele** se hace en este caso entre la curva de equilibrio y la diagonal.

Por otra parte, muchas operaciones de rectificación se llevan a cabo en columnas de relleno, cuya construcción es mucho más sencilla, y en las que la variación de las concentraciones a lo largo de toda la columna es continua, a diferencia de la variación discontinua que supone el tratamiento mediante el modelo de etapas de equilibrio, mucho más adecuado para el diseño de columnas de platos. No obstante, dicho modelo sigue utilizándose en los cálculos, introduciéndose un factor de correspondencia entre el piso teórico y la altura de un relleno. Así, se define la “**altura equivalente a un piso teórico**”, **AEPT**, como la altura de relleno que provoca un cambio en la composición de las fases equivalente a la que provoca un piso teórico, es decir, es la altura de relleno que representa una etapa de equilibrio.

Conocida la altura equivalente de determinado relleno, basta con multiplicar por el número de pisos teóricos necesarios para conocer la altura total del relleno:

$$H [m] = AEPT [m] \cdot NPT [-]$$

En cuanto a la utilización de los datos de equilibrio, aunque en los problemas de rectificación que se resuelven mediante el método de McCabe-Thiele interesan los datos **x-y**, en muchos casos es preferible una relación analítica entre ambas concentraciones, principalmente cuando se analiza sólo una parte del diagrama de equilibrio. Si la mezcla binaria tiene un comportamiento próximo al ideal y se cumple, por tanto, la ley de Raoult:

$$y_A = \frac{P_A}{P} = \frac{x_A P_A}{P}$$

$$y_B = 1 - y_A = \frac{P_B}{P} = \frac{x_B P_B}{P}$$

es frecuente que el cociente de las presiones de vapor se mantenga prácticamente constante dentro de un intervalo de temperaturas. En estas condiciones se define el parámetro “**volatilidad relativa**”, α , de la forma:

$$\alpha = \frac{\frac{y_A}{x_A}}{\frac{y_B}{x_B}} = \frac{y_A}{x_A} \cdot \frac{x_B}{y_B}$$

Llamando x e y a las fracciones molares del componente A para simplificar la nomenclatura, puede poderse:

$$\alpha = \frac{\frac{y}{x}}{\frac{1-y}{1-x}} = \frac{y(1-x)}{x(1-y)}$$

que permite obtener analíticamente la curva de equilibrio mediante la ecuación:

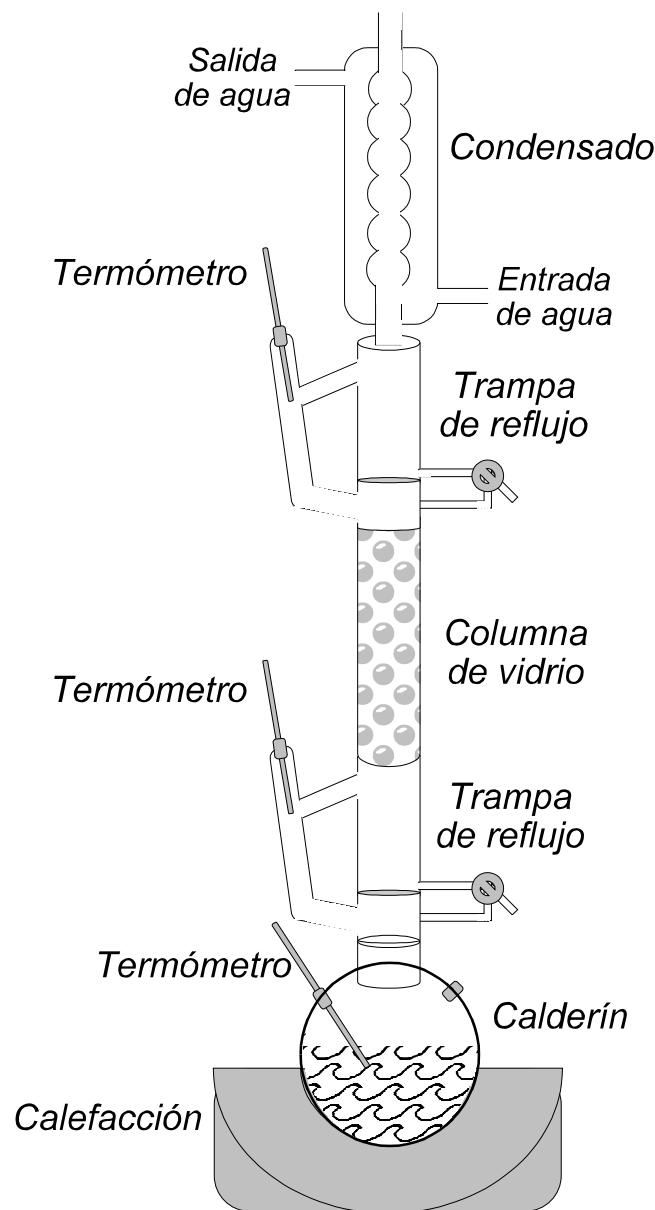
$$y = \frac{\alpha x}{1 + (\alpha - 1)x}$$

Dispositivo experimental

Para estudiar algunos aspectos de la rectificación de mezclas binarias se dispone de un sistema de rectificación de laboratorio. Está formado por un matraz de tres bocas de unos 2 litros de capacidad que hace de calderín, rodeado de una manta calefactora con regulador de potencia; una columna de unos 50 cm de altura y 3,4 cm de diámetro interno, conteniendo un relleno de anillos Raschig de 5 mm, y un condensador de vapor, refrigerado por agua. El condensador está abierto a la atmósfera a través de un tubo que contiene gel de sílice con indicador de humedad (azul, seco; rosado, húmedo) para evitar la entrada de agua atmosférica a la columna, ya que es inmiscible con la mezcla líquida que se utiliza para el estudio: tetracloruro de

carbono (Cl_4C) - benceno (C_6H_6) en una proporción inicial aproximada del 50% en moles, que llena el calderín en unas 2/3 partes de su capacidad. A ambos extremos del relleno se han instalado sendas trampas de reflujo, en las que puede recogerse el reflujo que circula en esas dos zonas de la columna. Según la posición de la llave de la trampa, se puede hacer que el líquido recogido en ella recircule, se acumule (llave cerrada) o se pueda extraer para determinar su composición. Sendos termómetros miden las temperaturas en el interior del calderín y a la salida del condensador.

Como material auxiliar se dispone asimismo de un refractómetro para medir la composición del líquido extraído de la columna y algunas muestras de distintos tipos de relleno.



Realización práctica

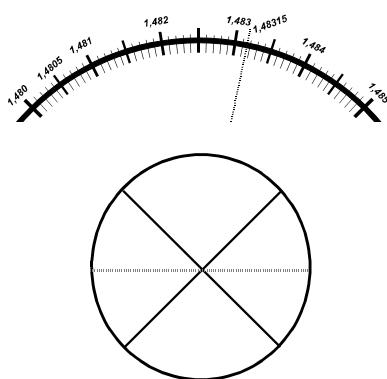
Se enciende el reostato, fijando su potencia inicial al 80% y bajándola al 60% cuando haya comenzado la ebullición. Comprobar que el agua de refrigeración está circulando y que las llaves de las trampas de reflujo están en la posición de recirculación. Medir la altura ocupada por el relleno con ayuda de una cinta métrica y esperar a que se alcance el régimen estacionario comprobando la estabilidad en el tiempo de las temperaturas del sistema.

Una vez alcanzado el estado estacionario, anotar las temperaturas y obtener sendas muestras de unos 2 - 3 cm³ de ambos extremos de la columna a través de las trampas de reflujo, sobre sendos tubos de ensayo. La concentración de estas muestras se determinará por análisis refractométrico.

Posteriormente se procede a medir el caudal de reflujo en ambos extremos de la columna, midiendo el tiempo que tarda en llenarse cada trampa hasta la marca de aforo, correspondiente a 30 cm³.

Refractometría

La determinación del índice de refracción se lleva a cabo mediante un refractómetro de prismas. Se coloca una película de la muestra líquida (la gota pendiente de una varilla de vidrio) entre dos prismas por los que atraviesa una luz monocromática (vapor de sodio, amarilla) y se ajusta el ángulo de incidencia mediante un cursor de hilos enfocado sobre la interfase de los prismas. El resultado de este ajuste se lee mediante otro visor sobre una escala graduada en forma de índice de refracción. En la figura se muestra un ejemplo de las imágenes de sendos visores.



La muestra se mantiene a temperatura constante mediante un circuito de agua

exterior, regulado con un termostato. Antes de introducir la muestra deben limpiarse los prismas con unas gotas de acetona y una torunda de algodón. Una vez analizada la muestra, debe retirarse ésta mediante una torunda de algodón y volver a limpiar los prismas con acetona. La lectura correspondiente a cada muestra debe efectuarse, al menos, tres veces.

El índice de refracción se transforma en concentración mediante un calibrado previo del aparato con mezclas de concentraciones perfectamente conocidas. El resultado de este calibrado para el sistema $\text{Cl}_4\text{C} - \text{C}_6\text{H}_6$ permite obtener la ecuación:

$$x_{\text{Cl}_4\text{C}} = 36,887 - 24,570 \eta$$

donde η es el índice de refracción a 25°C y x viene expresado en fracción molar.

Datos complementarios

Datos de equilibrio a 1 atm de la mezcla $\text{Cl}_4\text{C} - \text{C}_6\text{H}_6$, en fracciones molares de Cl_4C :

x	0,00	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50	0,60	0,70	0,80	0,90	1,00
y	0,00	0,11	0,23	0,33	0,43	0,53	0,62	0,72	0,81	0,91	1,00

Presentación de los resultados

1. A partir de los datos de equilibrio proporcionados, calcular la volatilidad relativa media del sistema en estudio y establecer la expresión analítica para calcular el equilibrio.
2. Obtener las composiciones del destilado y del residuo.
3. Construir un diagrama de equilibrio ampliado a las composiciones de la columna y aplicar sobre él el método gráfico de McCabe-Thiele para determinar el NPT en las condiciones del sistema. ¿Se produce una fracción de piso teórico? Si no es así, ¿cómo podría calcularse su valor?
4. Determinar el valor total del NPT. Obtener la AEPT.
5. Determinar los caudales de reflujo en ambos extremos de la columna. ¿Por qué no son iguales? ¿Qué condiciones tendrían que darse para que lo fueran?
6. Por qué es necesario bajar la potencia de calefacción una vez haya comenzado la ebullición? ¿Qué condiciones de operación tendrían que darse para que

hubiese inundación o arrastre de líquido en la columna?

Bibliografía

- Calleja, G. (ed.); "Introducción a la Ingeniería Química", Ed. Síntesis, Madrid (1999).
- Costa, J. y otros; "Curso de Química Técnica", Ed. Reverté, Barcelona (1988)
- Vian, A. y Ocón, J.; "Elementos de Ingeniería Química", 5^a ed., Ed. Aguilar, Madrid (1972).