

1143532

1/13

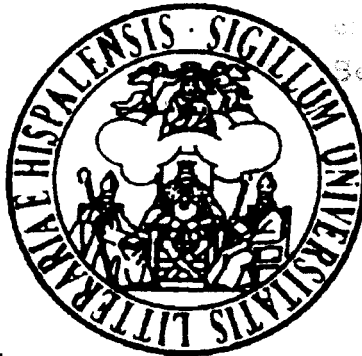
R. 10.486

UNIVERSIDAD DE SEVILLA

Facultad de Química

12

312



El Jefe del Laboratorio de Física

Francisco Carrillo de la Fuente

UNIVERSIDAD DE SEVILLA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA
FACULTAD DE QUÍMICA

Sevilla, a las 26 de Mayo de 1998.

26.05.1998.

26 de Mayo

de 1998.

DIRECTOR DEL DP10.

Eficacia de la destilación en columnas de rellenos estructurados en relación con el cambio de escala.

Francisco Carrillo de la Fuente

Sevilla, Mayo de 1998

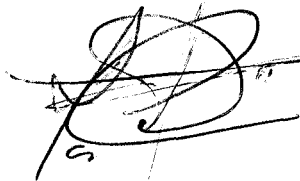
FRANCISCO CARRILLO DE LA FUENTE

Departamento de
INGENIERÍA QUÍMICA

Eficacia de la destilación en columnas de rellenos estructurados en relación con el cambio de escala.

Memoria que presenta D. FRANCISCO CARRILLO DE LA FUENTE, Licenciado en Ciencias Químicas, para aspirar al Grado de Doctor en Ciencias Químicas.

Sevilla, Mayo de 1998

A handwritten signature in black ink, consisting of several overlapping loops and lines, positioned above the typed name.

Fdo.: Francisco Carrillo de la Fuente.

UNIVERSIDAD DE SEVILLA
FACULTAD DE QUÍMICAS



Eficacia de la destilación en columnas de rellenos estructurados en relación con el cambio de escala.

Departamento de Ingeniería Química

La presente Memoria ha sido dirigida por el Profesor Titular de la Universidad de Sevilla Dr. D. Antonio ROSELLÓ SEGADO.

Sevilla, Mayo de 1998

A handwritten signature in black ink, consisting of stylized, overlapping letters that appear to be 'AR' followed by a flourish.

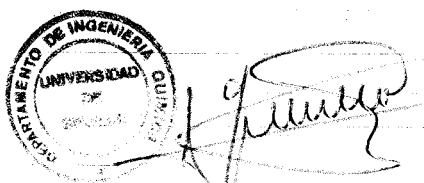
Fdo.: Antonio Roselló Segado.

D. Antonio Guerrero Conejo, Director del Departamento de
Ingeniería Química de la Universidad de Sevilla

CERTIFICA:

que la Tesis Doctoral presentada por D. Francisco
Carrillo de la Fuente ha sido realizada dentro del Programa
de Doctorado "INGENIERÍA QUÍMICA".

Sevilla, Mayo de 1998



Fdo.: Antonio Guerrero Conejo.

Agradecimientos

No existen palabras para expresar las deudas de gratitud recibidas durante el tiempo que he necesitado para realizar el trabajo aquí prestado. No obstante, quisiera remarcar mi más profundo agradecimiento al profesor Dr. Antonio Roselló Segado por su dirección e inestimable ayuda y colaboración. Especial gratitud a todos los miembros del Grupo de Investigación "Transferencia de Materia" por su desinteresada ayuda y sus valiosos consejos y críticas. Al resto de los miembros del Departamento de Ingeniería Química por su colaboración y amistad.

Finalmente, quisiera dedicar este trabajo a mis padres y a mi novia Sofía por su continuo afecto y generosa paciencia.

Francisco Carrillo de la Fuente.

INDICE

	Pag.
CAPÍTULO I:	
INTRODUCCIÓN BIBLIOGRÁFICA.	7
I.1.- Destilación: importancia, evolución e innovación.	9
I.1.1.- La importancia de la destilación.	9
I.1.2.- Evolución de la destilación.	14
I.2.- Capacidad y eficacia de los equipos.	19
I.2.1.- Aspectos fluidodinámicos de la columna de relleno estructurado.	19
I.2.2.- Transferencia de materia y eficacia del relleno.	24
I.2.3.- Coeficientes individuales de transferencia de materia.	27
I.2.4.- Interfase efectiva.	30
I.2.5.- Variables a considerar en la determinación de la AUT.	34
I.2.6.- Altura de la unidad de transferencia y altura equivalente a un plato teórico.	36
I.3.- Estimación de la eficacia de los rellenos estructurados.	38
I.3.1.- Estimaciones a bulto.	39
I.3.2.- Ecuaciones semiempíricas.	40
I.3.3.- Modelos.	46
I.4.- Posibilidades del cambio de escala.	61
I.4.1.- Escalado a partir de planta piloto.	64
I.4.2.- Escalado en equipos de laboratorio.	68
I.5.- Planteamiento del trabajo.	76
I.6.- Bibliografía Capitulo I.	78

CAPÍTULO II:

MÉTODO EXPERIMENTAL. 83

II.1.- Condiciones de operación en columnas de laboratorio.	85
II.2.- Descripción del equipo.	
88	
II.3.- Sistemas rectificadores.	93
II.4.- Métodos analíticos.	96
II.5.- Modo de operación	97
II.6.- Medida de la retención.	102
II.7.- Bibliografía Capítulo II.	108

CAPÍTULO III:

RESULTADOS EXPERIMENTALES DE EFICACIA EN COLUMNAS DE LABORATORIO. 109

III.1.- Experimentación inicial.	111
III.2.- n-Decano-trans-Decalina.	114
III.3.- Etanol-Benceno.	122
III.4.- Acetona-Agua.	133
III.5.- Metanol-Agua.	135
III.6.- Metanol-Etanol.	137
III.7.- Etilbenceno-Estireno.	139
III.8.- trans-Decalina-cis-Decalina.	141
III.9.- n-Heptano-Metilciclohexano.	142
III.10.- Ciclohexano-n-Heptano.	143
III.11.- Resumen.	144
III.12.- Bibliografía Capítulo III.	146

CAPÍTULO IV:

DATOS DE EFICACIA EN PLANTA PILOTO 147

IV.1.- Datos a escala piloto. 149

IV.2.- Bibliografía Capítulo IV. 159

CAPÍTULO V:

DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS. 160

V.1.- Comparación de eficacias en escala laboratorio y piloto. 163

V.2.- Interfase efectiva en planta piloto. 171

V.2.1.- Rellenos de malla. 174

V.2.2.- Rellenos de láminas. 178

V.3.- Interfase en el equipo de laboratorio. 184

V.3.1.- Planteamiento: retención y superficie específica. 184

V.3.2.- Datos experimentales de retención. 185

V.4.- Resistencias en el equipo de laboratorio. 198

V.5.- Un método para el cambio de escala 207

V.5.1.- Obtención de la eficacia del equipo de laboratorio 207

V.5.2.- Obtención de la relación entre escalas 208

V.5.3.- Escalado desde los datos de laboratorio 218

V.6.- Limitaciones de la solución y desarrollos futuros 222

CAPÍTULO VI:

CONCLUSIONES. 226

CAPÍTULO I :

INTRODUCCIÓN BIBLIOGRÁFICA.

I.1.- DESTILACIÓN: IMPORTANCIA, EVOLUCIÓN E INNOVACIÓN.

I.1.1.- La importancia de la destilación.

En la actualidad, la destilación continua siendo la separación más importante de la industria química. Cuando se considera la operación a utilizar para separar los componentes de una mezcla líquida convencional la primera pregunta a hacer es siempre la misma: ¿Resulta la destilación aplicable? o ¿Por qué no la destilación? (1). Y la primera regla heurística podría enunciarse así: si una mezcla es susceptible de ser separada por destilación, este es el método probablemente más apropiado, el más atractivo económicamente (2).

Una mezcla es "susceptible de ser separada por destilación" cuando la separación no requiere más de 100 platos teóricos y la temperatura y presión de operación son aceptables: entre 50 y 150 °C, con presiones de varias atmósferas hasta 1 mmHg. Estas condiciones se dan con tanta frecuencia que la aplicación de la destilación es amplísima: en 1995 había 40.000 columnas operando en los Estados Unidos, con una inversión de al menos 8.000 millones de dólares, encargándose de la realización de entre el 90 y el 95% de todas las separaciones y purificaciones de productos.

Esto es una consecuencia de las *ventajas de la destilación* (3):

- A diferencia de la mayoría de los otros métodos, la destilación normal no requiere la adición de un agente material, lo que hace innecesaria la separación de éste y evita sus consecuencias (gasto, contaminación).

- Frente a otra separación mayor, la cristalización, tiene la ventaja de manejar sólo fases fluidas.

- El equipo es relativamente simple, con elevada confianza en el diseño de la columna y de los elementos auxiliares; y de larga vida útil, al menos 30 años. Es muy adecuado para reunir muchas etapas en un mismo recipiente y, por otro lado, el control sobre la operación es muy fiable.

- Comparativamente hablando, la inversión de capital es baja, favoreciéndose además con el aumento de escala. El inmovilizado de un equipo de destilación depende de la capacidad según una función del tipo: $Inmovilizado = f(\text{capacidad})^{0,6}$. Mientras que en un método al que se le augura un gran futuro, la separación por membranas, la inversión varía linealmente con la capacidad.

- Al tratarse de una separación de equilibrio, una información de partida imprescindible es el equilibrio líquido-vapor. Pues bien, el diseño en destilación está soportado por una enorme base de datos; y, además, ese equilibrio es el de estimación más fiable.

Obviamente la destilación no es una separación universal, presentando *inconvenientes*:

- Consume grandes cantidades de energía. La mitad, más o menos, del calor consumido por las plantas de procesos va a los hervidores de las columnas de destilación. La operación es notablemente ineficaz desde el punto de vista energético. Si definimos la eficacia termodinámica como:

$$\eta = \frac{\text{trabajo neto}}{\text{trabajo mínimo}}$$

nos encontramos que en los equipos normales de destilación $\eta = 0,05$.

- La destilación puede no ser conveniente con materiales sensibles al calor,

porque la temperatura de trabajo es mayor que en otro tipo de separaciones.

- La destilación está contraindicada cuando el factor de separación, en este caso la volatilidad relativa, se reduce demasiado: digamos que por debajo de 1,3 ó 1,2. Y se hace imposible la separación completa en presencia de azeótropos, algo bastante frecuente.

Sin embargo, otra de las cualidades de la destilación el gran número de variantes que tiene, lo que permite adecuarla a diferentes condiciones para superar las limitaciones que pueda tener: reducción de la temperatura al trabajar a vacío (lo cual permite salvar algunos de los casos del segundo inconveniente enumerado), uso de aditivos para modificar la volatilidad, etc. El problema del consumo energético también ha sido tratado, hecho normal dada su trascendencia. Si la energía consumida fuera el criterio para decidir entre la importancia de las separaciones, la posición de la destilación sería aún más predominante, como muestran los datos siguientes (EEUU, 1988) (4):

Energía total consumida:	80 qd	(1 quad = 10^{15} BTU)
Energía total en la industria química:	5,8 qd	(el 7,5% del total)
Energía para separaciones:	2,52 qd	(el 43% del total de la industria química)
Energía para destilaciones:	2,40 qd	(el 95% de todas las separaciones)

Por otro lado, en U.K. la energía gastada en destilación era el 13% del total para la industria de procesos (5).

Esta claro, que una mejora en la columna de destilación como máquina térmica, por pequeña que ésta sea, tiene un importante impacto económico. En el límite, la destilación podría ser una separación totalmente reversible, según la clasificación de Benedict (6), pero en la práctica está muy lejos de ese límite, dadas las eficacias encontradas. Para reducir la irreversibilidad cabe actuar sobre los dos tipos de ineficacias existentes: las propias de la destilación (perdidas de presión entre los extremos, diferencias de temperatura y composición entre las corrientes que se mezclan) y las relacionadas con la energía utilizada para separar los materiales. Desde la perspectiva práctica las segundas son más importantes, y a

ello se ha dedicado una gran atención. Una solución sugerida reiteradamente es el empleo de bombas térmicas para relacionar el destilado y residuo de la columna de rectificación, de diversas maneras (7). Esto se puede hacer en secuencias de columnas, uniendo entre sí dos, sin hervidores o condensadores entre ellas (5). Naturalmente esto complica la instalación, a lo que la industria suele ser reticente.

Es evidente que una separación de uso tan extendido durante tanto tiempo no es susceptible de cambios radicales, ni es esperable una evolución tan rápida como la que pueden sufrir otras separaciones más modernas. Pero, de nuevo, hay que tener en cuenta la importancia de la separación, que su posición preponderante se mantendrá durante mucho tiempo (8) y que una pequeña mejora puede tener importantísimas consecuencias económicas (9). La cuestión es ahora si además de remediar la ineficacia termodinámica de la rectificación caben otros cambios que aumenten la eficacia de la destilación.

Si consideramos la madurez de la operación se comprende que no es demasiado fácil. Entendemos por madurez tecnológica el nivel de conocimiento que tenemos de una operación, más o menos cuantificable por el esfuerzo en pasar del planteamiento de un problema a su solución industrial. Claro que ese esfuerzo se reduce con la experiencia. En las primeras etapas del desarrollo de una separación el esfuerzo rinde menos y se consiguen rendimientos limitados para el funcionamiento; después hay un crecimiento mucho mayor de la eficacia y al final se vuelve a la progresión ralentizada. Idealmente esto se representa mediante una sigmoide (curva de Foster, figura I.1)

Teóricamente podría alcanzarse una "asíntota"

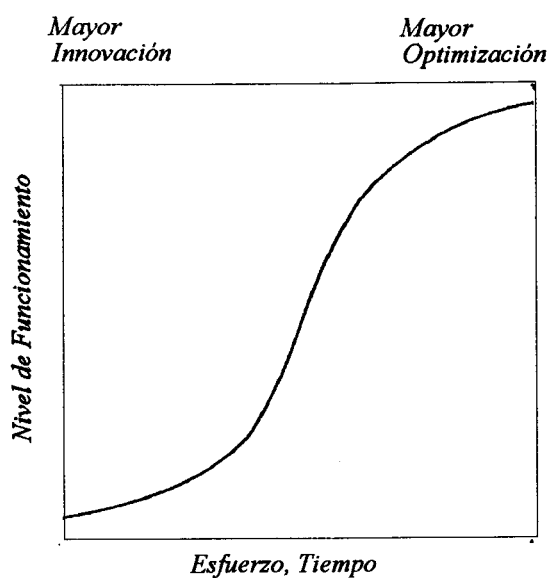


Fig I.1: Evolución del nivel de funcionamiento en función del esfuerzo o el tiempo.

tecnológica" de evolución detenida. Pero lo que se acepta es una etapa final de progresión lenta, e incluso con momentáneos estacionamientos (en la industria química sería el caso de los cambiadores de calor).

La madurez tecnológica, que se logra por el uso, también induce a éste; cuanto más madura sea una separación más confianza se tendrá en ella y más se empleará, aumentando así su madurez. Es obvia la relación existente entre madurez tecnológica y madurez de uso. Para las separaciones tendríamos un diagrama como el siguiente (10):

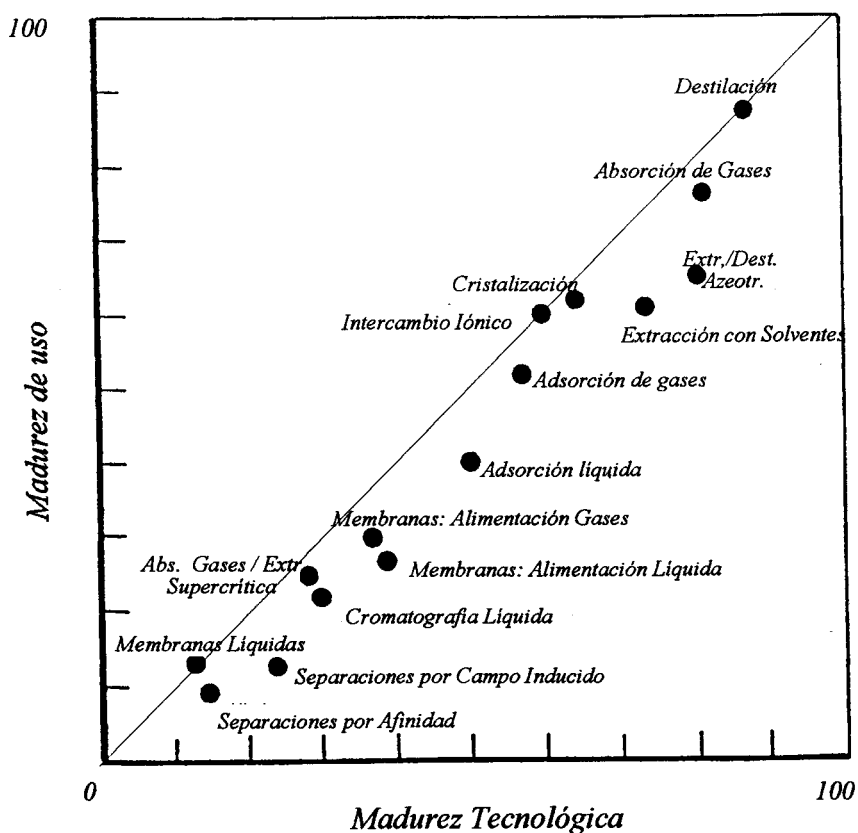


Fig 1.2: Madurez tecnológica y de uso de distintos métodos de separación.

Como se ve, la destilación normal sería la separación de mayor madurez, y por tanto de evolución previsiblemente más lenta.

I.1.2.- Evolución de la destilación.

Lenta, pero existente. Existen avances en destilación en dos direcciones: nuevas formas de hacerla y nuevos equipos.

a) *Nuevas formas de hacer la destilación.* Existen formas más o menos novedosas que no han pasado de la etapa de investigación y desarrollo y en más de un caso es difícil que pasen de ella, dado el tiempo que hace que comenzaron a estudiarse. Es el caso de la destilación cíclica, iniciada en 1960, como una extensión lógica de la alimentación pulsada que se aplicó primero en extracción líquido-líquido, y vuelta a mencionar veinte años después (10). En situación similar estaría la destilación concéntrica, la paradestilación y la destilación de flujo cruzado (4).

A diferencia de las tres anteriores existen tres destilaciones nuevas que son comercialmente operativas: la destilación de recorrido corto, la centrífuga y la reactiva:

- La destilación de recorrido corto se aplica a sustancias termosensibles de alto peso molecular y por tanto de alto punto de ebullición. Para reducir éste se baja la presión mucho más que en la destilación normal (1 mbar) hasta 10^{-3} mbar, aunque también se trabaja a presión mayor (1-10 mbar). Lo esencial es que se reduce el recorrido de los vapores, la condensación es interna, la retención mínima y el tiempo de residencia es muy bajo, del orden de segundos (11,12).

- La destilación centrífuga (o de alta gravedad) consiste básicamente en hacer rotar las fases a alta velocidad (1100 rpm), lo que provoca un aumento de la interfase, de los coeficientes de transferencia y de los flujos posibles (al reducirse la posibilidad de inundación de los equipos) (13).

- La destilación reactiva es posible cuando reacción y separación tiene condiciones superponibles y una reacción reversible esté implicada. Normalmente será catalítica. Aunque existen ejemplos de utilización en los años 20, la técnica ha ganado gran popularidad últimamente, sobre todo por la obtención del acetato de metilo, metil-ter-butil-eter y por la hidrogenación de diolefinas (14,15,16). Es un campo en que falta muchísimo por hacer (17,18).

Por otra parte también existe un interés creciente en sistemas híbridos, uniendo la destilación con otra técnica, como por ejemplo la separación por

membranas en la preevaporación (19).

b) *Nuevos equipos de destilación.* Las columnas de platos han sido dominantes en destilación durante mucho tiempo. En 1984 Kunesh calculaba que el 90% de los equipos de rectificación instalados eran de platos. El tipo clásico de éstos hasta los primeros años 50 fue el de campana de burbujeo, pero en los últimos cuarenta años han predominado los platos de válvula y perforados (3).

Los platos han sido el elemento interno dominante en las columnas de destilación por facilidad de instalación, fiabilidad y bajo coste relativo, especialmente en columnas de diámetro igual o mayor a 1 m. La primera cuestión que se planteaba a la hora de definirse por un tipo de equipo era preguntarse por qué no platos. Estos han seguido evolucionando, y se ha dicho que la década de los 90 se está volviendo la de los platos de alta eficacia (20).

Las columnas de relleno han sido, sin embargo, una constante alternativa a los platos durante todo este siglo. Por muchos años los rellenos se disponían esencialmente al azar (rellenos de la primera generación: especialmente anillos Rasching y monturas Berl). A partir de 1950 se buscan rellenos más eficaces tratando de conseguir extensas interfases pero a la vez altas capacidades en el equipo, lo que pasa por reducir la fricción en él. Para ello se buscan formas con altas porosidades y superficies complejas para minimizar la pérdida de carga y maximizar la superficie de transferencia. La segunda generación de rellenos al azar comienza con el anillo Pall (1960), mientras que en la tercera generación se incluyen los Hy-Pak, IMTP, etc. (21).

Los mismos objetivos se buscaron con un tipo diferente de relleno, el relleno estructurado. La primera descripción de un relleno estructurado que se encuentra en la bibliografía se debe a Stedman en 1937 (22), quien cortó piezas de tela metálica para colocarlas en columnas de laboratorio y en plantas piloto. Aunque posteriormente se sugirió su empleo en columnas mayores (23), el relleno Stedman nunca llegó a considerarse adecuado para el uso industrial, dado que su alta eficacia no compensaba su baja capacidad (24). Por el contrario, el relleno Panapack (1950), en el que se unían siete capas de malla para formar una superficie ondulada, tenía una capacidad alta, pero no era tan eficaz (25). En este

grupo puede ser incluido también el relleno Cannon (1951), una chapa con resaltes en acero inoxidable (26). Ninguno de estos intentos tuvo éxito comercial.

La segunda generación de rellenos estructurados surge a finales de los 50 y principios de los 60, cuando aparecen los rellenos Goodloe, Hiperfil y Sulzer BX. Estos rellenos de malla de alta eficacia y capacidad sufrían pérdidas de presión muy bajas. Con ellos empezó a tomar importancia la aplicación industrial de los rellenos estructurados. Sin embargo, su campo de aplicación era restringido. Su alto coste y la gran sensibilidad a la presencia de sólidos, junto a la capacidad inferior a la de otros equipos, limitaron su empleo a la destilación a vacío, con presiones menores a 70 mbar. Los rellenos de esta segunda generación se siguen utilizando, siendo probablemente el BX, en metal o plástico, el más popular.

El gran desarrollo actual de los rellenos estructurados debe atribuirse a algunas modificaciones de los de segunda generación, como la forma cerámica del BX, el Kerapak, que se introdujo en 1977 para la separación de productos corrosivos; o su evolución hasta el relleno CY de mayor superficie específica, diseñado para la obtención de agua pesada. Pero este desarrollo se debe sobre todo a la aparición de la tercera generación de rellenos estructurados a finales de los años 70: Mellapak, Flexipac, Gempack, Intalox, Montz, Max Pac, etc. En ellos se sustituye la estructura de malla por una compacta con perforaciones. Hay pérdidas de eficacia respecto a los anteriores, al reducirse el automojado que las fuerzas capilares inducen en los rellenos de malla, pero la capacidad es mayor y menores la sensibilidad a los sólidos y el precio.

Aun así, el coste por unidad de volumen de los rellenos estructurados continua siendo relativamente alto, de tres a diez veces el de un relleno al azar de 5 cm. Pero en conjunto sus ventajas superan sobradamente a sus inconvenientes en un gran número de ocasiones. Un indicador de ello es que la flexibilidad del equipo (relación entre el flujo operativo y el flujo mínimo del vapor) es diez veces mayor para rellenos estructurados que para rellenos al azar (27). Tal vez lo esencial que se logra con los rellenos estructurados es una excelente combinación entre la elevada transferencia de materia y la baja pérdida de presión (28).

El interés por este tipo de rellenos ha aumentado continuamente desde la

primera información sobre ellos que podemos encontrar en la bibliografía (29). Esta tendencia se mantendrá con toda probabilidad en el futuro, ya que los rellenos estructurados son considerados actualmente como uno de los campos innovadores en destilación (30).

En los momentos actuales, con un precio competitivo de los rellenos estructurados, hay poco que los rellenos al azar puedan ofrecer frente a ellos en la mayoría de las aplicaciones de destilación, de manera que su uso ha descendido. Siguen utilizándose ampliamente, sin embargo, cuando se requieren materiales cerámicos o poliméricos, o cuando son necesarios grandes volúmenes de relleno (ya que su precio los hace entonces preferibles a los rellenos estructurados) (20). Pero la elección fundamental, hoy en día, es entre platos y rellenos estructurados.

A continuación vemos las ventajas e inconvenientes tanto de los platos como de los rellenos estructurados:

Platos de Altas Prestaciones

Ventajas

- Alta capacidad a altos parámetros de flujo.
- Buena resistencia al ensuciamiento.
- Características de arrastre mejoradas.
- Coste volumétrico menor que el de los rellenos
- Buena resistencia a la corrosión.

Inconvenientes

- Baja capacidad a bajos parámetros de flujo.
- Baja eficacia en algunos casos.
- Mayor pérdida de presión que en los rellenos.
- Mayor arrastre que en los rellenos.
- Sensibles al espumeo.

Rellenos Estructurados

Ventajas

- Alta capacidad a bajos parámetros de flujo.
- Alta eficacia a baja presión.
- La pérdida de presión es baja.
- Bajo arrastre.
- Buen funcionamiento en sistemas espumantes.

Inconvenientes

- Baja capacidad a altos parámetros de flujo.
- Baja eficacia a alta presión.
- Sensibles al ensuciamiento y a sistemas que se puedan polimerizar.
- No manejan con solvencia mezclas con sólidos.
- Su funcionamiento empeora con líquidos de viscosidad elevada.
- Alto coste volumétrico.
- Baja resistencia a la corrosión.

A la vista de las características de los dos tipos de equipos de destilación con mayores perspectivas de futuro, se observa que para las operaciones que precisen realizarse a baja presión los rellenos estructurados aportan mejores prestaciones que los platos de alta eficacia. Esto está provocando que en los últimos tiempos, y a pesar de la tendencia conservadora de la industria, los rellenos estructurados se estén imponiendo a los platos en operaciones tanto a vacío como a presión atmosférica. Un claro ejemplo de esto es la típica separación a vacío del Etilbenceno-Estireno o la destilación criogénica del aire.

Para concluir esta visión general de la destilación actual, indiquemos que de los desarrollos recientes en este campo se pueden considerar como más prometedores los siguientes: destilación reactiva, sistemas híbridos, nuevos platos de válvulas, rellenos estructurados. De estos últimos se ha dicho que es el avance más importante de este método de separación de los últimos veinte años (3). Por tanto se trata de un campo de estudio de enorme interés práctico.

I.2. CAPACIDAD Y EFICACIA DE LOS EQUIPOS.

El diseño de una columna de relleno no sólo debe incluir la elección de éste y el cálculo del tamaño del lecho, sino la elección de los restantes elementos de la columna (plato de soporte, distribuidores y redistribuidores del reflujo, colectores del líquido). Sin embargo, aunque alguno tiene capital importancia para el funcionamiento del equipo (como el distribuidor del reflujo), la cuestión esencial es resolver el tamaño del lecho fijo: dados unos flujos de líquido y vapor hay que calcular la altura de relleno, la sección al flujo y la pérdida de presión entre los extremos del lecho. Lo primero está directamente relacionado con la eficacia del relleno elegido, y es un problema de transferencia de materia. Lo segundo es una cuestión esencialmente fluidodinámica, con la que se resuelven los máximos flujos permisibles en el equipo, su capacidad. Claro es que la pérdida de carga se relaciona con los flujos y es otro problema fluidodinámico.

En nuestro caso habrá que afrontar sobre todo la primera cuestión, la de la altura del relleno y la cinética del transporte de materia. Pero al final no es una cuestión completamente independiente de la fluidodinámica: los coeficientes de transporte son función del flujo de las fases y la interfase útil depende del flujo y la distribución del líquido. Más aún, para un flujo suficientemente alto del vapor el contacto entre las fases se altera profundamente (inundación) y ello tiene drásticas consecuencias sobre la eficacia de la separación. Así que no sólo habrá que contar con la presencia de variables fluidodinámicas en las expresiones de eficacia, sino que la forma de la función para ésta y los límites estarán profundamente relacionados con el flujo.

I.2.1 Aspectos fluidodinámicos de la columna de relleno estructurado.

Nos ocuparemos brevemente de dos aspectos básicos: la pérdida de presión (que es aplicable en algunas expresiones para la interfase efectiva) y el punto crítico de funcionamiento. Conceptualmente no existen diferencias entre la fluidodinámica de un lecho con un relleno al azar y la de uno con relleno estructurado, por lo que no hay razón para aplicar métodos diferentes. No obstante parece lógico esperar que la

geometría regular de los rellenos estructurados haga posible soluciones más simples.

- Pérdida de Presión.

Como se sabe, la pérdida de presión de un vapor o gas cuando circula en contracorriente con un líquido es mayor que si lo hiciera sobre un sólido seco. Puesto que la pérdida de carga de un fluido al atravesar un lecho fijo está bien resuelta (31), el problema para obtener ΔP en la columna se reduce a establecer el

factor $\frac{\Delta P}{\Delta P_{seco}}$, Ψ . Leva cuantificó esa razón mediante un factor exponencial (32):

$$\Delta P = \Psi \Delta P_{seco} = (10^{c_1 u}) (c_0 u_v^2 \rho_v) \quad [I.1]$$

Pero la práctica habitual durante muchos años ha sido obtener ΔP mediante la correlación generalizada de Eckert (33,34), cuya versión reciente puede verse en la siguiente figura.

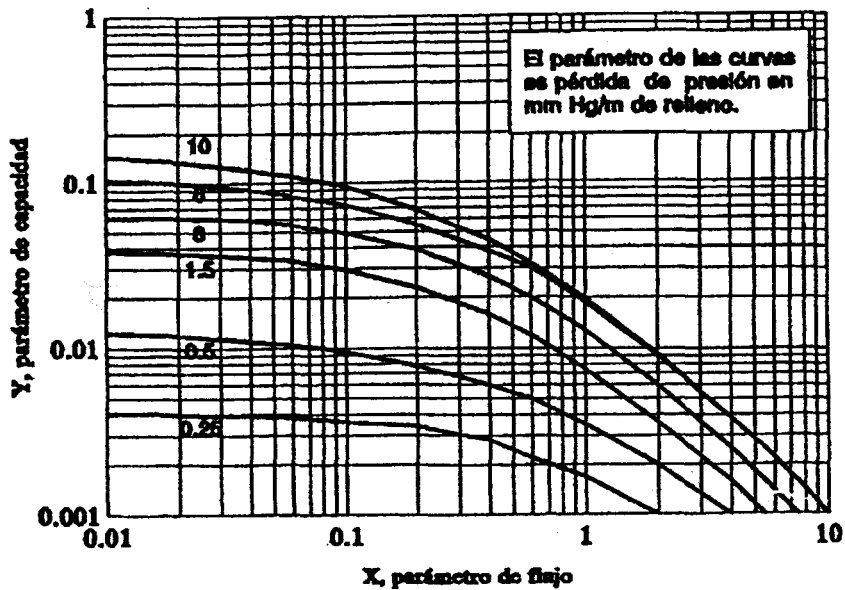


Fig I.3: Representación gráfica de la correlación de Eckert.

siendo los parámetro de flujo y capacidad:

$$X = \frac{L}{V} \left(\frac{\rho_v}{\rho_l} \right)^{\frac{1}{2}} \quad Y = \frac{(V)^2 F_p \frac{\rho_w}{\rho_l} \mu_l^{0.2}}{g \rho_v \rho_l}$$

Kister y Grill (34,35) han extendido este tratamiento a los rellenos estructurados utilizando datos experimentales de Mellapak 250 Y, Intalox 2T y Gempack 4A (es decir, de rellenos de láminas corrugadas).

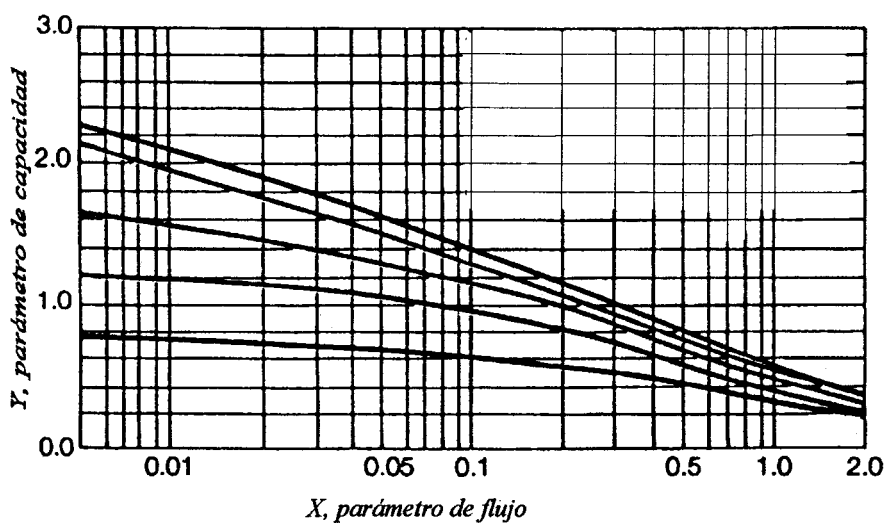


Fig I.4: Modificación de la correlación de Eckert para rellenos estructurados de láminas. Cada curva representa un determinado valor de pérdida de presión que de arriba a abajo son: 1,5;1,0; 0,50; 0,25 y 0,10 pulgadas de agua/pie de relleno.

También se dispone de expresiones para cuantificar ΔP en rellenos estructurados:

- Robbins (36) ha extendido la ecuación de Leva a rellenos estructurados estableciendo que c_0 es proporcional al factor del relleno ($F_p = a/e^3$) y que c_1 se relaciona bien con $(a/e^3)^{\frac{1}{2}}$ y $\mu_l^{0.1}$ (teniendo en cuenta que el factor de relleno no es el nominal, sino uno experimental que depende del flujo líquido) (37). Una consecuencia interesante de los resultados de Robbins es que Ψ puede ser menor de 1,1 para muchas separaciones de destilación, especialmente trabajando a vacío.

- La primera ecuación de Bravo, Rocha y Fair para la pérdida de presión de rellenos estructurados (38) se basaba en un modelo de flujo desarrollado

previamente (39,40,41), llegando a la ecuación:

$$\Delta P = \left[0,171 + \frac{927}{Re_v} \right] \left[\rho_v \frac{(u_v)_e^2}{s} \right] \left[\frac{1}{1 - c_2 Fr_l^{0,05}} \right]^5 \quad [I.2]$$

Posteriormente se ha introducido como variable la retención del líquido en el lecho, una propiedad que es fácil de medir y puede ser clave. Se llega a una ecuación del tipo (42,43):

$$\Psi = \left(\frac{1}{1 - c_2 h_l} \right)^5 \quad c_2: \text{constante} \quad [I.3]$$

Cuando se considera la variación de ΔP con el flujo de vapor para un determinado relleno y flujo de líquido se encuentran variaciones como la siguiente:

Según aumenta el flujo de vapor en la columna se dificulta el escurrido del líquido y se incrementa la retención en el lecho. El vapor pasa de ser fase continua

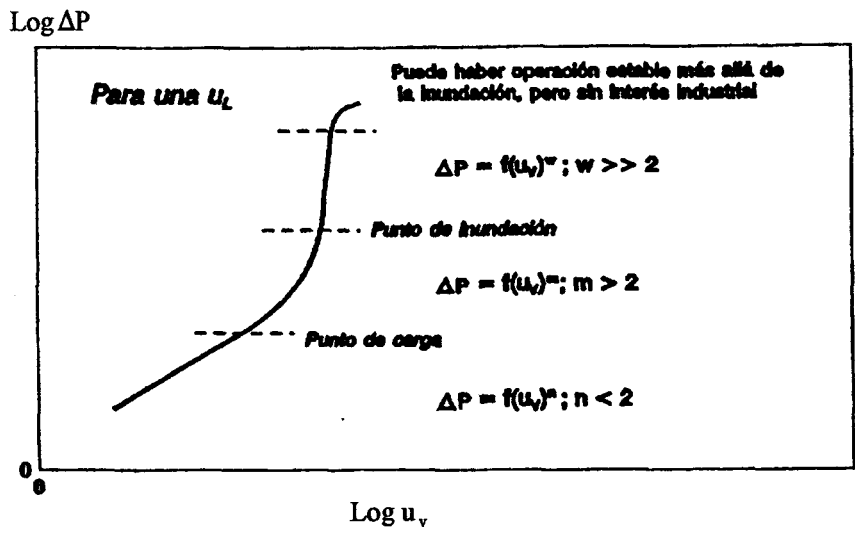


Fig 1.5: Representación gráfica de la variación de la pérdida de presión con la velocidad del vapor.

a ser fase dispersa y la pérdida de presión presenta un mayor incremento con la velocidad: $\Delta P \propto u_v^m, m > 2$. A mayor u_v el cambio en la fluidodinámica llega a ser más radical, puesto que el flujo del líquido llega a cortarse, con un gran aumento de

ΔP , inestabilidad y gran descenso de eficacia.

- Punto crítico de funcionamiento.

El punto de inundación es un límite impreciso que se ha definido de muchas maneras (44), pero los inconvenientes de trabajar en sus cercanías son clarísimos. Se cuenta con abundante información sobre él, y no debe haber dificultades en encontrar una estimación fiable. Si se elige como punto crítico de funcionamiento el de inundación, la regla normal es operar entre el 70 y el 80% del flujo de inundación. Los estudios de eficacia deberían hacerse en un intervalo de F que acabara en esa zona.

En un estudio dedicado precisamente a optimizar el relleno en destilación, Strigle y otros (45,46) concluyeron que ese límite hidrodinámico no es la mejor referencia para decidir sobre la condición de operación más favorable. En su lugar sugirieron la máxima capacidad operativa (MCO), el máximo flujo (expresado por el

factor de flujo $C = u_v \sqrt{\frac{\rho_v}{\rho_l - \rho_v}}$) para el que se mantiene la eficacia "normal"

del relleno. Este tratamiento implica un determinado comportamiento de la eficacia al variar el flujo:

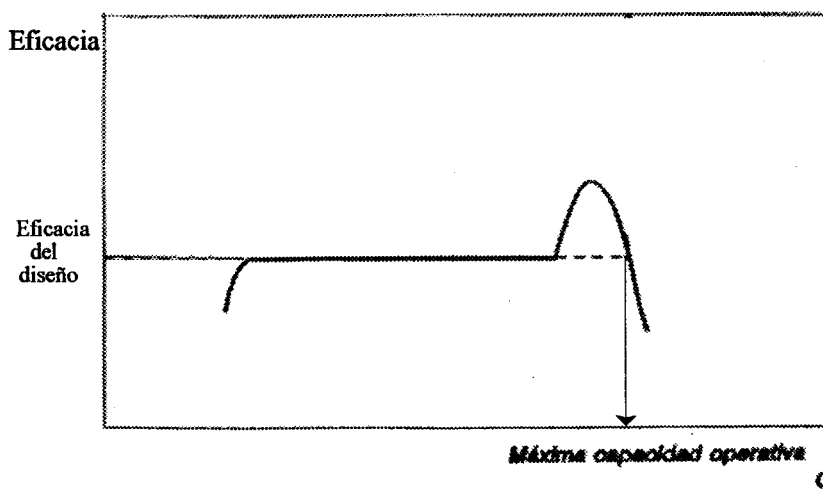


Fig I.6: Representación gráfica de la variación de la eficacia con el parámetro de flujo C para rellenos al azar.

Definida la máxima capacidad operativa la sugerencia es trabajar con un flujo igual al 90% de ese flujo límite, que correspondería según esa variación idealizada al máximo de eficacia, aproximadamente. El problema es que los rellenos estructurados suelen alejarse de esa función tipo de eficacia, bastante más que los rellenos al azar:

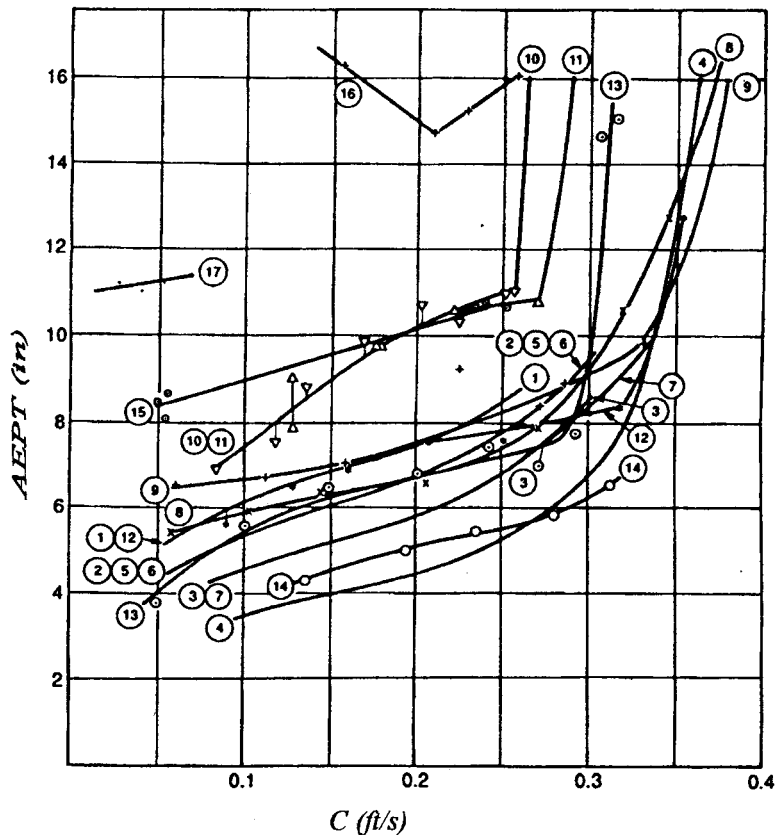


Fig I.7: Representación gráfica de la variación de la altura equivalente a un plato teórico (variable inversa a la eficacia) con el parámetro de flujo C para el relleno estructurado de malla Sulzer BX con distintos sistemas a rectificar.

I.2.2.- Transferencia de materia y eficacia del relleno.

El procedimiento usual de tratar la cuestión de la eficacia en destilación, y en las otras grandes separaciones fluido-fluido, es considerarla una separación por etapas de equilibrio (1). De esa forma la ecuación de velocidad para el transporte de materia contiene en su fuerza impulsora una concentración de equilibrio. Para los equipos de relleno, o los de pared mojada, es habitual asumir que ambas fases se

encuentran en flujo pistón, de manera que para cada diferencial de longitud en la dirección de las corrientes los moles transferidos por unidad de tiempo son:

$$d [V y] = K (y^* - y) dA \quad [I.4]$$

siendo "y" la composición de la fase vapor, que se considera en principio de mayor resistencia en destilación. Por consiguiente ese coeficiente global se refiere también a esa fase.

Pasando de superficie interfacial a variables más manejables (sección de la columna, altura, superficie específica del relleno):

$$dA = a s dZ \quad [I.5]$$

e integrando para toda la columna:

$$Z = \int_{y_e}^{y_s} \frac{d[V y]}{K (y^* - y) s a} \quad [I.6]$$

Los términos de la integral se pueden separar en dos bloques: los explícitamente referidos a la concentración y el resto, más o menos relacionados con ella.

$$Z = \left[\frac{V}{K a s} \right]_{Z=0}^{Z=Z} \int_{y_e}^{y_s} \frac{dy}{y^* - y} \quad [I.7]$$

La integral remanente es el número de unidades de transferencia, NUT. Por tanto, el otro grupo es la altura de unidad de transferencia, AUT, la variable más adecuada para cuantificar la eficacia en columnas de relleno.

Los componentes de la AUT tienen obviamente carácter diferente, y también distinta variabilidad. Claro que "s" es una constante que se deducirá del estudio fluidodinámico. V puede serlo asimismo, si se acepta transferencia equimolar en

contracorriente. Así se trabaja generalmente, sin desconocer que en sistemas con componentes de peso molecular muy diferente puede darse una transferencia claramente no equimolar. En cualquier caso cabe solucionar sin muchos problemas el incumplimiento del supuesto.

La situación de la interfase efectiva y el coeficiente de transferencia de materia es diferente. Aunque la superficie interfacial efectiva pudiera considerarse igual a la del sólido mojada por el reflujo, y ésta igual a la nominal del relleno, en la práctica esa es una situación límite. En cuanto al coeficiente, es claramente dependiente de la concentración.

Las limitaciones de esta aproximación para mezclas multicomponentes, han sido reconocidas desde hace mucho. Así Murphee señalaba que en una mezcla terciaria la aproximación al equilibrio no podía ser igual para los dos componentes volátiles; y que, por tanto, la etapa teórica no podía considerarse una base adecuada de cálculo.

Para superar esto se han propuesto modelos de no-equilibrio. Como los tradicionales utilizan balances de materia y energía y relaciones de equilibrio, pero de manera diferente. Mientras que en los modelos de equilibrio el balance se hace para la etapa teórica o la unidad de transferencia, en los de no-equilibrio se hace para cada fase, estando las ecuaciones de conservación relacionadas por el balance de materia en la interfase. Y en cuanto a las relaciones de equilibrio, mientras que en los modelos convencionales se aplican a las corrientes que salen de la etapa, en los de no-equilibrio se utilizan para relacionar las composiciones en la interfase (47,48,49).

* * *

Si se cuenta con el equilibrio del sistema a rectificar es muy fácil obtener datos experimentales de AUT. Basta medir las composiciones de las corrientes de entrada y salida de una columna dada (por tanto de altura conocida), deducir el NUT y dividir Z por él. La cuestión es en qué medida son válidos esos resultados para unas condiciones diferentes a las de la experimentación que se ha llevado a cabo.

En principio tal extensión es muy incierta, dado el número de variables que se

piensan pueden influir en la AUT; se ha atribuido intervención significativa al tipo y tamaño del relleno, las características de la superficie sólida, el diámetro del lecho poroso, su altura, los flujos de las fases y la relación entre ellos, la presión, diversas propiedades físicas de las mezclas, la forma en que el líquido y el vapor están distribuidos en el lecho.

Para avanzar hay que empezar por distinguir entre los diversos factores agrupados en la AUT. Siendo "s" constante y V constante o variable, pero al cabo una variable independiente del diseño, queda por considerar la variación de K y a. Esta última tiene un único carácter, pero el coeficiente engloba dos resistencias, que conviene separar para llegar a soluciones más básicas:

$$AUT = AUT_v + m \frac{V}{L} AUT_l \quad [I.8]$$

$$\frac{1}{K a_e} = \frac{1}{k_v a_e} + \frac{m}{k_l a_e} \quad [I.9]$$

Puesto que "m" es la pendiente de la línea de equilibrio, para una concentración que depende de la importancia relativa de las resistencias su obtención rigurosa no es inmediata, pero tampoco hay necesidad de afinar tanto la solución. De manera que lo que hay que resolver es el valor de los coeficientes individuales y la interfase efectiva.

1.2.3.- Coeficientes individuales de transferencia de materia.

En una columna de relleno la transferencia de materia se hace por convección forzada, lo que determina una determinada forma de expresar los coeficientes de transporte. Sobre esto existe una amplísima bibliografía, en dos direcciones: modelos físicos simples y modelos matemáticos más elaborados. Los primeros simulan el movimiento del fluido reduciendolo a la difusión a través de una película delgada o una lámina semiinfinita. Los segundos son una consecuencia de las analogías que se supone que existen entre transferencia de calor y materia, lo que llevará a ecuaciones similares. Utilizando los desarrollos propuestos para transferencia de calor (transporte, en principio, más accesible) desde hace cien

años se alcanzarían expresiones de velocidad para transferencia de materia.

Los supuestos y resultados de las teorías de transferencia de materia más utilizados pueden verse en cualquier texto con capítulos sobre Fenómenos de Transporte, o incluso en libros generales de Operaciones Básicas. Los resultados pueden resumirse en una tabla como la de la página siguiente (50).

Se pueden sacar las siguientes consecuencias de la tabla:

- La teorías más complicadas, las dos últimas, son aplicables únicamente en régimen laminar. Lo presumible es que no sea esa la forma de fluir para la fase de resistencia supuestamente preponderante, la vapor. Por tanto, habría que recurrir a los modelos físicos simples.

- Los tres modelos clásicos tienen el inconveniente de no poder ser utilizados en la estimación de k , ya que sus parámetros definitorios (δ , τ_e , Γ) son desconocidos.

- Sin embargo, las predicciones de todos ellos en cuanto a la influencia del flujo y las propiedades fundamentales son bastante próximas. Puede escribirse que en primera aproximación:

$$Sh \propto Re^{\frac{1}{2}} Sc^{\frac{1}{3}} \quad [I.15]$$

y siempre cabe la posibilidad de introducir otros exponentes para los números de Reynolds y Schmidt más acordes con los resultados de la experimentación.

Por lo demás, no merece la pena especular con modelos aún más complicados, por mucho que puedan dar imágenes físicas más próximas a la realidad (como los que emplean transporte convectivo en vez de transporte molecular). Tampoco parece conveniente poner en cuestión el supuesto subyacente en las teorías anteriores: que las disoluciones son lo suficientemente diluídas como para que el coeficiente de transferencia de materia no sea función de la fuerza impulsora de concentración. Llegado el caso puede intentarse la obtención de la relación entre coeficientes en disoluciones diluídas (k) y concentradas (k^0), como la que se muestra en la figura I.8.

Tabla I.1: Teorías para coeficientes de transferencia de materia.

Método	Forma Básica	m	n	Ventajas	Inconvenientes
Teoría de la película. (Nernst, 1904; Lewis, 1916; Whitman, 1923)	$k = \frac{D}{\delta}$ [I.10]	0	1	Teoría simple; una buena base para desarrollar ideas	Espesor de la película límite δ desconocido
Teoría de la penetración. (Higbie, 1935)	$k = \sqrt{\frac{D}{\pi \tau_e}}$ [I.11]	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	la más simple que incluye el flujo	Tiempo de contacto τ_e desconocido
Teoría de la renovación superficial. (Danckwerts, 1951)	$k = \sqrt{\frac{D}{\Gamma} - \sqrt{s D}}$ [I.12]	-	$\frac{1}{2}$	Similar a la de penetración, pero con mejor descripción física del fenómeno	Tiempo de residencia medio en la interfase Γ ó frecuencia de renovación s desconocidos
Teoría de la capa límite.	$k = 0,626 \frac{D}{L} \left(\frac{L \bar{u}}{\nu} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{\nu}{D} \right)^{\frac{1}{3}}$ [I.13]	$\frac{1}{2}$	$\frac{2}{3}$	Mucha mejor descripción física	Solamente para casos de flujo laminar. Matemática compleja
Teoría de Graetz-Nusselt.	$k = \left \frac{2}{3 \phi^3} \right \frac{D}{L} \left(\frac{L^2 \bar{u}}{D R} \right)^{\frac{1}{3}}$ [I.14]	$\frac{1}{3}$	$\frac{2}{3}$	Resultados exactos para tubos cortos	Solamente para casos de flujo laminar.

Donde:

- m y n son los exponentes que definen la dependencia del coeficiente de transferencia de materia respecto al flujo y la difusividad según las siguientes relaciones:

$$k \propto u^m \quad y \quad k \propto D^n$$

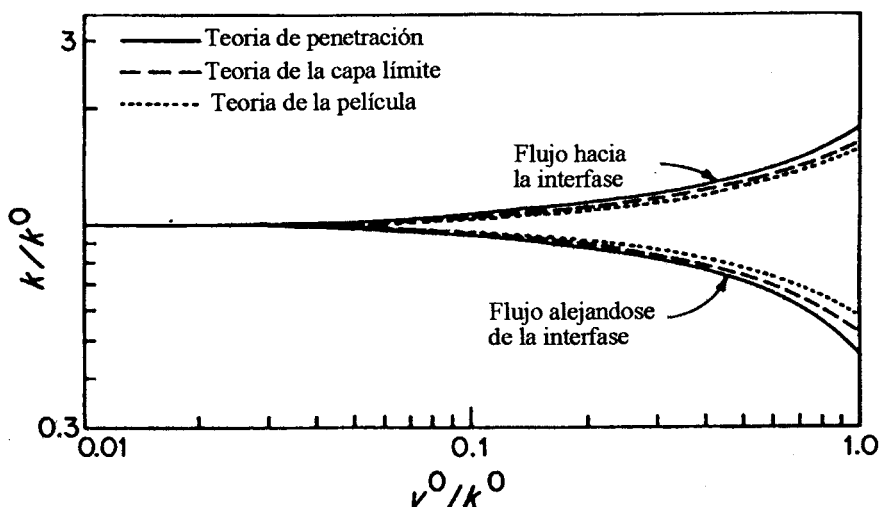


Fig I.8: Representación gráfica de la relación entre coeficientes de transferencia de materia para disoluciones concentradas y diluidas.

Como se ve la variación entre coeficientes no depende prácticamente de la teoría de transferencia de materia que se aplique.

* * *

Resumiendo: de las teorías no se deduce una definición de k_v y k_l , pero sí la forma que presenta la función:

$$k \propto \left(\frac{L \bar{u} \rho}{\mu} \right)^m \left(\frac{\mu}{\rho D} \right)^n \frac{D}{L} = (\bar{u})^m L^{m-1} \left(\frac{\rho}{\mu} \right)^{m-n} D^{1-n} \quad [I.16]$$

siendo los exponentes más probables $m = 1/2$ y $n = 1/3$. Por tanto:

$$k \propto \left(\frac{\bar{u}}{L} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{\rho}{\mu} \right)^{\frac{1}{6}} D^{\frac{2}{3}} \quad [I.17]$$

1.2.4.- Interfase efectiva.

La superficie específica efectiva (a_{eff}) es una variable fundamental en el diseño de equipos que llevan a cabo operaciones de transferencia de materia. Tanto

es así que una determinación precisa de la superficie específica efectiva solucionaría en gran medida los problemas existentes a la hora del diseño de estos equipos. La determinación de la a_{eff} traería consigo la obtención de los coeficientes de transferencia de materia y, por tanto, de la resistencia a la transferencia en cada una de las fases.

Sin embargo, encontrar una correlación que sirva para una determinación fiable de la a_{eff} no es sencillo. De hecho es un problema mal resuelto, ya que a_{eff} , va a ser diferente de la superficie nominal del sólido (a), del sólido mojado por el líquido (a_m) o de la superficie interfacial (a_i). La diferencia entre la superficie interfacial y la efectiva se debe a que habrá zonas de la primera estancadas en determinados puntos del relleno que, una vez saturadas en el componente que se transfiere, no participarán en el proceso de transferencia de materia. Por tanto, la superficie interfacial será mayor que la efectiva. La separación entre ambas superficies será más acusada en procesos de absorción de gases que en procesos de rectificación o evaporación, ya que en estos últimos los fluidos se encuentran en sus puntos de ebullición, y por tanto, existirá un mezclado por convección natural que irá renovando estas zonas estancadas haciendo que el líquido retenido en éstas participe activamente en el proceso de transferencia de materia.

No obstante, han surgido un gran número de relaciones que intentan determinar la superficie interfacial líquido-vapor, que obviamente estará mucho más próxima a la superficie efectiva que la superficie nominal del sólido o la superficie sólida mojada por el líquido. Los primeros intentos, como es lógico, se dirigen a la estimación de interfases para rellenos al azar. Algunos ejemplos de estas correlaciones se citan en la tabla I.2.

Como puede observarse, en todas estas ecuaciones se aborda el problema de la superficie específica desde un punto de vista puramente hidrodinámico, dando la relación a/a es función de la velocidad lineal de la fase líquida, de las propiedades del líquido (densidad, viscosidad y tensión superficial) y de parámetros geométricos del relleno (superficie nominal y diámetro nominal). Sin embargo, la fracción de interfase que permanece activa para la transferencia de materia no sólo depende de la fluidodinámica sino también del tipo de operación.

Estas ecuaciones no podrán hacerse extensivas a rellenos estructurados, ya

que las diferencias existentes entre estos y los rellenos al azar hacen que la circulación de las fases dentro del lecho sea bien distinta en cada uno de los casos.

Tabla 1.2: Ecuaciones para el cálculo de (a_i/a) en rellenos al azar.

$$\text{Onda y otros (51): } \frac{a_i}{a} = 1 - \exp \left[\left(\frac{\sigma_c}{\sigma_l} \right)^{0,75} Re_l^{0,2} Fr_l^{-0,05} We_l^{0,2} \right] \quad [I.18]$$

$$\text{Kolev (52): } \frac{a_i}{a} = 0,583 (a d_N)^{0,42} Fr_l^{0,196} \left(\frac{We_l}{Fr_l} \right)^{0,49} \quad [I.19]$$

$$\text{Shi y Mersmann (53): } \frac{a_i}{a} = 0,76 e^{-0,6} (1 - 0,93 \cos\theta)^{-1} Re_l^{-0,2} (We_l Fr_l)^{0,15} \quad [I.20]$$

$$\text{Zech y Mersmann (54): } \frac{a_i}{a} = \delta (a d_N)^{0,4} \left(\frac{We_l}{Fr_l} \right)^{0,45} Re_l^{0,5} \quad [I.21]$$

$$\text{Juránek y Vogelpohl (55): } \frac{a_i}{a} = 1,045 Re_l^{0,041} We_l^{0,133} \left(\frac{\sigma_l}{\sigma_c} \right)^{-0,182} \quad [I.22]$$

siendo:

$$Re_l = \frac{u_l}{\nu_l a} \quad Fr_l = \frac{u_l^2 a}{g} \quad We_l = \frac{\rho_l u_l^2}{a \sigma_l}$$

Para rellenos estructurados parece inicialmente que la solución en la determinación de a_i/a puede resultar mucho más sencilla, basándose en la gran capacidad de distribución de las fases (y como consecuencia, tendencia al mojado completo) atribuidas a este tipo de rellenos. Por ello, una de las simplificaciones más comunes realizadas en este tipo de rellenos es considerar la superficie específica igual a la nominal ($a_{\text{eff}}/a = a/a = 1$). También han aparecido otras correlaciones muy sencillas como la primera desarrollada por Bravo y Fair (56):

$$\frac{a_i}{a} = 0,50 + 0,059 \cdot \% \text{ inundación} \quad [I.23]$$

o la de Brito et al (57):

$$\frac{a_i}{a} = 0,465 Re_l^{0,3} \quad [I.24]$$

Sin embargo, correlaciones tan simples pueden llegar a ser demasiado groseras en la mayoría de los casos. Por ello, han surgido otra serie de ecuaciones, ya específicas para rellenos al estructurados. Alguno ejemplos de ellas son las que se muestran a continuación:

Tabla I.3: Ecuaciones para el cálculo de (a_i/a) en rellenos estructurados.

$$\text{Billet y Schultes (58)} \quad \frac{a_i}{a} = 1,5 (a d_h)^{-\frac{1}{2}} \left[\frac{u_l d_h}{\nu_l} \right]^{-0,2} \left[\frac{u_l^2 \rho_l d_h}{\sigma_l} \right]^{\frac{3}{4}} \left[\frac{u_l^2}{g d_h} \right]^{-\frac{9}{2}} \quad [I.25]$$

$$\text{Rocha et al. (59)} \quad \frac{a_i}{a} = F_{SE} \frac{29,12 (We_l Fr_l)^{0,15} S^{0,359}}{Re_l^{0,2} e^{0,6} (1 - 0,93 \cos \gamma) (\text{sen } \theta)^{0,3}} \quad [I.26]$$

$$\text{Nardini et al. (60)} \quad \frac{a_i}{a} = \left(\frac{d_e}{4} \right) \left(\frac{h_l}{e} \right)^{1,5} \left(\frac{\rho_l g \text{ sen } \theta}{3 \mu_l} \cdot \frac{\text{sen } \theta e}{U_{sl}} \right)^{0,5} \quad [I.27]$$

$$\text{Olujic (61)} \quad \frac{a_i}{a} = \frac{(1 - \Omega)}{\left(1 + \frac{A}{u_{Ls}^B} \right)} \quad A, B = f(\text{tipo y tamaño del relleno}) \quad [I.28]$$

Como puede observarse, se tratan de ecuaciones muy similares a las anteriormente expuestas para rellenos al azar, aunque obviamente aparecen otros parámetros geométricos (θ, γ, S).

I.2.5.- Variables a considerar en la determinación de la AUT.

Vistas las posibles influencias sobre los coeficientes y la interfase efectiva puede pensarse en una función para AUT en la que sean variables las siguientes propiedades:

- Del sólido: habría que considerar la superficie específica nominal (o dimensión lineal equivalente), la porosidad, la tensión superficial crítica. En los rellenos estructurados otras variables geométricas adicionales.

- De la mezcla a destilar: relaciones de equilibrio, masa molecular, densidad, viscosidad y difusividad de ambas fases y tensión superficial.

Claro que estas propiedades dependen de la composición del sistema y de la temperatura a que se encuentre. O, considerando a la presión como variable independiente, de la concentración y presión a la que opera la columna de destilación.

La presión afecta al sistema del siguiente modo:

- Cuando la presión disminuye:

- Disminuye la viscosidad del vapor, la difusividad del líquido (en pequeña medida) y la densidad del vapor (en gran medida).

- Aumentan la densidad y la viscosidad del líquido, la tensión superficial y la difusividad del vapor (especialmente esta última).

La influencia de la composición de la mezcla es menos predecible. Si se consideran las propiedades en el punto de ebullición de las mezclas (62) y refiriéndose a la fracción molar del volátil (x):

- La densidad del vapor varía poco con x en los sistemas orgánicos. En los acuosos ρ_v varía más, aumentando con x .

- La viscosidad del vapor puede variar considerablemente, creciendo con x (Tolueno-n-Octano, Agua-Ácido Acético) o decreciendo (n-Heptano-Tolueno, n-Octano-Etilbenceno, Butilamina-Agua).

- La difusividad del vapor presenta una variación discreta, al menos en sistemas orgánicos. Mayor cambio con x , en general decreciendo, para sistemas acuosos.

- la difusividad del líquido depende mucho de la composición de la mezcla. Es creciente en sistemas como el n-Heptano-Tolueno, el n-Hexano-Benceno o el

Acetona-Metanol; y decreciente en las mezclas Ciclohexano-Tolueno, Benceno-n-Heptano y Tolueno-n-Octano. En los sistemas acuosos es frecuente un mínimo de D_i para fracciones molares intermedias, pero también puede darse una difusividad creciente (Butilamina-Agua).

- La viscosidad de los líquidos orgánicos aumenta con x (Ciclohexano-Tolueno, Benceno-n-Heptano), disminuye (n-Heptano-Metilciclohexano, Acetona-Metanol) o queda prácticamente constante (n-Octano-Etilbenceno, Tolueno-Octano). En tanto que los sistemas acuosos suelen dar máximos más o menos próximos al agua pura.

- La densidad de las mezclas líquidas puede mantenerse virtualmente constante frente a x en algún caso (n-Heptano-n-Octano, Acetona-Metanol), pero es más probable un incremento (Benceno-n-Heptano, Tolueno-n-Octano) o un descenso al aumentar la concentración del volátil (Ciclohexano-Tolueno, n-Octano-Etilbenceno, n-Heptano-Tolueno, Propanol-Agua).

* * *

Al darse tantas posibilidades de cambio de las variables influyentes, también podrá variar de muchas formas la eficacia de un relleno. No sólo de un sistema a otro, sino por modificación del flujo, la composición o la presión.

Puesto que se da por descontado que el flujo puede variar en un amplio intervalo, (que, por flexibilidad del equipo conviene sea lo mayor posible) es obligado contar con la dependencia de la AUT con él. Menos necesaria se considera la función para la composición, dado que el cambio es mucho más limitado. De hecho en el diseño suele considerarse sólo un cuadro resumido de propiedades físicas del sistema, y el cálculo está restringido a un valor de la temperatura y composición. Unas veces, el valor medio y otras, el valor en el fondo de la columna.

Más interés se ha dedicado a la dependencia de la AUT con la presión, especialmente para rellenos estructurados (que se emplean mucho en rectificación a vacío). Analizando cualitativamente el posible cambio de las propiedades y del flujo podríamos apuntar:

- Que los menores flujos de líquido, al operar a vacío, pueden hacer que AUT

aumente al reducirse la presión, porque también se reduzca la interfase. Pero dado que el mojado completo de los rellenos estructurados se consigue con flujos muy bajos, también puede mantenerse constante.

- Que la resistencia vapor varía muy poco al variar la presión. Al contrario de la resistencia líquida, que puede aumentar o disminuir considerablemente.

Si se considera determinante la viscosidad del líquido, es claro que la AUT aumenta con la presión: hay aumento de la resistencia líquida y la vapor queda constante. Esta simplificación se ha utilizado ampliamente para columnas de platos (63,64). En columnas de relleno la situación es confusa. Se han encontrado experimentalmente descensos de eficacia al aumentar la presión (65,66), pero también aumentos (67,68) y constancia (69,70). Recientemente Gualito y otros (71) han observado una variación más complicada: hasta una presión de unos 10 bares la eficacia de los rellenos estructurados mejora con el incremento de presión; entre 10 y 15 bares probablemente no se afecta; por encima de 15 bares la eficacia decrece. La explicación de esto es precisamente un aumento de la resistencia líquida con presión alta y media, en tanto que para presión atmosférica o a vacío su contribución es del 10-25%. Tal vez sea la consecuencia de que en esas experimentaciones no se ha considerado esencial aislar la influencia de la presión, que se solapa con la de otras variables (72).

1.2.6.- Altura de la unidad de transferencia y altura equivalente a un plato teórico.

Más allá de que el supuesto de flujo en pistón en una columna pueda incumplirse (sobre todo a presión alta: (71,73), es claro que la manera más correcta de expresar la eficacia de los rellenos estructurados es la AUT. Pero la obtención cómoda del número de platos teóricos ha hecho que en la práctica industrial se use con mucha más frecuencia la AEPT.

La diferencia entre AUT y AEPT es, simplemente, una diferente fuerza impulsora de concentración, lo que implica el equilibrio del sistema a rectificar y la relación de reflujo en la columna. Por lo primero no hay una posible relación general entre ambas. Lo que normalmente se establece parte de una simplificación importante: no sólo la línea de operación, sino también la de equilibrio son rectas;

entonces:

$$AEPT = \frac{\ln \left(m \frac{V}{L} \right)}{\left(m \frac{V}{L} \right) - 1} = AUT \left[1 + \frac{1}{2} \left(1 - \left(m \frac{V}{L} \right) \right) + \frac{1}{3} \left(1 - \left(m \frac{V}{L} \right)^2 \right) + \dots \right] \quad [I.29]$$

(31)

Y si las líneas de operación y equilibrio son paralelas $m \frac{V}{L} = 1$ y $AEPT = AUT$.

Sin embargo esto es rarísimo en destilación, y tampoco es típica la variación lineal de los datos de equilibrio. De forma que la relación anterior, tan utilizada, puede dar errores considerables que a lo más pueden compensarse cuando se trabaje en un intervalo amplio de concentración.

I.3.- ESTIMACIÓN DE LA EFICACIA DE LOS RELLENOS ESTRUCTURADOS.

La información básica para el diseño debe estar disponible en forma de correlaciones matemáticas que puedan ser fácilmente introducidas en los programas computerizados. Esta información es tratada por las compañías suministradoras de rellenos estructurados como material confidencial, de manera que la literatura abierta no ofrece sino una parte pequeña de los resultados que sin duda existen. Los catálogos de las casas comerciales presentan un resumen tan escueto de tales resultados como los siguientes (74):

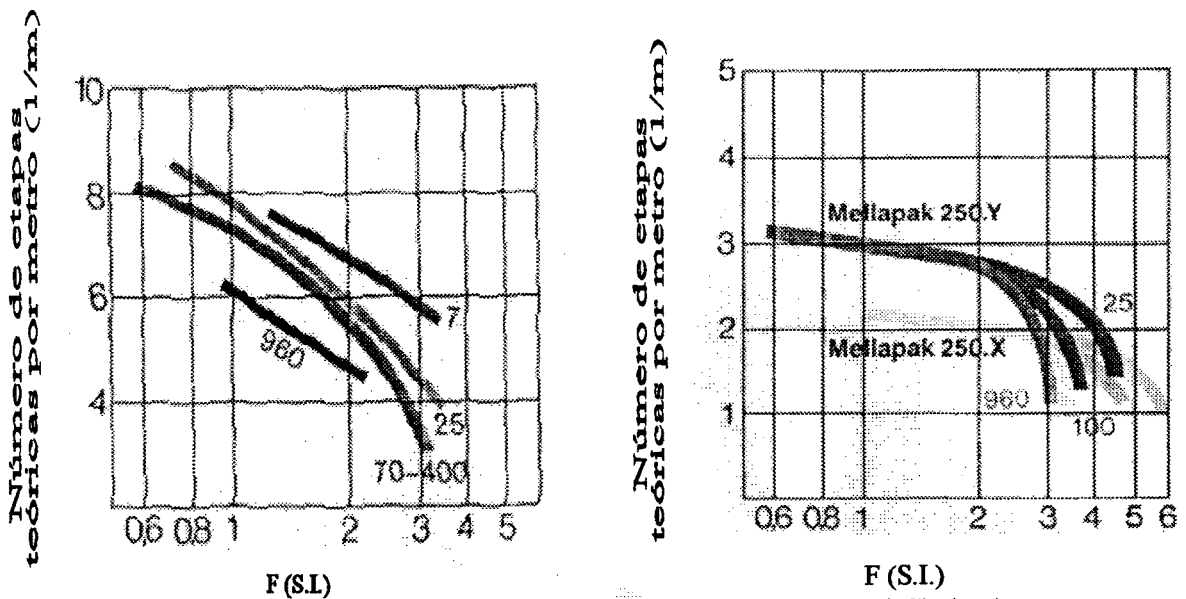


Fig I.9 y I.10: Representaciones gráficas de las eficacias del relleno Sulzer BX y Mellapak 250Y y 250X a distintas presiones (mbar) .

No se hace referencia a los sistemas rectificadores, dimensiones de la columna de prueba, composición, etc. Lo más probable es una experimentación en planta piloto, con un diámetro menor de 1 metro, trabajo a reflujo total y empleo de sistemas patrones como la trans-Decalina-cis-Decalina. Aún ignorando la geometría del equipo, la información es incompleta, ya que no hay manera de deducir la influencia del tipo de sistema (de las propiedades de la mezcla) sobre la eficacia del

relleno.

Y, por otra parte, esta aproximación es absolutamente específica. Hay que buscar soluciones cada vez más generales que puedan llegar a ser interpretadas a través de las características del equipo y del sistema a separar. Presentamos ahora los intentos realizados hasta el momento, avanzando desde los más simples, las estimaciones a bulto, hasta los más complicados, en los que se aplica la teoría de transferencia de materia expuesta en el apartado anterior.

1.3.1.- Estimaciones a bulto.

Harrison y France (75) relacionan la altura equivalente a un plato teórico con la altura de la corrugación de los rellenos estructurados, H:

Tabla I.4: Relación de la AEPT con la altura de corrugación de los rellenos.

H (cm)	AEPT (cm)
0,635	22,86
1,270	45,72
2,540	83,82

señalando que para las alturas menores $AEPT = 36 H$, y para las mayores $AEPT = 33 H$. Kister (44) confirma que estas sencillas relaciones dan buenos resultados para corrugaciones de 45° con respecto a la horizontal, pero no con otras inclinaciones. De ahí que sugiera la modificación siguiente:

$$AEPT (m) = \frac{100}{a} + 0,102 ; \quad a \text{ en } m \quad [I.30]$$

Claro que expresiones de este tipo no sirven sino para tener una vaga indicación sobre la eficacia de los rellenos, basada en la constatación simple de que ésta es tanto mayor cuanto mayor sea la superficie específica. En la tabla I.5 puede comprobarse que para algunos rellenos industriales la ecuación de Kister apunta a un valor intermedio en el amplio intervalo de AEPT para el relleno concreto, en otros aproxima bien el intervalo y casos hay en que el error puede ser enorme.

Tabla I.5: Eficacia de diferentes tipos de rellenos.

Relleno	Tipo	Superficie específica a, m ⁻¹		AEPT, cm Ec. I.30	AEPT, cm bib ^a tecn ^a
		nominal	experimental		
Gempack	1a	131		29 - 86	20 - 90
	2a	262			
	3a	394			
	4a	525			
Montz	B1200	200		43 - 60	25 - 50
	B1300	300			
Flexipack	1	69		28 - 155	25 - 80
	2	135			
	3	250			
	4	558			
Mellapak	125Y	125	253 ± 7	30 - 90	23 - 80
	250Y	250			
	500Y	500			
Sulzer	BX	500	344 ± 10	30 - 40	12 - 40
	CY	700		25	4 - 18
Goodloe		2000	298 ± 7	15	2,5 - 20
Durapak	280	280		36	28 - 48
	(400)	400			

De cualquier manera, una estimación así es demasiado imprecisa. Aún aceptando que la AEPT calculada se referiría a sistemas hidrocarbonados típicos, se ignora la influencia del flujo o de la presión. Por más que Kister muestre más confianza en las estimaciones de este tipo que en las que proporcionan los mejores modelos de transferencia de materia (al menos para rellenos al azar), es obvio que debe contrastarse con cálculos de eficacia más afinados que los de arriba.

I.3.2- Ecuaciones semiempíricas.

Para algunos rellenos puede encontrarse en la bibliografía una información más completa que la poco específica de los catálogos. Por ejemplo, contamos con

datos sobre el comportamiento estándar del relleno estructurado Rombopak.

Para columnas, con éste relleno, de 3,7 m de altura y 0,25 - 0,60 m de diámetro, empleando los sistemas patrones trans-Decalina-cis-Decalina y Clorobenceno-Etilbenceno; se ha encontrado que la eficacia no está influenciada por el diámetro de la columna ni por la relación de reflujo (76).

Además, como puede observarse en la siguiente figura, la eficacia disminuye con el flujo y es mayor en un 15-35% para la trans-Decalina-cis-Decalina (10 torr) que para el Clorobenceno-Etilbenceno (300 torr).

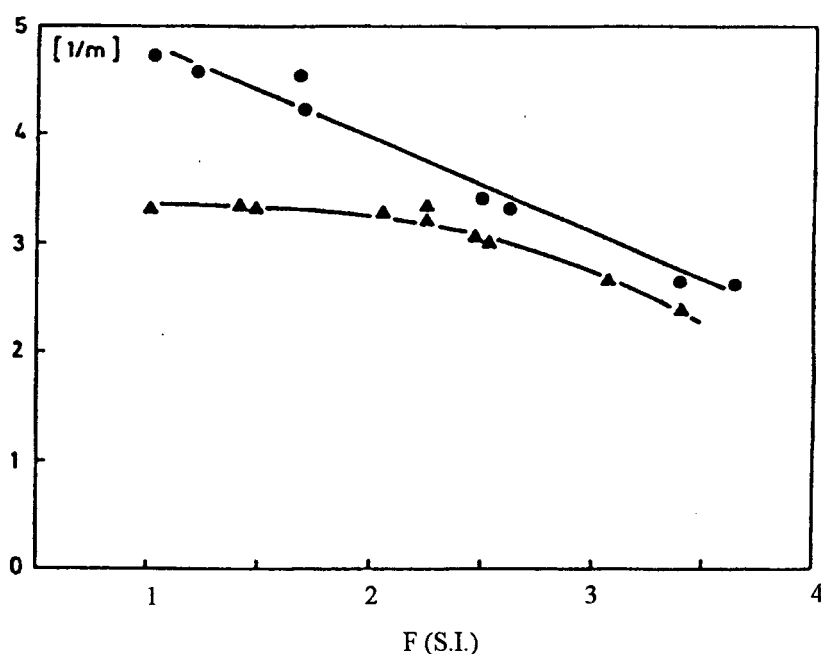


Fig I.11: Eficacia de los sistemas (●) trans-Decalina-cis-Decalina y (▲) Clorobenceno-Etilbenceno con el relleno estructurado Rombopak.

Sin embargo, esta información puramente empírica tiene un interés limitado. Conviene ecuaciones que más allá de la correlación de los datos experimentales impliquen un determinado modelo para la transferencia de materia en el equipo. En ese caso se encuentran algunas expresiones para el relleno de láminas Mellapak.

- Spiegel y Meier (77) propusieron una ecuación para cuatro tipos de Mellapak (125, 250, 350 y 500 Y), en la que reúnen los resultados obtenidos en una columna de 1 m. de diámetro y de 1,4 a 8,5 m. de altura donde se rectificaron los sistemas tipo Clorobenceno-Etilbenceno y trans-Decalina-cis-Decalina, a presión

entre 960 y 10 mbar. La aplicación de la ecuación se limitaba a sistemas orgánicos, a los que se atribuiría tendencia a mojar la superficie metálica en condiciones de destilación.

Para tratar los datos se despreció la resistencia líquida por razones de distinto peso. Una de ellas sería determinante: si se acepta que con frecuencia $k_l \gg k_v$, la consecuencia lógica es no considerar la resistencia. Otra cuestión es saber cuando tal decisión no es correcta, porque aún siendo $k_l > k_v$ la diferencia entre ambas no sea suficientemente grande. Las otras razones no son defendibles: dificultad de separar las resistencias y de estimar fiablemente la difusividad del líquido.

Si además de despreciar la resistencia líquida se acepta que el comportamiento de la columna de relleno estructurado es similar a la de una de pared mojada, según el supuesto de Bravo y Fair:

$$Sh_v = \frac{k_v d_h}{D_v} = \alpha \left(\frac{u d_h \rho}{\mu} \right)^n \left(\frac{\mu}{\rho D} \right)^m ; d_h : \text{diámetro hidráulico} \quad [I.31]$$

$$\frac{Sh_v}{Sc_v^m} = \frac{Sh_v}{(Sc_v)^{\frac{1}{3}}} = \alpha Re^n \quad [I.32]$$

Siendo $Sh_v = \frac{K d_h}{D_v}$, ya que $k_v = K$. El coeficiente se deduce de los datos

experimentales de AEPT, con dos supuestos ($a_e \approx a$ y AEPT \approx AUT). La correlación I.32 quedaría representada como muestra la figura I.12. De donde se deduce que $n = 1$. Quedan dos cuestiones a discutir:

- Los numerosos puntos que quedan fuera de la correlación. Para Spiegel y Meier no existe ningún problema: se tratan de operaciones cerca de la condición de inundación, donde la eficacia se reduce drásticamente.

- La pendiente, el exponente del número de Reynolds, es diferente a la de la ecuación para columnas de pared mojada, $n = 0,8$. Esto es lo que se había

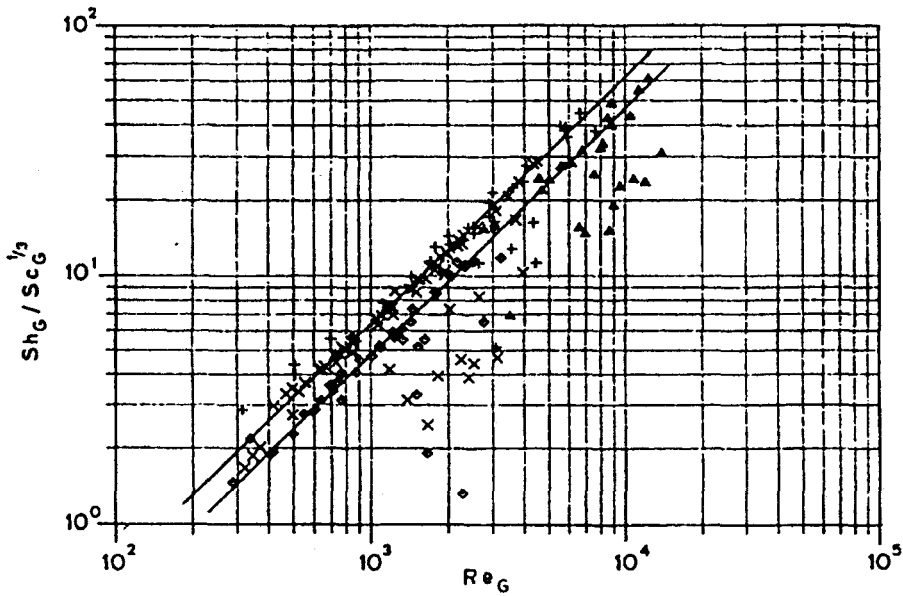


Fig I.12: Representación gráfica de la ecuación I.32 a partir de datos experimentales con distintos sistemas.

encontrado en columnas con rellenos estructurados de malla (78). La interpretación que hacen los autores es que estos rellenos estén completamente mojados para cualquier carga líquida; en tanto que para rellenos de láminas es posible un incremento del mojado al aumentar el flujo.

En consecuencia:

$$\left. \begin{aligned} \frac{NPT}{Z} = \frac{1}{AEPT} = \frac{K a}{V} \dots\dots \left. \begin{aligned} K &\propto (u_v \rho_v)^{0,8} \\ a &\propto (u_l \rho_l)^{0,2} \end{aligned} \right\} AEPT \propto (u_l \rho_l)^{-1} \quad [I.33] \end{aligned}$$

- Henriques de Brito, von Stockar y Bomio (79) han presentado una expresión para el coeficiente de transferencia de materia de la fase líquida en rellenos Mellapak (250 y 500 Y). Los datos experimentales se obtienen en una columna piloto de 0,295 m de diámetro. Se emplea una ecuación tipo Higbie (ec. I.11) para el coeficiente de transferencia de materia, k_f .

Para el tiempo de contacto se adapta un modelo de Billet. En sistema internacional y para el Mellapak:

$$\tau_e = \frac{h_l L}{\frac{u_l}{3600 \cos 45}} \cdot \frac{1}{100} = 25,45 \frac{h_l L}{u_l} \quad [I.34]$$

siendo h_l la retención líquida en % y L la longitud de contacto, un parámetro ajustable que es una dimensión de flujo característica. Henriques, von Stockar y Bomio echan mano de la ecuación de Suess y Spiegel para definir h_l , deduciendo que:

$$\begin{aligned} (h_l)_{Mellapak \ 250} &= 1,76 u_l^{0,397} \\ (h_l)_{Mellapak \ 500} &= 3,04 u_l^{0,397} \end{aligned} \quad [I.35]$$

Como L es también una función de la velocidad del líquido queda al final una ecuación para k_l en función sólo de ésta:

$$\begin{aligned} (k_l)_{Mellapak \ 250} &= 3,34 \cdot 10^{-5} u_l^{0,302} \\ (k_l)_{Mellapak \ 500} &= 1,97 \cdot 10^{-5} u_l^{0,302} \end{aligned} \quad [I.36]$$

Una aproximación diferente a la habitual es adoptada por Brunazzi y Plagianti (80), partiendo de los datos de Nawrocki y Chuang (81) para absorción de CO_2 en arroyuelos líquidos estables, por lo que el módulo de Sherwood sería proporcional a una potencia del módulo de Graetz. Si a esto se le une la aceptación de que debe existir mezclado en las uniones del relleno estructurado y que éste puede cuantificarse en función de los números de Reynolds y de Kapitza (82) queda:

$$Sh_l = \frac{k_l d}{D_l} = \alpha \frac{6 Z^a}{K a^b} \quad [I.37]$$

donde:

d : dimensión lineal característica.

$$Gr_l = Re_l Sc_l \frac{\delta}{H}$$

H: distancia de flujo.

Z: altura del relleno.

α : ángulo de caída del flujo con respecto a la horizontal.

Brunazzi y Paglianti correlacionan los datos para desorción de CO_2 y absorción de compuestos clorados con los siguientes valores de las constantes:

Tabla I.6: Valores de las constantes de la ecuación I.37 para desorción de CO_2 y absorción de compuestos clorados.

Relleno, material	α	a	b
Mellapak Y, metal o plástico	16,43	0,915	0,09
Sulzer BX, plástico	63,10	0,676	0,09

* * *

Un tratamiento conjunto de ambas resistencias puede verse en el trabajo de Agrawal y otros (83) para una separación de enorme interés práctico, la destilación del aire. El uso de rellenos estructurados en lugar de platos perforados ha revolucionado la destilación criogénica de argón, con un producto que puede tener tan sólo 0,1 ppm de oxígeno, aparte de consumirse menos energía.

Se resuelven a la vez las ecuaciones:

$$Sh_v = c_1 Re_v^{n_1} Sc_v^{\frac{1}{3}} \quad [I.38]$$

$$Sh_l = c_2 Re_l^{n_2} Sc_l^{\frac{1}{3}} \quad [I.39]$$

encontrándose que:

$$C_1 = 0,0295 \quad n_1 = 0,89$$

$$C_2 = 0,052 \quad n_2 = 1,20$$

La solución es buena para estimar eficacias de la separación N_2/O_2 , pero no para la O_2/Ar , al menos con fracciones molares de O_2 en el vapor superiores a 0,20.

* * *

Lo normal, sin embargo, es que el exponente de Sc_v sea $\frac{1}{2}$ (en vez del $\frac{1}{3}$ del Sc_v) y el exponente del Re_v sea mayor que el del Re_l . Así en las ecuaciones de Weiland, Ahlgren y Evans (84):

Relleno Goodloe.

$$Sh_v = 0,0567 Re_v^{1,10} Sc_v^{\frac{1}{3}} \quad [I.40]$$

$$Sh_l = 3,4 Re_l^{-0,08} Sc_l^{\frac{1}{2}} \quad [I.41]$$

Relleno Montz.

$$Sh_v = 0,0730 Re_v^{1,02} Sc_v^{\frac{1}{3}} \quad [I.42]$$

$$Sh_l = 5,2 Re_l^{-0,04} Sc_l^{\frac{1}{2}} \quad [I.43]$$

I.3.3.- Modelos.

I.3.3.1.- Modelo de Rocha, Bravo y Fair.

El modelo más popular entre los pocos existentes para rellenos estructurados es el de Rocha, Bravo y Fair. Su versión actual está desarrollada en dos partes, una dedicada a la predicción de la retención, pérdida de presión y punto de inundación (59) y una segunda en la que se trata el problema de la transferencia de materia (85). Nos referimos especialmente a esta última, aunque hay una obvia relación entre ellas.

El modelo considera que los canales del relleno corrugado por los que circulan las fases pueden asimilarse a una serie de columnas de pared mojada en cuya geometría interviene el ángulo y tamaño de las corrugaciones. La dimensión lineal característica, el diámetro equivalente, se iguala a la longitud de la corrugación, S .

Si de columnas de pared mojada se trata puede utilizarse la vieja ecuación de Sherwood y Pigford, como ya habían apuntado los autores en un trabajo anterior de rellenos estructurados de malla (86).

$$Sh_v = \frac{k_v S}{D} = \alpha Re_v^{0,8} Sc_v^{\frac{1}{3}} = 0,054 \left| \frac{(u_{ve} + u_e) \rho_v S}{\mu_v} \right|^{0,8} \left(\frac{\mu_v}{\rho_v D} \right)^{\frac{1}{3}} \quad [I.44]$$

Se introducen velocidades efectivas:

$$u_{ve} = \frac{u_v}{e (1 - h_l) \text{sen } \theta} \quad ; \quad u_e = \frac{u_l}{e h_l \text{sen } \theta} \quad [I.45]$$

en las que interviene el ángulo de corrugación, la porosidad y una propiedad que adquiere gran importancia, la retención del líquido.

Para la fase líquida se utiliza un modelo de penetración. En la primera versión, el tiempo de exposición se deducía del flujo líquido a través de la corrugación, pero ahora se reconoce que con algunos sistemas no basta con la velocidad del líquido y la longitud de la corrugación. Por ello, se introduce un nuevo factor:

$$\tau_e = \frac{S}{u_e} c_e \quad [I.46]$$

c_e es ligeramente menor que la unidad, y con él se intenta tener en cuenta las partes del lecho que no propician una renovación superficial rápida. Se ha sugerido un valor de c_e de 0,9 (85), pero para un sistema oxígeno-aire-agua. En fin:

$$k_l = 2 \sqrt{\frac{D_l u_{le}}{\pi S}} c_e \approx 1,07 \sqrt{\frac{D_l u_e}{S}} \approx \sqrt{\frac{D_l u_{le}}{S}} \quad [I.47]$$

El gran problema del área interfacial es resuelto partiendo de la ecuación de Shi y Mersmann (53), basada en la hidrodinámica sobre un plano inclinado:

$$\frac{a_e}{a} = 0,76 (We_l Fr_l)^{0,15} \frac{\alpha d_{eq}^\beta}{Re_l^{0,2} e^{0,6} (1 - 0,96 \cos \gamma) (\text{sen } \theta)^{0,3}} \quad [I.48]$$

siendo :

θ el ángulo de la corrugación con la vertical.

y el ángulo de contacto del líquido con el sólido.

α y β dependen del relleno. En el tratamiento no se consideran influencias del flujo vapor o de efectos térmicos, pero da un ajuste mejor de los datos disponibles para rellenos estructurados que el tratamiento de Fair y Bravo (87,88) que sí los consideran. De manera que se adopta la ecuación de Shi y Mersmann, modificándola:

$$\frac{a_e}{a} = F_{SE} \frac{\alpha a_{eq}^\beta}{Re_l^{0,2} e^{0,6} (1 - 0,93 \cos \gamma) (\text{sen } \theta)^{0,3}} \quad [I.49]$$

θ y S se tendrán, al ser características del relleno. En cuanto al ángulo de contacto, γ , vendrá en función del rango de tensión superficial de la mezcla, σ :

$$\begin{aligned} \sigma < 0,055 \text{ N/m} & \quad \cos \gamma = 0,9 \\ \sigma > 0,055 \text{ N/m} & \quad \cos \gamma = 5,211 \cdot 10^{-16,835 \sigma} \end{aligned}$$

El factor F_{SE} es un parámetro ajustable basado en la observación del flujo líquido sobre las superficies. Una tabla de F_{SE} para los rellenos estructurados más comunes puede encontrarse en (85).

El modelo ha sido calculado para típicos sistemas orgánicos empleados en destilación y de los que se tienen abundantes datos experimentales (Clorobenceno-Etilbenceno, Ciclohexano-n-Heptano, orto-Xileno-para-Xileno). La estimación es buena con rellenos de láminas, pero empeora bastante al aplicarla al relleno de malla Sulzer BX. También aumenta la diferencia con los datos empíricos cuando estos se obtienen a alta presión (20 bar). Dado que Zuiderweg y Nutter han indicado existencia de retromezcla a presión alta, el desajuste se atribuye al alejamiento del flujo pistón y podría remediarse con un término de eficacia complementario para tener en cuenta el mezclado axial (73). Por otra parte no existen dificultades en extender el modelo a rellenos cerámicos (89).

Un desarrollo y refinamiento del modelo ha sido publicado recientemente (71), intentando mejorar las predicciones con rellenos cerámicos y plásticos y al cambiar la presión. Dicho desarrollo emplea el siguiente conjunto de ecuaciones para la predicción de la AEPT en rellenos estructurados metálicos, cerámicos y plásticos:

$$4EPT = AUT \left(\frac{\ln m}{m - 1} \right) = (H_v + m H_l) \left(\frac{\ln m}{m - 1} \right) = \left[\frac{u_{ve}}{k_v \alpha_e} + \frac{u_e}{k_l \alpha_e} \right] \left(\frac{\ln m}{m - 1} \right) \quad [I.50]$$

$$k_v = 0,054 \left(\frac{D_v}{S} \right) \left(\frac{(u_{se} + u_e) \rho_v S}{\mu_v} \right)^{0,8} \left(\frac{\mu_v}{D_v \rho_v} \right)^{0,33} \quad [I.51]$$

$$\frac{\alpha_i}{a} = F_{SE} \frac{(We_l Fr_l)^{0,15} A_1 S^{A_2}}{Re_l^{0,2} e^{0,6} (1 - 0,93 \cos \gamma) (\text{sen } \theta)^{0,3}} \left[\frac{1,2}{1 + 0,2 e^{30 \left(\frac{u_{ve}}{u_{le}} \right)}} \right] \quad [I.52]$$

siendo las velocidades efectivas las enunciadas en la ec. 1.45 y los números dimensionales los que siguen:

$$We = \frac{u_e^2 \rho_l S}{\sigma} \quad Fr_l = \frac{u_{le}^2}{S g} \quad Re_l = \frac{u_e S \rho_l}{\mu_l}$$

Como se ve en las ecuaciones anteriores no hay cambios sustanciales en el desarrollo, pero es interesante señalar la modificación en la interfase efectiva con un nuevo factor (zona entre corchetes de la ec. 1.52).

A baja presión ($u_l / 2 u_v$ entre $2 \cdot 10^{-4}$ y $2 \cdot 10^{-3}$) el factor tiende a uno y no hay diferencias prácticas con el cálculo del modelo inicial. Pero a alta presión a_e/a disminuye, proporcionando una inflexión en la eficacia, que disminuiría a partir de los 15 bar. Se sugiere que por debajo de 10 bar, la eficacia de los rellenos estructurados aumenta al aumentar la presión; para el intervalo de 10 a 15 bar, la eficacia probablemente no se vea afectada por ésta; y por encima de 15 bar se produce una pérdida de eficacia con la presión.

La ecuación para la interfase efectiva es de hecho el producto de dos factores:

$$f_e = \frac{\alpha_e}{a} = F_{SE} F_t \quad [I.53]$$

siendo F_t un factor relacionado con la retención del líquido. Si suponemos que el líquido fluye como una película que cubre todo el relleno, existe la siguiente relación entre retención, h_l , y espesor de la película, δ :

$$h_l = 4 \left(\frac{\delta}{S} \right) \quad [I.54]$$

No hay una única forma de retención. Existe una retención estática, la que permanece en el relleno cuando se ha cortado la circulación su través, la que se da para flujo nulo. Y existe una retención operativa, que se suma a la anterior al haber flujo. En el modelo:

$$h_l = h_e + h_{op} = 4 \frac{\delta_e}{S} F_S + 4 \frac{\delta_{op}}{S} F_0 \quad [I.55]$$

F_S y F_0 son factores correctores del mojado incompleto que puede haber. Para obtener δ_e , Rocha, Bravo y Fair emplean la ecuación de Shi y Mersmann (53) y para δ_{op} una modificación de la ecuación de Nusselt para una película descendente:

$$\delta_e = \left(2 \sigma \frac{1 - \cos \gamma}{\rho_l g \left(1 - \frac{\rho_v}{\rho_l} \right) \text{sen } \theta} \right)^{\frac{1}{2}} \quad [I.56]$$

$$\delta_{op} = \left[3 \mu_l \frac{u_e}{\rho_l \left(1 - \frac{\rho_v}{\rho_l} - K_1 \left(\frac{\Delta P}{\Delta Z} \right) \left(\frac{1}{\rho_l g} \right) \right)} \right]^{0,5} ; \quad K_1 = \frac{(\rho_l - \rho_v) g}{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z} \right)_{inund}} \quad [I.57]$$

En la práctica se simplifica el tratamiento despreciando la contribución de la retención estática, soslayando así el sumatorio (pero sustituyendo F_0 por F_t):

$$h_l = 4 \frac{\delta_{op}}{S} F_t = \left(4 \frac{F_t}{S} \right)^{\frac{2}{3}} \left(\frac{3 \mu_l u_l}{\rho_l (\text{sen } \theta) e g_{ef}} \right)^{\frac{1}{3}} \quad [I.58]$$

siendo g_{ef} la gravedad efectiva (la que se deduce de un balance de fuerza aplicado al líquido descendente):

$$g_{ef} = g \left[\left(1 - \frac{\frac{\Delta P}{\Delta Z}}{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z} \right)_{inund}} \right) \left(\frac{\rho_l - \rho_v}{\rho_l} \right) \right] \quad [I.59]$$

La retención es una propiedad de obtención experimental relativamente simple, por lo que puede tratarse como punto de partida para lograr otras variables de los equipos de destilación. Así, con ella puede obtenerse la pérdida de presión en el relleno estructurado.

$$\frac{\Delta P}{\Delta Z} = \frac{\Delta P_{seca}}{\Delta Z} \left[1 - \frac{1}{1 - c_2 h_l} \right]^5 \quad [I.60]$$

donde:

$$\frac{\Delta P_{seca}}{\Delta Z} = \frac{f}{S} \rho_v u_{ve}^2 = \left(0,177 + \frac{88,774}{Re_v} \right) \frac{\rho_v u_{ve}^2}{S}$$

$$c_2 = 0,614 + 71,35 S \quad (S \text{ en } m)$$

Por tanto:

$$\frac{\Delta P}{\Delta Z} = \frac{0,177 + \frac{88,774}{Re_v}}{S} \rho_v u_{ve}^2 \left[1 - \frac{1}{1 - (0,614 + 78,35 S) h_l} \right]^5 \quad [I.61]$$

Pero para lo que interesa ahora, la estimación de eficacia, la retención no interviene directamente. Sólo es necesaria para definir las velocidades efectivas, que permitirán calcular Re_v o k_t . Y, por otro lado, la superficie interfacial se puede deducir de la retención mediante un cálculo sencillo (con algunos supuestos):

$$a_i = a_m = \frac{\text{superficie mojada}}{\text{volumen total}} = \frac{\text{volumen de liquido}}{\text{espesor de liquido} \cdot \text{volumen total}} = \frac{h_l}{\delta} \quad [I.62]$$

Como antes habrá que proponer un modelo para el espesor de líquido, al que en principio se le atribuye un valor único para todo el relleno. Lo usual es aplicar la ecuación de Nusselt, como se hace en Rocha, Bravo y Fair (59) o en Nardini y otros (60):

$$\delta = \left[\frac{3 \mu_l}{\rho_l g (\text{sen } \theta)} \frac{u_l}{h_l (\text{sen } \theta) e} \right]^{0,5} \quad [I.63]$$

Desde luego, la aproximación es bastante grosera pero indudablemente hay más posibilidades de que el reflujo fluya con un espesor regular en una columna de relleno estructurado que en una de relleno al azar.

* * *

Los resultados experimentales de retención líquida en un lecho fijo se han correlacionado utilizando esencialmente la velocidad del líquido, su densidad y viscosidad y una dimensión geométrica característica del relleno. Así, en la ecuación de Buchanan para rellenos al azar:

$$h_l = 2,2 \left(\frac{u_l \mu_l}{g \rho_l d_p^2} \right)^{\frac{1}{3}} + 1,8 \left(\frac{u_l^2}{g d_p} \right)^{\frac{1}{2}} \quad [I.64]$$

En la experimentación con rellenos estructurados se han empleado sistemas gas-líquido, columnas piloto y medición del volumen retenido en ellas tras cortar el flujo. Lo que escurre es, claro, la retención dinámica u operativa, no la total. En operaciones gas-líquido como la absorción de gases puede ser una aproximación aceptable considerar que la transferencia de materia sólo tiene lugar con el líquido circulante, con el retenido dinámicamente, porque la retención estática es de líquido saturado y por tanto inhábil para la transferencia. Pero la situación en destilación o evaporación debe ser diferente, de manera que la retención estática no puede despreciarse sin consecuencias.

Expresiones empíricas para la determinación de la h_{op} en rellenos

estructurados son las que podemos observar en la tabla I.7.

Tabla I.7: Correlaciones empíricas para la determinación de la retención en columnas de relleno estructurado.

$$\text{Billet (Cheng y Chuang)(90)} \quad h_{op} = A \left(\frac{Fr_l}{Re_l} \right)^{1/3} \quad A = f(\text{flujo}), \text{ es una característica del relleno.} \quad [I.65]$$

$$\text{J. Mackowiak (91)} \quad h_{op} = \frac{\mu_l^{1/6} (u_l \alpha_p)^{1/2}}{12 e \rho_l^{1/6}} \quad [I.66]$$

$$\text{P. Suess y L. Spiegel (92)} \quad h_{op} = A \alpha_p^{0.83} u_l^{0.37} \mu_l^{0.25} = C \alpha_p^{0.83} u_l^x \left(\frac{\mu_l}{\mu_w} \right)^{0.25} \quad [I.67]$$

Como se ve hay diferencias en todas las variables influyentes: el exponente de la velocidad está entre 1/2 y 1/3, el de la viscosidad cinemática o dinámica entre 1/6 y 1/3 y el de la superficie específica del relleno entre 1/2 y 0,83.

I.3.3.2.- Modelo de Billet y Schultes.

El modelo de Billet y Schultes (58,93) trata de ser aplicable al flujo en contracorriente de dos fases líquido-gas, a través de una columna de relleno; así que serviría para rectificación, absorción y desorción. Se ha definido para rellenos al azar y presenta dos características específicas: extenderse hasta flujos más allá del punto de carga y considerar los cambios en interfase por efectos de tensión superficial.

Para las resistencias de las fases se proponen coeficientes volumétricos de transferencia de materia. En ellos se incluye la retención:

$$AUT = \frac{u_v}{(k_v \alpha_e)} + \left(\frac{m}{\left(\frac{L}{V} \right)} \right) \frac{u_l}{(k_l \alpha_d)} \quad [I.68]$$

$$k_v a_e = c_v \frac{1}{\sqrt{e - h_l}} \left(\frac{a^3}{d_h} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{u_v}{a v_v} \right)^{\frac{3}{4}} \left(\frac{v_v}{D_v} \right)^{\frac{1}{3}} \left(\frac{a_e}{a} \right) \quad [I.69]$$

$$k_l a_e = c_l \left(12^{\frac{1}{6}} a \right) \left(\frac{u_l}{h_l} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{D_l}{d_h} \right) \left(\frac{a_e}{a} \right) \quad [I.70]$$

c_v y c_l toman valores específicos para los distintos rellenos. El diámetro hidráulico, d_h , puede convertirse en una forma de la superficie específica, a ($d_h=4 \cdot e/a$), dejando una sola variable geométrica en las ecuaciones, la retención. Para la retención Billet y Schultes proponen la siguiente ecuación:

$$h_l = \left(12 \frac{\mu_l u_l a^2}{\rho_l g} \right)^{\frac{1}{3}} \text{ si } u_v \leq (u_v)_{\text{punto de carga}} \quad [I.71]$$

En el punto de inundación:

$$(h_l)_{in}^3 [3 (h_l)_{in} - e] = \frac{6}{9} a^2 e \frac{\mu_l L}{\rho_l V} \frac{\rho_v}{\rho_l} (u_v)_{\text{punto inundación}} \quad [I.72]$$

o también emplean gráficas experimentales, específicas de determinados sistemas y condiciones de operación como la que se muestra a continuación (93):

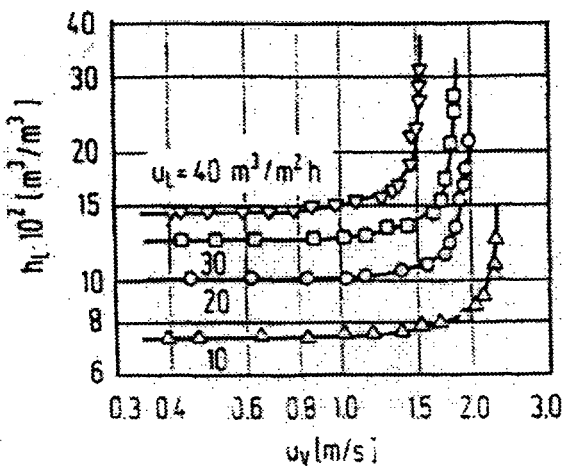


Fig. I.13: Retención líquida para el sistema aire/agua con un relleno Glitsch a 1 bar y 20°C.

Como puede observarse, no existe prácticamente dependencia de la retención con la velocidad del vapor hasta llegar a las proximidades del punto de carga, donde se produce un incremento de pendiente que pasa a ser, como es natural, muchísimo más acusado al acercarse al punto de inundación.

En cuanto a la fracción efectiva es claramente diferente a la de Rocha, Bravo y Fair en lo referente a la influencia de los números de Weber y Froude:

$$f_e = \frac{a_e}{a} = 1,5 \frac{1}{\sqrt{a} d_h} Re_l^{-0,2} We_l^{0,75} Fr^{-0,45} = 0,75 \frac{1}{\sqrt{e}} \frac{We_l^{0,75}}{Re_l^{0,2} Fr^{0,45}} \quad [I.73]$$

La ecuación sería válida para sistemas en los que la tensión superficial permaneciera aproximadamente constante durante la transferencia de materia o se incrementara al disminuir la concentración del volátil. Pero en caso de que éste sea de tensión superficial significativamente mayor, el sistema se hace superficialmente negativo y se reduce la interfase:

$$(f_e)_{\text{sistema negativo}} = (f_e)_{\text{ecuación I.69}} \left(1 - 2,4 \cdot 10^{-4} \sqrt{Ma_l} \right) \quad [I.74]$$

donde Ma_l es el módulo de Marangoni:

$$Ma_l = \frac{\Delta x}{D_l \mu_l a} \left(\frac{\partial \sigma}{\partial x} \right) \quad [I.75]$$

Para calcularlo habría que contar con la función $\sigma = f(x)$, lo que es relativamente sencillo. Y con Δx , la diferencia en fracción molar entre el seno del líquido y la interfase, generalmente desconocida. Billet y Schultes lo obtienen así:

$$Ma_l = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial x} \right) \frac{x - x^*}{D_l \mu_l a} \frac{AUT_l}{AUT_{\text{global respecto al líquido}}} = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial x} \right) \frac{x - x^*}{D_l \mu_l a} \left(1 - \frac{AUT_l}{AUT_{\text{global respecto al vapor}}} \right) \quad [I.76]$$

como:

$$\frac{AUT_l}{AUT} = \frac{x}{1+x} ; \quad x = \frac{c_v}{c_l} m \frac{M_l}{M_v} \frac{\rho_v}{\rho_l} \frac{v_l^{\frac{1}{6}} D_v^{\frac{2}{3}} a^{\frac{1}{12}}}{v_v^{\frac{5}{12}} D_l^{\frac{1}{2}} g^{\frac{1}{6}} \sqrt{e-h_l}} \frac{1}{u_l^{\frac{1}{3}}} \frac{u_v^{\frac{3}{4}}}{u_l^{\frac{1}{3}}} \quad [I.77]$$

Puede verse una comparación de la estimación de eficacia para el sistema Clorobenceno-Etilbenceno rectificado a vacío y los resultados experimentales (93):

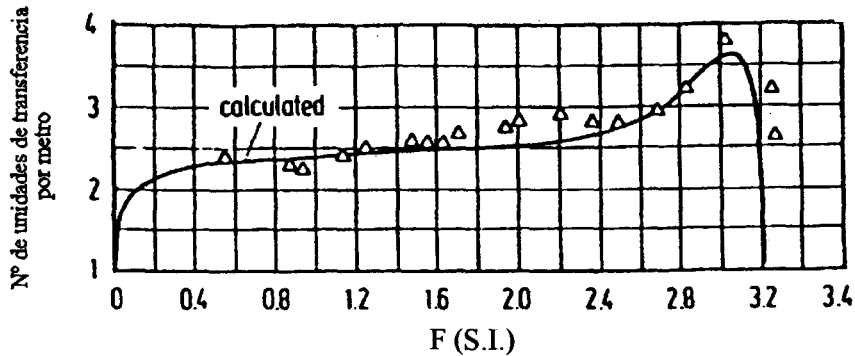


Fig. I.14: Comparación de la eficacia estimada y la experimental para el sistema Clorobenceno-Etilbenceno en una columna de anillos Hiflow de plástico de 25 mm a una $P = 67$ mbar.

Como se ve existe un excelente ajuste, pero no conviene magnificar este resultado. En realidad la solución es muy específica, ya que se introducen dos factores empíricos (c_v y c_l) a definir para cada relleno. Los valores de dichos parámetros para algunos rellenos pueden observarse en las tablas I.8 y I.9.

Además, como se ha dicho, esa no es la forma que se da normalmente con rellenos estructurados. Lo normal es que la eficacia del relleno estructurado disminuya cuando F aumente (probablemente porque este aumento de flujo no vaya acompañado de un aumento de interfase suficientemente significativo). En la tabla, sin embargo, se incluyen datos de dos rellenos estructurados a los que pueden atribuirse un comportamiento radicalmente distinto: Ralu pack y Montz.

Tabla 1.8: Datos característicos de rellenos al azar y valores de c_L y c_V para la ec. 1.75 (58).

Dumped packing	Material	Size	N [1/m ³]	a [m ² /m ³]	E [m ³ /m ³]	C_L	C_V	
	Metal	50 mm *	6242	112.6	0.951	1.192	0.410	
		38 mm	15772	149.6	0.952	1.227	0.341	
		35 mm *	19517	139.4	0.965	1.012		
		25 mm *	53900	223.5	0.954	1.440	0.336	
Pall rings	Plastic	50 mm *	6765	111.1	0.919	1.239	0.368	
		35 mm *	17000	151.1	0.906	0.856	0.380	
		25 mm *	52300	225.0	0.887	0.905	0.446	
	Ceramic	50 mm *	6215	116.5	0.783	1.227	0.415	
Ralu rings	Plastic	50 mm	5770	95.2	0.938	1.520	0.303	
		50 mm, hydr.	5720	95.2	0.939	1.481	0.341	
NOR PAC rings	Plastic	50 mm	7330	86.8	0.947	1.080	0.322	
		35 mm *	17450	141.8	0.944	0.756	0.425	
		25 mm, type A	52356	211.0	0.951	0.862		
		25 mm, type B	50000	202.0	0.953	0.883	0.366	
		25 mm, type C	47619	192.0	0.922	0.888		
		25 mm, 10 webs *	48920	197.9	0.920	0.976	0.410	
		Metal	50 mm	5000	92.3	0.977	1.168	0.408
		25 mm *	40790	202.9	0.962	1.641	0.402	
Hiflow rings	Plastic	50 mm *	6815	117.1	0.925	1.487	0.345	
		50 mm, hydr. *	6890	118.4	0.925	1.553	0.369	
		25 mm *	46100	194.5	0.918	1.577	0.390	
	Ceramic	50 mm	5120	89.7	0.809	1.377	0.379	
		38 mm	13241	111.8	0.788	1.659	0.464	
		20 mm, 4 webs	110741	261.2	0.779	1.744	0.465	
Hiflow rings; Super	Plastic	50 mm	6050	82.0	0.942	1.219	0.342	
TOP-Pac rings	Aluminium	50 mm	6871	105.5	0.956	1.326	0.389	
Raschig rings	Ceramic	50 mm	5990	95.0	0.830	1.416	0.210	
		38 mm	13275	118.0	0.680	1.536	0.230	
		25 mm *	47700	190.0	0.680	1.361	0.412	
		15 mm *	189091	312.0	0.690	1.276	0.401	
		13 mm	378000	370.0	0.640	1.367	0.265	
		10 mm	672000	440.0	0.650	1.303	0.272	
		Carbon	8 mm	1261000	550.0	0.650	1.210	
			6 mm	3022936	771.9	0.620	1.130	
			25 mm	50599	202.2	0.720	1.379	0.471
			13 mm	378000	370.0	0.640	1.419	
VSP rings	Metal	50 mm, no. 2	7841	104.6	0.980	1.222	0.420	
		25 mm, no. 1	33434	199.6	0.975	1.376	0.405	
Envi Pac rings	Plastic	80 mm, no. 3	2000	60.0	0.955	1.603	0.257	
		60 mm, no. 2	6800	98.4	0.961	1.522	0.296	
		32 mm, no. 1	53000	138.9	0.936	1.517	0.459	
Bialecki rings	Metal	50 mm *	6278	121.0	0.966	1.721	0.302	
		35 mm *	18200	155.0	0.967	1.412	0.390	
		25 mm *	48533	210.0	0.956	1.461	0.331	
		25 mm	436096	419.5	0.901	1.431	0.288	
Tellerettes	Plastic	50 mm	3900	100.0	0.972	1.798		
Spheres	Glass	25 mm	37037	190.0	0.930	0.899		
		13 mm	66664	134.5	0.430	1.335		
		13 mm	561877	282.2	0.400	1.364		
Berl saddles	Ceramic	38 mm	24928	164.0	0.700	1.568	0.244	
		25 mm	80080	260.0	0.680	1.246	0.387	
		13 mm	691505	545.0	0.650	1.364	0.232	
Intalox saddles	Ceramic	13 mm	730000	625.0	0.780	1.677	0.488	

Tabla 1.9: Datos característicos de rellenos ordenados y valores de c_l y c_v para la ec. I.75.

Regular packing	Material	Size	N [1/m ³]	a [m ² /m ³]	E [m ³ /m ³]	C_L [-]	C_V [-]
Pall rings	Ceramic	50 mm	7502	155.2	0.754	1.278	0.333
HiFlow rings	Plastic	50 mm	7640	131.3	0.916	1.374	
		50 mm, hydr.	8150	140.1	0.911	1.437	
Blalceki rings	Metal	35 mm	20736	176.6	0.945	1.405	0.377
Ralu pack	Metal	YC-250*		250.0	0.945	1.334	0.385
	Metal	250		250.0	0.975	0.983	0.270
Impulse packing	Ceramic	50		55.0	0.806	0.939	
		100		91.4	0.838	1.317	0.327
		100, n		102.7	0.816	1.170	0.383
Montz packing	Metal	B1 - 200		200.0	0.979	0.971	0.390
		B1 - 300		300.0	0.930	1.165	0.422
Montz packing	Plastic	C1 - 200		200.0	0.954	1.006	0.412
		C2 - 200		200.0	0.900	0.739	
Euroform	Plastic	PN-110		110.0	0.936	0.973	0.167

* * *

Olujic (61) ha señalado que la predicción de la transferencia de materia en los modelos anteriores y en alguno más que puede mencionarse (como el propuesto por Stilchmair, Bravo y Fair (94)) no es suficientemente conservativa, ya que se supone la existencia de flujo pistón en las fases. Además se ignoran diversos efectos impuestos por la geometría del relleno que pueden influir claramente sobre la eficacia, alejándola del cálculo para flujo ideal. En concreto se señala que la inclinación de la corrugación es una variable no bien incluida en los modelos y, lo que es más significativo, que las correlaciones de área interfacial dan resultados claramente no realistas para bajas cargas de vapor. En efecto, para flujo bajo las áreas interfaciales calculadas pueden ser de sólo el 50% de la nominal del relleno, lo que en la práctica sólo podría explicarse con una mala distribución del líquido muy severa.

I.3.3.3.- Modelo de Delft.

En consecuencia Olujic, De Graauw y otros (61,95,96,97) han sugerido un modelo mecanístico para predecir la hidráulica y la separación en columnas de rellenos estructurados de láminas. Aspectos significativos son los siguientes:

- Se mantiene la expresión para el coeficiente de transferencia de materia en

la fase líquida propuesto por Rocha, Bravo y Fair (85):

$$k_l = 2 \sqrt{\frac{D_l u_{le}}{\pi d_h 0,9}} \quad [I.78]$$

- Para el coeficiente de transferencia de materia del vapor se considera un régimen intermedio, de transición. Por tanto:

$$k_G = \sqrt{(k_v)_{lam}^2 + (k_v)_{turb}^2} \quad [I.79]$$

$$(k_v)_{\substack{\text{laminar} \\ \text{turbulento}}} = \frac{Sh_v D_v}{d_{h_v}} \quad [I.80]$$

Las diferencias $(k_v)_{\text{laminar}}$ y $(k_v)_{\text{turbulento}}$ se deducen de los correspondientes números de Sherwood:

$$(Sh_v)_{\text{laminar}} = 0,664 \left(Re_v \frac{d_{h_v}}{l} \right) Sc_v^{\frac{1}{3}} \quad [I.81]$$

$$(Sh_v)_{\text{turbulento}} = \frac{Re_v Sc_v \frac{f}{8}}{1 + 12,7 \left(Sc_v^{\frac{2}{3}} - 1 \right) \sqrt{\frac{f}{8}}} \left[1 + \left(\frac{d_h}{l} \right)^{\frac{2}{3}} \right] \quad [I.82]$$

-Para la interfase efectiva se utiliza el modelo de distribución líquida de los autores:

$$\frac{a_e}{a} = \frac{1 - \Omega}{1 + \frac{A}{u_l^B}} \quad [I.83]$$

donde:

Ω : fracción hueca de la superficie de la lámina.

A,B: constantes que dependen del tipo y tamaño del relleno.

Para contrastar esta aproximación se han utilizado los resultados

experimentales del sistema Ciclohexano-n-Heptano. En cuanto a la fracción efectiva del relleno:

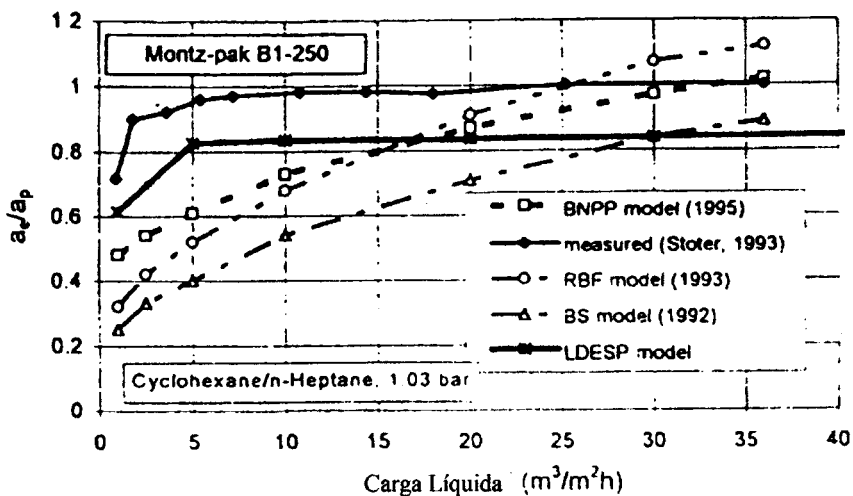


Fig I.15: Porcentaje de superficie efectiva según varios métodos: BNPP- Brunazzi, Nardini, Paglianti, Petraraca; RBF- Rocha, Bravo, Fair; BS- Billet, Schultes; LDESP- Delft.

En cuanto a la eficacia:

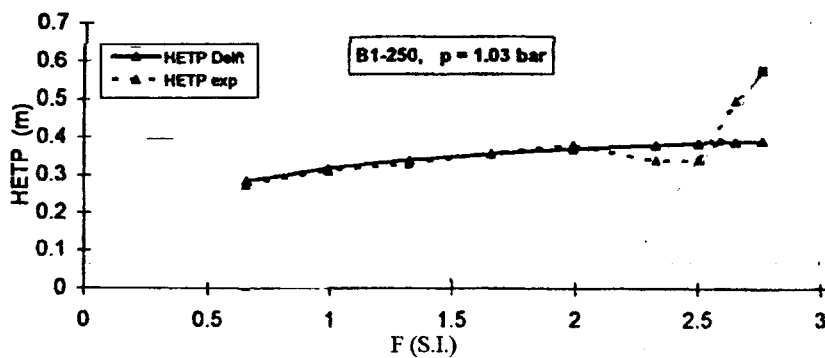


Fig I.16: Valores de AEPT experimentales y calculados para el sistema Ciclohexano-n-Heptano a reflujo total, D = 0,43 m y Z = 3,2 m.

El modelo de Delft ha servido de base para un programa de simulación que tiene en cuenta la distribución espacial del líquido en el lecho a la escala del diámetro hidráulico del canal: las células discretas en las que se descompone serían del orden de 15x15x12 mm. El algoritmo para este modelo LDESP puede verse en (61).

I.4.- POSIBILIDADES DEL CAMBIO DE ESCALA

Al cambiar el tamaño de un equipo de rectificación los factores implicados en el diseño (pérdida de presión, capacidad, elementos internos distintos al relleno, eficacia de éste) no tienen por qué cambiar de manera análoga, aunque haya una obvia interrelación entre ellos. Nos referiremos únicamente al cambio de escala para la eficacia del relleno.

Dada la altísima madurez tecnológica que tiene atribuida la destilación, su cambio de escala debiera ser sencillo y fiable, al menos en relación con otras operaciones. Fair confía en un cambio de escala con rellenos usuales, de características geométricas conocidas, y equilibrio líquido-vapor disponible (98).

El conocimiento de la geometría del relleno es desde luego básico, pero pocas dificultades habrá en tener la superficie específica nominal del relleno, su porosidad o, en el caso de rellenos estructurados, otras variables (como la longitud de la corrugación). Más problemas pudiera haber con el conocimiento termodinámico de las mezclas a separar. Cabe, desde luego, una estimación del equilibrio líquido-vapor, y con más confianza que para los otros equilibrios entre fases. Sin embargo, los resultados pueden no ser suficientemente buenos para mezclas multicomponentes, y tal vez se precise una información empírica sobre el comportamiento del sistema.

Con sistemas complejos de equilibrio líquido-vapor desconocidos se recomienda el uso de una columna de laboratorio (con diámetro del orden de una pulgada) para evaluar la separación y soslayar la engorrosa determinación del equilibrio. Se determinaría el número de platos teóricos o unidades de transferencia del equipo con una mezcla conocida, usualmente una mezcla patrón de carácter similar a la del problema. La separación conseguida al destilar esta en la columna se atribuiría al número de etapas definidas con el sistema patrón, lo que permitiría definir una volatilidad relativa aparente (empleando, por ejemplo, la ecuación de Fenske si se ha operado a reflujo total) que puede ser utilizada para el diseño de otras separaciones con la mezcla problema. Ya se ve que el procedimiento se basa en suponer una eficacia similar para sistemas similares, lo que podría conducir a considerar qué se entiende por sistemas similares en relación con la eficacia de un

relleno. En cualquier caso no estamos hablando ahora de un cambio de escala, sino de una determinación indirecta del equilibrio líquido-vapor.

* * *

Realmente no se concede un gran papel a los equipos de laboratorio en el escalado. Pero dado que la reducción de tamaño de los equipos implica una reducción de costes y un aumento de la flexibilidad y rapidez en la obtención de la información, es muy importante establecer las dimensiones mínimas a partir de las cuales el cambio de escala puede hacerse con confianza.

En rectificación, podría considerarse fiable un cambio de escala cuando sus resultados no estén afectados de un error mayor del 10-15%. Ese es el porcentaje de incremento en AEPT que se aconseja para calcular la altura de una columna convencional a partir de una piloto, aceptando la idea de la menor eficacia de los equipos mayores. Otra regla de este carácter es incrementar la AEPT en 15-30 cm y si la rectificación es a vacío aún más.

El tamaño mínimo que ha de tener un equipo para que puedan extrapolarse los resultados en él es una cuestión abierta. En (61) Olujic considera planta piloto una con diámetro menor de 50 cm, pero para los factores hidrodinámicos aconseja un diámetro de al menos 40 cm. Para el escalado de la eficacia Wu y Chen (99) indican que las columnas piloto deben tener al menos 6 pulgadas de diámetro si se quiere asegurar el diseño y la operación correcta. Billet (100) reduce aún más el tamaño mínimo, al considerar planta piloto (o semipiloto; en cualquier caso capaz de suministrar datos de partida para el escalado) a una de 10 cm de diámetro y 1 m de altura, con relleno de malla al azar de 3 x 3 mm. Se ha llegado a aceptar un diámetro de 5 cm como base para el cambio de escala (101), aunque algunos datos de la casa Sulzer lo que muestran es que la AEPT para el BX y Mellapak no varía para diámetros entre 0,2 y 1 m y alturas de columna entre 1,5 y 6,5 m (102). En el otro extremo estaría la opinión de Kister, según la cual el cambio de escala para columnas de relleno es factible siempre que se mantenga la distribución que las fases tienen en ellas. Pero como piensa que esa similitud es inalcanzable en la práctica concluye que el escalado es un proceso incierto. Según Kister, lo único que

cabe al hacerlo es limitar sus riesgos, para lo que da unas normas (44):

- Usar el mismo tipo y tamaño de relleno en la escala piloto y en la comercial.
- Usar una columna piloto de al menos 1 pie de diámetro.
- Emplear una relación D/d de al menos 10.
- En los distribuidores de la columna piloto se ha de emplear el mismo número de puntos de goteo por unidad de área que en la escala comercial y asegurarse que la distribución líquida en la pared de la columna es semejante en ambas escalas.
- Colocar el relleno en la escala piloto usando la misma técnica que se emplea en la escala comercial.
- Usar un lecho como mínimo de 5 pies de alto y preferiblemente de más de 10 pies en la escala piloto.
- Caracterizar la columna a escala piloto a todos los intervalos posibles de carga de líquido y vapor, empleando como base para el cambio de escala la mayor de las AEPT obtenidas.
- En caso de que se produzcan efectos de bajo mojado el cambio de escala puede ser poco fiable.
- Cuando son probables efectos de bajo mojado, las pruebas a escala piloto han de realizarse en el intervalo de composición esperado a escala comercial. Por otro lado, se han de emplear los mismos materiales y tratamientos superficiales en los rellenos de ambas escalas.
- Comparar la AEPT a escala piloto bajo condiciones de preinundación con la eficacia a gran escala medida en condiciones de no-preinundación.
- Asegurarse que los rellenos plásticos han sido adecuadamente tratados a escala piloto.

La opinión más extendida es, sin embargo, que a partir de un tamaño de 15 cm según unos o 40 cm según otros, el cambio de escala puede ser directo y que por debajo de él, en la escala de laboratorio, el escalado resulta cuestionable. Discutiremos a continuación cómo puede llevarse a cabo lo primero y qué es lo que hace discutible lo segundo.

1.4.1.- Escalado a partir de planta piloto.

En (99) y (100) pueden verse dos diferentes, aunque complementarias, aproximaciones al escalado desde una planta piloto a una convencional. Podemos hacer la siguiente síntesis sobre los métodos de escalado, según la información de que se disponga:

- Se tienen datos de eficacia a nivel de planta piloto para la misma mezcla que se va a rectificar a gran escala. Ese es, precisamente, uno de los atractivos que Wu y Chen (99) ven en las plantas piloto: la verificación de los procesos de separación y la obtención de parámetros de diseño que sean directamente extrapolables a la escala comercial, una prueba empírica del relleno elegido para la separación. Pues bien se afirma que con esa información el escalado es directo. Expresiones, en principio para rellenos al azar, que pueden emplearse son:

- Kafarov (103). La aplicación de su ecuación requiere que la separación en ambas escalas sea equivalente, lo que ocurriría trabajando a carga óptima.

$$Z_{ind} = Z_{pil} \left(\frac{a_{pil}}{a_{ind}} \right)^{1,3} \left(\frac{e_{ind}}{e_{pil}} \right) \quad [I.84]$$

- O la más complicada de Billet (100).

$$Z_{ind} = 1 + (Z_{pil} - 1) \frac{10 + d_{ind}}{10 + d_{pil}} + \xi_{ind} \frac{1 - \frac{\xi_{ind}}{\xi_{pil}}}{\frac{\xi_{ind}}{\xi_{pil}}} \frac{10 + d_{ind}}{923} \quad (d \text{ en mm}) \quad [I.85]$$

siendo ξ un factor de flujo:

$$\xi = \frac{2g}{u_v^2 \rho_v} \left(\frac{\Delta P}{Z} \right) d \quad \begin{array}{l} \Delta P \text{ en mm de agua} \\ d \text{ en m} \\ \rho_v \text{ en } \frac{Kg}{m^3} \end{array} \quad [I.86]$$

- Billet da expresiones concretas para el número de platos teóricos, N , en anillos Rasching en función de la altura del equipo y el tamaño del relleno, lo que

naturalmente serviría para el cambio de escala si la similitud queda asegurada:

$$\begin{aligned} & \cdot \text{Para anillos Rasching de } d \geq 10 \text{ mm} \\ & \text{en columnas de } D \geq 10 \text{ cm} \end{aligned} \quad \frac{N/Z}{\xi} = 0,13 \quad [I.87]$$

$$Z = 1 + (N - 0,13 Z) \left| \frac{0,010 + d}{0,120} \right| \quad [I.88]$$

· Para anillos cerámicos:

$$Z = 4,2 N \left(\frac{d \mu_l}{L'} \right) \quad \begin{array}{l} d \text{ en mm} \\ \mu_l \text{ en cP} \\ L' \text{ en } \frac{\text{Kg}}{\text{m}^2 \text{ h}} \end{array} \quad [I.89]$$

Se entiende que el escalado ha de hacerse cumpliendo algunas condiciones para mantener la similitud:

- Características similares en ambas escalas en cuanto a flujo (situación de óptima carga en Kafarov).
 - Inexistencia del efecto de pared.
 - Lecho suficientemente corto como para que no exista pérdida de eficacia.
- Según Ju (104) la AEPT es proporcional a la altura del lecho, por lo que se aconseja no pasar de una determinada altura.

Como se ve todas las exigencias son hidrodinámicas, y en principio, fáciles de conseguir: lechos fraccionados de 60 cm máximo; trabajo en las cercanías del óptimo; eliminación de un efecto indeseable, el de pared. Al respecto Wu y Chen indican que no hay que preocuparse por él en los rellenos estructurados, "dada el alta área efectiva".

Aún con tanta condición Wu y Chen no proponen un escalado directo completo, ya que debido a otros efectos de escalado que no concretan aconsejan aumentar Z en un 10-15%.

- Si no se cuenta con la información del mismo sistema a escala piloto cabe un diseño preliminar mediante un sistema de referencia (para Wu y Chen el orto-xileno-para-xileno): se ven las propiedades físicas de la mezcla problema y se comparan con las del o/p xileno.

· Si son similares a las del sistema de referencia se utiliza directamente la AEPT obtenida por éste. El procedimiento se avala con un comentario de Frank (105), según el cual AEPT es razonablemente constante para sistemas acuosos y orgánicos.

· Si son diferentes se aconseja aplicar la ecuación de Bolles y Fair (106) para rellenos al azar y la de Bravo, Rocha y Fair (86) para rellenos estructurados, de manera que se defina la influencia de las propiedades físicas. De la comparación de éstas y de la AEPT del o/p xileno se deduce la AEPT de la mezcla problema. En resumen, se resuelven las correlaciones con el o/p xileno y se aplican las soluciones a la mezcla a rectificar, lo que parece una complicación innecesaria de la aplicación directa de las ecuaciones, que podrían estar previamente contrastadas, con el o/p xileno o con otros sistemas.

Claro es que esto implica aceptar los postulados de esos modelos. Y señaladamente el supuesto para destilación de una resistencia vapor preponderante y , por tanto, una altura de la unidad de transferencia virtualmente igual a la de la fase vapor.

· Wu y Chen llegan a manejar eficacias de plato para establecer la relación de AEPT:

$$AEPT_X = AEPT_{o/p \text{ xileno}} \frac{(E_0)_{o/p \text{ xileno}}}{(E_0)_X} \quad [I.90]$$

siendo E_0 la eficacia global de la columna.

El cumplimiento de esas condiciones para asegurar unos datos de eficacia de planta piloto susceptibles de escalado parece fácil de conseguir, de manera que podrían fijarse como criterio básico. Se tendrían en cuenta sólo los datos que se hubieran obtenido en experimentaciones que las cumplieran, en la forma siguiente:

- Puesto que no siempre se da en la práctica la forma característica de variación de eficacia de los rellenos al azar (Fig I.6) podría haber problemas para definir la condición óptima de operación, al no presentarse un mínimo de AEPT. Pero siempre cabe definir la función $AEPT_{\text{piloto}} = f(F)$ y hacer el escalado para el mismo porcentaje de inundación en ambas escalas.

- El efecto pared y la influencia de la altura del relleno están relacionados con la distribución del líquido, y por tanto, con la interfase líquido-vapor en el lecho. Dada la complejidad del flujo de las fases y sus consecuencias sobre la transferencia de materia, parece inalcanzable un cómputo exacto de esa distribución desde el punto de vista de la eficacia, especialmente en los rellenos al azar. La experiencia ha demostrado que la mala distribución del líquido, que conlleva una pérdida de eficacia, aumenta con el aumento de la altura de la columna y la relación entre el diámetro del relleno y de la columna (d/D). Por consideraciones puramente empíricas se ha estimado que:

- El flujo líquido puede considerarse regular, sin efecto pared, para $D/d \geq 30$ en rellenos de primera generación (anillos Rasching) y para $D/d \geq 10$ en los más modernos.

- La distribución del líquido es mucho más regular para rellenos estructurados que para rellenos al azar. Los estructurados presentan una alta velocidad de mezclado radial, estableciéndose rápidamente el equilibrio entre el cuerpo principal de la columna y la zona de la pared. Las canalizaciones son pequeñas (107).

- Es claro que las columna más cortas son menos proclives a la irregularidad del flujo que las largas. Para escala industrial se ha apuntado una altura máxima de 20-30 ft (6-9 m).

* * *

Si se analizan los datos experimentales de eficacia para plantas piloto cabe dudar que la base para el escalado a partir de esta escala sea muy sólida, aún más para rellenos estructurados. Las formas que se encuentran para la función $AEPT = f(F)$ son de todo tipo (44), como puede observarse en las figuras I.17 y I.18, y no sólo por la variación del tipo de relleno o del sistema.

¿Cómo puede explicarse una forma diferente de la función para un mismo sistema y geometría del relleno, con la única variación del tamaño?. Y eso aún con rellenos estructurados. Como fuere, la conclusión es que el escalado a partir de la escala piloto no es tan seguro como con frecuencia se acepta. Parece que definir el funcionamiento de una columna comercial a partir del que tiene una columna piloto

empleando similitudes geométricas es insuficiente, porque el cambio de tamaño no va acompañado de un sencillo cambio de eficacia. La cuestión es, como de costumbre, llegar a un óptimo entre dificultad de los modelos a aplicar y adecuación de éstos a la realidad. En todo caso el soporte empírico ha de ser muy amplio, dada las variaciones que se encuentran en planta piloto y la evolución continua de los rellenos comerciales. Esto hace aún más atractiva la posibilidad de comenzar el escalado en equipos con dimensiones reducidas.

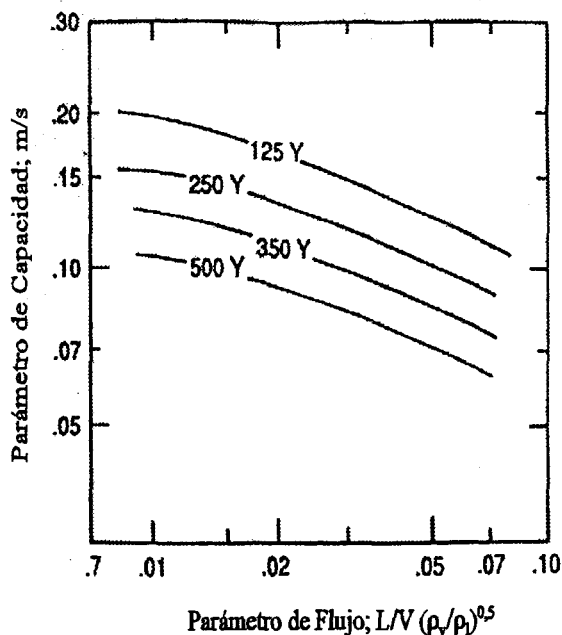
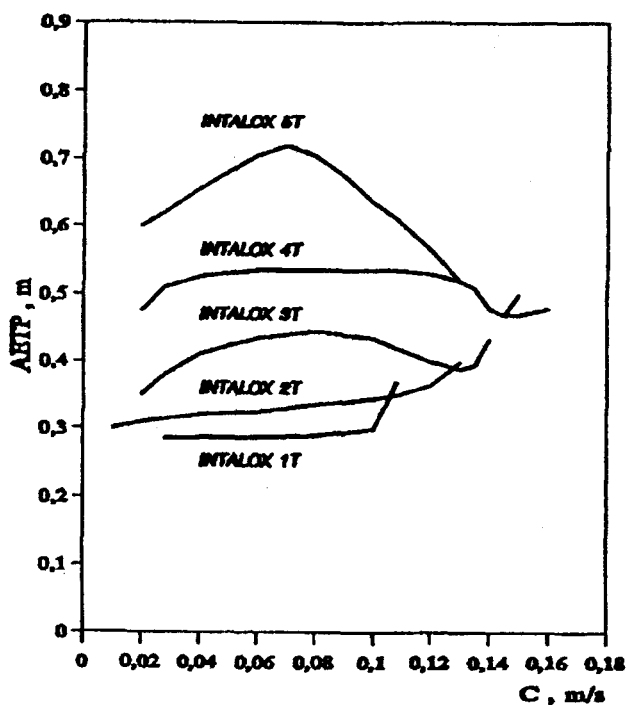


Fig I.17 y I.18: Dos ejemplos de la diversidad de variaciones de la AEPT con los factores de flujo para distintos modelos de dos rellenos de láminas corrugadas como el Intalox (108) y el Mellapak respectivamente (109).

I.4.2.- Escalado en equipos de laboratorio.

Ya se ha comentado que el cambio de escala a partir de equipos de laboratorio cuenta con escaso crédito. No obstante existe una excepción notable: la utilización de la columna Oldershaw, una de platos perforados de laboratorio, para estimar la eficacia de columnas de platos mucho mayores (110). No se trata realmente de una extrapolación de los datos conseguidos en la escala menor, sino que hay una sorprendente coincidencia entre la eficacia global de la columna

Oldershaw y la eficacia de punto de una columna comercial en la que se rectifica el mismo sistema:

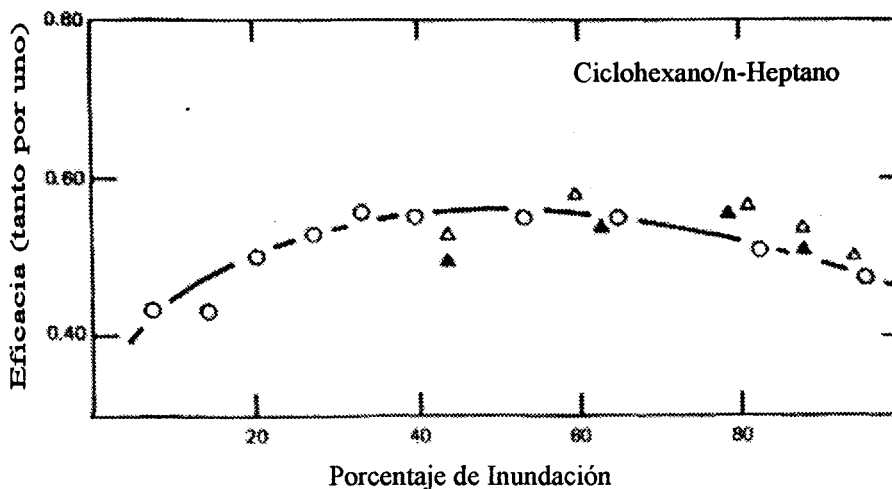


Fig I.19: Eficacia de una columna Oldershaw (○) de 25 mm de diámetro comparada con la eficacia de punto de una columna industrial (▲,Δ) de 1,2 m de diámetro.

Es decir, contando con la variación de la AEPT en función del porcentaje de inundación para la Oldershaw basta indicar el tanto por ciento de inundación al que va a operar la columna grande para tener un dato de eficacia.

Los buenos resultados de este escalado se han atribuido a una serie afortunada de circunstancias, por lo que no cabría una generalización. Se aconseja un manejo prudente de la similitud, ya que las estimaciones pueden empeorar mucho con el cambio de las variables geométricas del equipo comercial, como el espaciado entre platos o la altura de la represa (63).

La complejidad geométrica de las columnas de relleno es mucho menor que la de las columnas de platos, pero eso no implica que el escalado se simplifique o se resuelva mejor. Billet (100) encuentra un flujo muy diferente en la escala de laboratorio (que desarrolla en una teoría del flujo para pequeños rellenos al azar), por lo que concluye que existe una circulación del líquido en película que no se encontraría en rellenos mayores. Una consecuencia esencial de esa diferencia en el flujo es la diferente variación de la eficacia con él en ambas escalas. En efecto, presenta datos de rellenos de laboratorio en los que la función $AEPT = f(F)$ no tiene la característica forma de silla que ha encontrado en grandes rellenos al azar.

La cuestión podría plantearse así: existe una tendencia a la no uniformidad del flujo de las fases en la columna de relleno cuyo relieve depende de la escala, aumentando con el tamaño del relleno. El escalado sólo será factible si se cuantifica de alguna forma la irregularidad del flujo, su *mala distribución*. Billet establece una escala para "n", mala distribución, entre 0 y 1 y define un grado de separación, η , en la forma:

$$\eta = \frac{\left(\frac{N}{Z}\right)_{n > 0}}{\left(\frac{N}{Z}\right)_{n = 0}} 100 \quad 0 \leq n \leq 1 \quad [I.91]$$

siendo N/Z el número de etapas por unidad de longitud de la columna. De manera que el cambio de escala en columnas de rellenos al azar se haría así:

$$\left(\frac{N}{Z}\right)_{\substack{\text{escala} \\ \text{comercial} \\ (n > 0)}} = \frac{\eta}{100} \left(\frac{N}{Z}\right)_{\substack{\text{laboratorio} \\ (n > 0)}} \quad [I.92]$$

$$\frac{\eta}{100} = \frac{1}{1 + \frac{RR}{1 + RR} \frac{n}{m} \left(n + \frac{2,5}{RR}\right) \frac{4}{15}} \quad ; \quad m = 27 \left(\frac{d}{D}\right)^2 \quad [I.93]$$

Claro que a reflujo total ($RR \rightarrow \infty$) la ecuación se simplifica y la mala distribución se reduce:

$$\eta = \frac{100}{1 + 0,266 \frac{n^2}{m}} \sim \frac{100}{1 + 10^{-3} \left(\frac{n D}{d}\right)^2} \quad [I.94]$$

En cuanto a $(N/Z)_{n=0}$ Billet sugiere:

$$\left(\frac{N}{Z}\right) = \frac{75}{d} \quad d \text{ en mm} \quad [I.95]$$

pero bastaría tomar un valor experimental a escala de laboratorio en el que estuviera asegurado que la mala distribución es inexistente. El problema esencial para aplicar el tratamiento no está ahí sino en la determinación de η .

* * *

Se ha dedicado un esfuerzo importante a caracterizar la mala distribución en lechos de relleno, cosa lógica por lo frecuente que es en las columnas industriales y por lo importante que pueden llegar a ser sus consecuencias (44). Cuando existe mala distribución:

- Se produce una localización preferente de la interfase, con zonas en las que la transferencia es muy pobre o incluso nula.

- En las zonas de pobre irrigación se reduce la relación de reflujo interna de la columna, con el peligro de que se alcancen zonas tenaza (es decir, con corte de las líneas de operación y de equilibrio).

- Lógicamente se incrementa el alejamiento del flujo real del que indicaría el modelo de flujo pistón normalmente asumido para describir el cambio de propiedades del sistema.

El problema de la mala distribución no alcanza de la misma manera a ambas fases, ni las consecuencias son las mismas. De hecho es creencia común que el vapor mantiene una distribución uniforme en el lecho (111) y experiencias con rellenos de láminas corrugadas confirman esta impresión (112), ya que el esparcimiento de un trazador en la corriente gas es función del flujo de éste, no existe alejamiento del flujo pistón ni influencia de la carga de líquido. Además, al contrario que la mala distribución del líquido, la mala distribución del vapor sería reversible (44). Es verdad que el supuesto de distribución uniforme también en la escala pequeña del relleno (es decir, en los pequeños canales, por ejemplo del relleno estructurado) parece una simplificación a la vista de algunos resultados (113, 114, 115), pero no puede considerarse éste un grave problema. De todos modos se

ha propuesto un modelo para la distribución del vapor en rellenos de láminas corrugadas (95).

Así que la mala distribución determinante del comportamiento del lecho relleno es la del líquido. Su caracterización puede hacerse mediante dos aproximaciones complementarias: o considerando la distribución del flujo líquido entre las formas de gota, arroyuelo y lámina (116) o definiendo la distribución espacial del líquido mediante perfiles axiales o radiales (117).

La cuantificación requiere la introducción de parámetros como el coeficiente de esparcimiento del líquido o el factor de mala distribución:

El coeficiente de esparcimiento del líquido, ϑ , tiene carácter similar a un coeficiente de dispersión para dar cuenta del alejamiento del flujo pistón (118):

$$\frac{\partial f}{\partial z} = \vartheta \left(\frac{1}{r} \frac{\partial f}{\partial r} + \frac{\partial^2 f}{\partial r^2} \right) \quad [I.96]$$

f : flujo líquido local por unidad de área ($m^3/s/m^2$), que en principio varia en la dirección radial, r , y en la axial, z .

- El factor de mala distribución, φ , es (119):

$$\varphi = \frac{1}{2} \sum \frac{f_p - f_Q}{\sum f_Q} \quad [I.97]$$

El sumatorio es para todos los puntos de toma de muestra que se tienen en la sección; f_p es el flujo por unidad de área en una zona de la sección y f_Q el flujo medio por unidad de área para toda la sección.

Un dispositivo experimental de los empleados en estas clases de estudios está descrito en (120). Se encuentra que ϑ es función sobre todo del tamaño del relleno, aumentando con él, pero no de la altura del lecho, la naturaleza del líquido o la velocidad de irrigación. En cuanto a φ tampoco cambia con el tipo de líquido o con la altura, pero sí con la velocidad (mayor φ a menor flujo) y con el tamaño del relleno (aumento de φ al incrementarse d). Es claro que la conclusión esencial desde el punto de vista del cambio de escala es que con un aumento del tamaño del relleno se incrementan las posibilidades de mala distribución.

Para cuantificarla se han propuesto dos tipos esenciales de modelos de flujo:

- Modelo de marcha al azar o de flujo natural (107,121): el líquido cae desde cada punto del lecho según una distribución gaussiana. Se aplica una ecuación en la forma de la ley de Fick. Se trata de un modelo sólido pero con el inconveniente de necesitar una gran cantidad de cálculos. Una tacha similar se le puede poner al modelo alternativo de Stichmair y Stemmer (122).

- Modelo de zona-etapa (123,124): se parte de una AEPT básica, inherente al relleno y al sistema, deducible en condiciones experimentales de laboratorio en las que la mala distribución está descartada.

Una tercera opción sería el modelo mecanístico que propone Olujic, considerando el flujo líquido como una combinación de cuatro formas de fluir en los rellenos estructurados de lámina (61): flujo en la pared y flujo en la periferia a través de las perforaciones; flujo en la periferia sobre el canto de la corrugación; y flujos de retorno al relleno. La simulación del flujo observado se hace con una serie de células, la comunicación entre las cuales depende de la forma de fluir. Tomando los caminos para el flujo, las cargas máxima y mínima de líquido y los factores de división de éste puede calcularse la distribución de líquido capa a capa desde la parte superior a la inferior del lecho.

Una cuantificación puramente empírica de la mala distribución ha sido presentada por Moore y Kukovena (125), comprobándose su dependencia de los distribuidores líquidos.

* * *

El problema de la mala distribución parece menos agudo con los rellenos estructurados que con los rellenos al azar, como ya se ha indicado. Se considera que el flujo en aquellos es mucho más regular que en éstos, a cualquier escala (107,124). En consecuencia el equipo de laboratorio de rellenos estructurados es el de mayor tendencia a la distribución regular del líquido y a que la superficie específica efectiva, mojada y nominal del lecho coincidan. Esta es una base excelente para una referencia en el cambio de escala.

Hufton, Bravo y Fair (126) han estudiado la posibilidad de obtener datos de

eficacia para equipos industriales de estructurados a partir de datos empíricos de una columna de laboratorio de 2,5 cm de diámetro con relleno Sulzer BX (rectificación del sistema Clorobenceno-Etilbenceno a 40, 78, 300 y 750 mmHg). El procedimiento de escalado se desarrolla así:

- La AEPT es prácticamente igual a la que se da por la resistencia de la fase vapor, que se considera preponderante.

- La $AEPT_v$ se iguala a la AUT_v , lo que sólo es cierto si las líneas de operación y equilibrio tienen la misma pendiente.

- La $AUT_v = u_v / (k_v a_e)$ se logra utilizando un k_v como el definido en el modelo de Bravo y otros. Es decir, adecuando la correlación de Sherwood y Pigford para columnas de pared mojada:

$$\frac{k_v d_e}{D_v} = 0,0338 \left(\frac{d_e \rho_v (u_{ve} + u_{ke})}{\mu_v} \right)^{0,8} \left(\frac{\mu_v}{D_v \rho_v} \right)^{0,333} \quad [I.98]$$

que se probó para un relleno Sulzer BX con ocho sistemas diferentes y presiones entre 10 y 760 mmHg.

- Para dos escalas diferentes I y II pero a la misma presión y composición (Hufton y colaboradores dicen igual temperatura) y despreciando la velocidad del líquido frente a la del vapor:

$$\frac{[K_v d_e]_I}{[K_v d_e]_{II}} = \left[\frac{(d_e u_{ve})_I}{(d_e u_{ve})_{II}} \right]^{0,8} \quad [I.99]$$

- En cuanto a la AEPT:

$$\frac{AEPT_I}{AEPT_{II}} = \frac{(K_v)_{II} (a_e)_{II} (u_v)_I}{(K_v)_I (a_e)_I (u_v)_{II}} \quad [I.100]$$

- Dado que $u_{ve} = u_v / (e \text{ sen } \theta)$, queda para la transferencia de resultados de la escala laboratorio a la comercial:

$$\frac{AEPT_{com}}{AEPT_{lab}} = \left(\frac{e_{com}}{e_{lab}} \right)^{0,8} \left(\frac{\text{sen}\theta_{com}}{\text{sen}\theta_{lab}} \right)^{0,8} \frac{(a_e)_{lab}}{(a_e)_{com}} \left(\frac{(u d_e)_{com}}{(u d_e)_{lab}} \right)^{0,2} \quad [I.101]$$

Para la aplicación del método se aconseja una columna de laboratorio con diámetro ligeramente mayor al del relleno, y que el lecho no pase de 1 m de altura (en otro caso habría que utilizar redistribuidores, y también tomar muestras entre los lechos, para tener en cuenta la variación de propiedades físicas).

La columna debe operar con un factor F entre 0,8 y 1,0 $(\text{Kg/m})^{1/2}\text{s}^{-1}$, para conseguir un escalado razonable y ligeramente conservativo. En caso de que no se pueda alcanzar, por presentarse la inundación antes, se utilizaría un factor correspondiente al 75% de la inundación.

* * *

El método, que sus autores consideran tentativo, necesitado de un mayor aporte experimental, puede tener dificultades de aplicación si se quiere un cierto rigor en la definición de la relación de interfases efectivas (factor directamente proporcional a la razón de AEPT, además). En efecto, no hay problema en aceptar que en la escala laboratorio a $F = 1,0$ la interfase efectiva y la nominal del relleno coinciden. Pero algo muy distinto es en la escala industrial. La solución de Hufton, Bravo y Fair es aceptar la misma igualdad para rellenos estructurados de malla, e introducir para las láminas corrugadas el factor de descuento definido por Bravo y Fair (87). De manera que el final de la experimentación a escala de laboratorio con relleno de malla serviría para los dos tipos de rellenos estructurados a escala comercial.

I.5.- PLANTEAMIENTO DEL TRABAJO.

De lo anteriormente expuesto puede deducirse que el diseño de columnas de relleno por destilación está menos resuelto de lo que podría a la vista del gran esfuerzo dedicado al problema y el extenso uso de esta forma de separación. Es obvio que mejorar esta situación es difícil. Los fenómenos que suceden en el equipo de rectificación son complejos, con muchas variables interrelacionadas y con influencias nada fáciles de aislar y cuantificar. Y eso aún aceptando la aproximación tradicional, que ignora la superposición de las transferencias de calor y materia y define la separación sólo teniendo en cuenta esta última.

El modelo de etapas de equilibrio o unidades de transferencia con dos resistencias parece una base sólida y sencilla, a la vez que suficientemente aproximada para tratar este problema. Pero en absoluto hace posible una solución teórica. Debe contarse con una información experimental amplia, lo que alarga bastante la consecución de un diseño fiable.

Hay diversos problemas relacionados con los datos empíricos. El primero que la evolución de los rellenos industriales obliga a tratar con sistemas geométricos diferentes, sin que la información obtenida en unos pueda trasvasarse a otros. Una variable tan esencial como la interfase efectiva está íntimamente relacionada, según se ha visto, a la geometría del lecho fijo. Otro problema es que la interpretación de los datos experimentales, relativamente fáciles de lograr, no está libre de incertidumbres. Por un lado, por la dispersión de los datos, aún a nivel de laboratorio. Sin duda en esa escala cabría perfeccionar el equipo para reducir la dispersión (por ejemplo, utilizando columnas totalmente adiabáticas); pero es más que dudoso que convenga esa idealización de las columnas de laboratorio, complicándola y alejándola de la práctica industrial. Por otra parte, por la carencia de una información suficiente sobre las propiedades cinéticas implicadas. Al contrario que la información sobre el equilibrio líquido-vapor, que es abundante y fiable, se encuentran algunas de las variables de las ecuaciones de transporte de materia, como la difusividad, que suelen estimarse con un margen de incertidumbre considerable. Esto es mejorable, pero por el momento hay que contar con esa

limitación.

Dada la dificultad de separar influencias y la necesidad de manejar datos experimentales, esta claro que el método indicado para el diseño de grandes equipos consiste en realizar destilaciones a una escala lo más pequeña posible, para abaratar y facilitar la obtención de unos datos globales. Aquí se plantea otra cuestión, la escala mínima que puede suministrar información para el diseño industrial. Tradicionalmente no se ha tenido ninguna confianza en que la escala de laboratorio pueda servir de punto de partida. Nuestro trabajo se dirige a discutir si esa posibilidad, tan atractiva, existe. Para ello compararemos los datos experimentales de una columna de laboratorio con relleno estructurado de malla con los de plantas piloto con relleno estructurado de malla y de láminas corrugadas y trataremos de decidir:

- Si un relleno de malla da factores de escalado diferentes a uno de láminas.
- Si hay distintos componentes para distintos sistemas, como orgánicos y acuosos.
- Si el comportamiento es independiente de la presión de trabajo.
- Si en ambas escalas el cambio de eficacia, en relación con el flujo y propiedades del sistema tiene el mismo carácter. Y a partir de ahí, ver las deducciones que caben hacer sobre la interfase efectiva y las resistencias en la columna de laboratorio y en la piloto.

En fin, consideraremos si es posible proponer un método para el cambio de escala con rellenos estructurados y si puede definirse una expresión para la eficacia de partida, la del equipo de laboratorio.

I.6.- Bibliografía Capítulo I.

- 1.- C. J. King: Procesos de Separación. Reverté (1980).
- 2.- J.R. Fair: Chem. Eng. Res. Dev. 66, (1988) 363.
- 3.- J. G. Kunesh, H. Z. Kister, M. J. Lockett, J. R. Fair: Chem. Eng. Prog. 91, (1995) 43.
- 4.- J. L. Humprey, A. F. Seibert: Chem. Eng. 12, (1992) 86.
- 5.- F. Lestak, C. Collins: Chem. Eng. Julio (1997) 72.
- 6.- M. Benedict: Chem. Eng. Prog. 63, (1947) 69.
- 7.- H. R. Null: Chem. Eng. Prog. 72, (1976) 58.
- 8.- Mix et al.: Recent Advances in Separation Techniques 22, (1980) 15.
- 9.- R. C. Darton: I. Ch. E. Symp Series 128, (1992) A 385.
- 10.- G. E. Keller: Separations: New Directions for an Old Field. A.I.Ch.E. Monograph Series 83, (1987) nº 17.
- 11.- J. Kaplon, Z. Kawala: Chem. Eng. Sci. 41, (1986) 519.
- 12.- Z. Kawala: I.Ch.E.M.E. Symp. Series 128, (1992) B 195.
- 13.- C. L. Martin, M. Martelli: A. I. Ch. E. National Meeting. Mar-Abr. (1992).
- 14.- V. H. Agreda, L. H. Cartin, W. H. Reise: Ghem Eng. Prog. 86, (1990) 40.
- 15.- J. L. De Garmo, V. N. Paruleker, V. Pinjale: Chem. Eng. Prog. 88.3, (1992) 43.
- 16.- K. Kock, G. K. Gildert, T. Mc Guirk: Chem. Eng. Julio (1997) 78.
- 17.- D. Barbosa, M. F. Doherty: Chem. Eng. Sci. 43, (1998) 529,541,1523,2377.
- 18.- M. F. Doherty, G. Buzard: I. Ch. E. Sym. Ser. 128, (1992) A 51.
- 19.- J. L. Humprey: Chem. Eng. Prog. 91, (1995) 31.
- 20.- J. L. Bravo: Chem. Eng. Prog. 93, (1997) 36.
- 21.- R. F. Strigle: Packed Tower Design and Applications. Gulf Publishes Co. (2^a Ed.) (1994).
- 22.- D. F. Stedman: Trans. Am. Inst. Chem. Eng. 33, (1937) 153.
- 23.- L. B. Bragg: Ind. Eng. Chem. 49, (1967) 1062.
- 24.- L. B. Bragg: Ind. Eng. Chem. 45, (1953) 1676.
- 25.- R. C. Scofield: Chem. Eng. Prog. 46, (1950) 405.
- 26.- M. R. Cannon: Chem. Eng. Prog. 47, (1951) 344.

- 27.- K. T. Chuan, G. X. Chen, M. Rao: *Can. J. Chem. Eng.* 70, (1992) 794.
- 28.- J. R. Fair: "Handbook of Separation Process Technology", Ed. R. W. Rosseau, Cap.5 (1987).
- 29.- R. Billet: *Int. Chem. Eng. Symp. Series* nº 32, (1969) 4:42.
- 30.- R. C. Darton : *Trans. I. Chem. Eng.* 70 (A), (1992) 435.
- 31.- J. M. Coulson, J. F. Richardson: *Ingeniería Química II*. Ed. Reverté S.A. (1988).
- 32.- M. Leva: *Chem. Eng. Symp. Series* 50 (1954) 51.
- 33.- J. S. Eckert: *Chem. Eng. Prog.* 66.3 (1970) 39.
- 34.- R. H. Perry: *Chemical Engineering Handbook* 6ª Ed.; D. Green McGraw Hill (1984).
- 35.- H. Z. Kister, D. R. Grill: *The Chemical Engineer*. Agosto (1992) 57.
- 36.- L. A. Robbins: *Chem. Eng. Prog.* 87.5 (1991) 87.
- 37.- K. J. McNulty, C. L. Hsieh: *A. I. Ch. E. Annual Meeting* (1982).
- 38.- J. L. Bravo, J. A. Rocha, J. R. Fair: *Hydroc. Procesing* 65.3 (1986) 45.
- 39.- J. E. Buchanan: *Ind. Eng. Chem. Fund.* 15 (1986) 87.
- 40.- G. G. Bemer, G. A. Kallis: *J. Trans. Inst. Chem. Eng.* 56 (1978) 200.
- 41.- R. Billet, J. MacKowiak: *Fette Seifen Austrichem.* 86 (1984) 349.
- 42.- J. L. Bravo, J. A. Rocha, J. R. Fair: *I. Chem. Eng. Symp. Series* nº 128 (1992) A 429.
- 43.- J. A. Rocha, J. L. Bravo, J. R. Fair: *Ind. Eng. Chem. Res.* 32 (1993) 641.
- 44.- H. Z. Kister: *Distillation Design*. McGraw Hill (N.Y.) (1992).
- 45.- R. F. Strigle, F. Rukovená: *Chem Eng. Prog.* 75 (1979) 86.
- 46.- M. J. Dolan, R. F. Strigle: *Chem Eng. Prog.* 76.11 (1980) 78.
- 47.- R. Taylor, R. Krishnamurthy: *Multicomponent Mass Transfer*. Wiley, (1993).
- 48.- R. Krishnamurthy, R. Taylor: *A. I. Ch. E. J.* 31³ (1985) 449, 456.
- 49.- J. D. Seider: *Chem. Eng. Prog.* 85.1 (1989) 41.
- 50.- E. L. Cussler: *Diffusion*. Cambridge Un. Press. (1984).
- 51.- K. Onda: H. Takenchi, Y. Koyama: *Chem. Eng. Jap.* 31 (1967) 126.
- 52.- N. Kolev: *Chem. Ing. Tech.* 48 (1976) 1105.
- 53.- M. G. Shi, A. Mersmann: *Ger. Chem. Eng.* 8 (1985) 87.
- 54.- J. B. Zech, A. Mersmann: *Chem. Ing. Tech.* 50 (1978) 549.
- 55.- S. S. Puiranik, A. Vogelpohl: *Chem. Eng. Sci.* 29 (1974) 501.

- 56.- J. R. Bravo, J. L. Fair: Chem. Eng. Prog. 86.1 (1990) 19.
- 57.- M. M. Brito, U. von Stockar, A. Mersmann, P. Bomio, M. Laso: Ind. Eng. Chem. Res. 33 (1994) 647.
- 58.- R. Billet, M. Schultes: Chem. Eng. Tech. 16 (1993) 1.
- 59.- J. A. Rocha, J. L. Bravo, J. R. Fair: Ind. Eng. Chem. Res. 32 (1993) 641.
- 60.- G. Nardini, A. Paglianti, L. Petrarca, E. Viviani: Chem. Eng. Tech. 19 (1996) 20.
- 61.- Z. Olujic: Chem. Biochem. Eng. Q. 11.1 (1997) 31.
- 62.- A. Martín. Tesis de la Universidad de Sevilla (1984).
- 63.- M. J. Lockett. Distillation Tran. Fundamental Cambirdge Un. Press. (1986).
- 64.- D. P. Kurtz, K. J. McNulty, R. D. Morgan: Chem. Eng. Prog. 87.2 (1991) 43.
- 65.- R. Billet: Int. Chem. Eng. Symp. Series nº 32 (1969) 4:42.
- 66.- A. Roselló, A. Martín: A. I. Chem. E. Symp. Series nº 128 (1992) B 121.
- 67.- W. Meier, W. D. Stoecker, B. Weinstein: Cem. Eng. Prog. 73.11 (1977) 71.
- 68.- M. Sakata. Plnt Test Report nº 22. Fractionation Research Inc., Feb. (1972)
- 69.- Separation Column for Destillation and Absortion. Folleto Sulzer e/22.13.06.40-X86.60.
- 70.- K. T. Chuang, A. I. Miller: Can. J. Chem. Eng. 66 (1988) 377.
- 71.- J. J. Gualito, F. J. Cerino, J. C. Cárdenas, J. A. Rocha: Ind. Eng. Chem. Res. 36 (1997) 1747.
- 72.- A. Rosello, A. Martín, J. Cota: Anales de Química 89 (1993) 678.
- 73.- F. J.- Zuiderweg, D. E. Nutter: I. Chem. Eng. Symp. Series 128 (1992) A 481.
- 74.- Catalogo Sulzer. 22.13.06.40-8.88-100 (1988).
- 75.- J. G. Harrison, J. J. France: Chem. Eng. 121 Abril (1989).
- 76.- U. Bühlmann: I. Chem. Eng. Symp. Series 104 (1987) A 115.
- 77.- L. Spiegel, W. Meier: I. Chem. Eng. Symp. Series 104 (1987) A 203.
- 78.- M. Zogg: Chem. Ing. Tech. 45.2 (1973) 67.
- 79.- M. H. de Brito, U. von Stockar, P. I. Bomio: I. Chem. Eng. Symp. Series 128 (1992) B 137.
- 80.- E. Brunazzi, A. Paglianti: Ind. Eng. Chem. Res. 36 (1997) 3792.
- 81.- P. A. Nawrocki, K. T. Chuang: Can. J. Chem. Eng. 74 (1996) 247.
- 82.- A. P. Ponter, P. H. Au-Yenng: Can J. Chem. Eng. 60 (1982) 94.
- 83.- R. Agrawal, D. H. Woodward, K. A. Ludwig, D. L. Bennett: I. Chem. Eng. Symp.

- 83.- R. Agrawal, D. H. Woodward, K. A. Ludwig, D. L. Bennett: I. Chem. Eng. Symp. Series nº 128 (1992) A 125.
- 84.- R. H. Weiland, K. R. Ahlgren, M. Evans: Ind. Eng. Chem. Res. 52 (1993) 1411.
- 85.- J. A. Rocha, J. L. Bravo, J. R. Fair: Ind. Eng. Chem. Res. 35 (1996) 1660.
- 86.- J. L. Bravo, J. A. Rocha, J. R. Fair: Hydrocarbon Proc. 64.1 (1985) 91.
- 87.- J. R. Fair, J. L. Bravo: Inst. Chem. Eng. Symp. Series 128 (1992) A 439.
- 88.- J. L. Bravo, J. A. Rocha, J. R. Fair: I. Chem. Eng. Symp. Series 128 (1992) A 439.
- 89.- J. Uresti-Melendez, J. A. Rocha: Ind. Eng. Chem. Res. 32 (1993) 2247.
- 90.- G. K. Cheng, K. T. Chuang: Hydrocarbon Proc. 68 (1989) 37.
- 91.- J. Mackowiack: Chem. Eng. Proc. 29 (1991) 93.
- 92.- P. Suess, L. Spiegel: Chem. Eng. Proc. 31 (1992) 119.
- 93.- R. Billet, M. Schultes: Chem. Eng. Tech. 18 (1995) 371.
- 94.- J. Stilchmair, J. L. Bravo, J. R. Fair: Gas Separation and Purification 3 (1989) 19.
- 95.- F. Sloter, Z. Olujic, J. De Graauw: The Chem. Eng. J. 53 (1993) 55.
- 96.- Z. Olujic, L. Voogd, H. Poelwijk, J. De Graauw: 7th Mediterranean Congress of Chem. Eng. Barcelona. Nov. (1996) P.2.2.
- 97.- Z. Olujic, A. B. Kamerbeek, J. De Graauw: A. I. Ch. E. Annual Meeting. Chicago Nov. (1996).
- 98.- J. R. Fair: Scale Up of Chemical Processes. Wiley (1985).
- 99.- K. Y. Wu, G. K. Chen: I. Ch. E. Symp. Series 104 (1987) B 225.
- 100.- R. Billet. Distillation Engineering. Chemical Pub. Co. (1979).
- 101.- A. Ruffi, T. Spielmann: Laboratory and Pilot Scale. Distillation. Folleto Sulzer 22.28.06.40.X88.
- 102.-M. Huber, W. Meier: Revista Técnica Sulzer 1/2 (1975).
- 103.- Kafarov: 1^{er} Symp. On Distillation. Institution of Chem. Eng. Brightown (1960).
- 104.- D. P. Ju: Int. Chem. Eng. 25 (1985) 25.
- 105.- O. Frank: Chem. Eng. 84.6 (1977) 111.
- 106.- W. L. Bolles, J. R. Fair: I. Ch. E. Symp. Series (1979) 56.
- 107.- P. J. Hoek, J. A. Wessering, F. J. Zuiderweg: Chem. Eng. Res. Dev. 64 (1986) 431.

-
- 108.- F. Rukovena, T. D. Kosty: *Ind. Eng. Chem. Res.* 32.2 (1993) 400.
- 109.- J. R. Fair, J. L. Bravo: *Chem. Eng. Prog.* 86.1 (1990) 19.
- 110.- J. R. Fair, H. R. Null, W. L. Bolles: *Ind. Eng. Chem. Proc. Dev.* 22 (1983) 23.
- 111.- Z. Olujic, J. De Graauw: *Chem. Bioq. Eng. Q.* 3 (1989) 181.
- 112.- Z. Olujic, F. Slotter, J. De Graauw: *Gas Separation Purification.* 5 (1991) 59.
- 113.- R. M. Stikkelman, J. A. Wesseling: *I. Ch. E. Symp. Series 104* (1987) B 155.
- 114.- R. J. Kouri, J. J. Sohlo: *I. Ch. E. Symp. Series 104* (1987) B 193.
- 115.- R. M. Stikkelman, J. De Graauw, Z. Olujic, H. Teenw, J. A. Wesseling: *Chem. Eng. Tech.* 12 (1989) 445.
- 116.- J. C. Charpentier, M. Le Goff: *Chim. et Ind. Serie Chim.* 100 (1969) 653.
- 117.- K. E. Porter, M. C. Jones: *I. Ch. E. Symp. Series 104* (1987) A 245.
- 118.- Z. Cihla, O. Schmidt: *Coll. Czech. Chem. Comm.* 22 (1957) 896.
- 119.- G. G. Berner, F. J. Zuiderweg: *Chem. Eng. Sci.* 33 (1978) 1637.
- 120.- Z. Olujic, F. Slotter, J. De Graauw: *I. Ch. E. Symp. Series 128* (1992) B 151.
- 121.- M. A. Albright: *Hydrocarbon Proc.* 9 (1984) 173.
- 122.- J. Stilchmair, A. Stemmer: *I. Ch. E. Symp. Series 104* (1987) B 213.
- 123.- F. J. Zuiderweg, P. J. Hoek, L. L. Lahm: *I. Ch. E. Symp. Series 104* (1987) A 217.
- 124.- F. J. Zuiderweg, J. G. Kunesh, D. W. King: *Trans. Inst. Chem. Eng.* 71 A (1993) 38.
- 125.- F. Moore, F. Rukovena: *Chem. Plants and Processing.* Agosto (1987) 11.
- 126.- J. R. Hufton, J. R. Bravo, J. R. Fair: *Ind. Eng. Chem. Res.* 27 (1988) 2096.

CAPÍTULO II :

MÉTODO EXPERIMENTAL.

El proceso experimental necesario para llevar a cabo los objetivos planteados en este trabajo ha de seguir una serie de pautas. Inicialmente, se debe establecer cuales son las condiciones reales de operación de las columnas a nivel de laboratorio y las diferencias fundamentales que encontraremos con las operaciones a otras escalas. Una vez conseguido esto, se puede pasar a la experimentación encaminada al cambio de escala, para lo cual habrá que seleccionar los sistemas y equipos idóneos para ello.

II.1.- Condiciones de operación en columnas de laboratorio.

El empleo de equipos a nivel laboratorio para la realización del cambio de escala no sólo presenta una clara ventaja económica y una mayor versatilidad, sino que debe traer consigo un mayor control sobre la experimentación realizada y por tanto una referencia más fiable que los datos conseguidos a escalas mayores. Dos van a ser las diferencias fundamentales en este aspecto:

- Uno de los problemas principales que existen a la hora de plantear un cambio de escala es la mala distribución líquida presente en los equipos de rectificación de gran tamaño. Como ejemplo, se ha citado el caso de un equipo con

un 5% de mala distribución que perdía más de un 60 % de eficacia (1). Dada la importancia de este problema, considerado por muchos autores como la principal causa de la pérdida de eficacia de los grandes equipos, hay que asegurar una correcta distribución líquida en la columna de laboratorio, antes de poder utilizarla como referencia para el cambio de escala.

Últimamente se ha dedicado cierta atención a los distribuidores industriales, cosa lógica, dado que se les considera el elemento más importante de la columna después del relleno. Esto no ha llevado, por el momento, a encontrar un tipo de distribuidor más eficaz por lo que sigue existiendo una cierta variedad de ellos (2). Incluso se ha propuesto que los rellenos estructurados tengan distribuidores específicos (3).

Más allá de las consideraciones generales (como que la mala distribución es más probable a mayor diámetro, y menor con mayor número de puntos de caída) no se encuentran conclusiones consistentes (4), pero si se ha cuantificado la cantidad de puntos de irrigación que parece asegurar una distribución correcta de líquido: los 600 puntos/m² de Billet se han reducido a 100 por Hoek (5). Ahora bien, según este último criterio bastaría un punto de caída por cada 0,01 m² de sección, es decir para un diámetro de hasta 11 cm. Dadas las secciones de las columnas de laboratorio no parece que haya que preocuparse por la distribución del reflujo en ellas.

Sin embargo, hay que tener en cuenta que la relación superficie de la pared de la columna respecto al volumen de la misma es mucho mayor en columnas de pequeñas dimensiones. Esto puede plantear en columnas de laboratorio el problema del llamado efecto pared, que no es más que la tendencia del fluido a circular por la pared de la columna en lugar de por el interior del relleno, con la consecuente pérdida de superficie interfacial y tiempo de retención del líquido y, por tanto, de eficacia. De hecho, las diferencias en los resultados de rectificación de un mismo sistema con un mismo relleno estructurado se ha explicado por el diferente ajuste del relleno a la columna. Esto trae como consecuencia que haya que plantear algún tipo de experimentación que cuantifique la importancia del efecto pared en columnas de pequeña escala. Dado que el relleno estructurado disponible para columnas de laboratorio es de malla, puede llevarse a cabo una experimentación para este fin, comparando las eficacias de operaciones realizadas con el relleno

rodeado de una malla metálica de pequeño tamaño de poro (mosquitera), con otras en las que la malla no se emplee, a igualdad del resto de condiciones de operación. El objetivo de la malla sería mejorar el ajuste del relleno a la pared de la columna, impidiendo la libre circulación del líquido por ésta, que se verá obligado a retornar al interior del relleno.

- La otra diferencia básica entre las operaciones realizadas a escala laboratorio y a gran escala está en el control de la composición. Existen un gran número de variables que van a afectar a la eficacia de una columna, pero para un mismo sistema y geometría de la columna las variables independientes que se pueden controlar experimentalmente se reducen a tres que son: presión, flujo o caudal y composición media en la columna. Sin embargo, esta última parece ser ignorada por la mayoría de los autores a la hora de realizar sus experiencias. Es cierto que como comprobaremos más adelante, en sistemas con volatilidades relativas bajas o próximos a la idealidad la influencia de la composición media de la columna sobre la eficacia va a ser pequeña en relación al resto de parámetros; sin embargo, esto no se cumple en aquellos sistemas donde no se dan esas condiciones. La influencia de la composición sobre la eficacia puede observarse claramente en el análisis de los resultados experimentales obtenidos del estudio de sistemas azeotrópicos como el par Agua-Ácido Fórmico (7) o el n-Propanol-Agua, donde se observa una fuerte dependencia de la eficacia respecto a la composición. En concreto en este último caso, se da una disminución de la eficacia con la composición media de la columna que aumenta al aumentar el vacío (8).

Todo esto nos lleva a que, a la hora de abordar el cambio de escala, habrá que fijar un intervalo de composición en el que no haya una gran variación de la eficacia con la composición para aquellos sistemas que se alejen de la idealidad, ya que lo usual es que los datos publicados de otras escalas no mencionen dicha variable.

La experimentación a escala laboratorio presenta grandes ventajas en lo referente al control de las condiciones de operación y parece que esa es la base más firme que se puede tener para un cambio de escala, tratando de asegurar la

buena distribución del líquido. Una vez presentadas esas condiciones pasamos a describir el equipo utilizado, los sistemas a rectificar y los métodos analíticos necesarios para cuantificar la experimentación.

II.2.- Descripción del equipo .

En la figura II.1 y más esquemáticamente en la II.2 se puede ver el clásico y bien conocido equipo empleado habitualmente en las operaciones de rectificación. A continuación, se detalla brevemente cada una de sus partes, que pueden clasificarse en dos bloques:

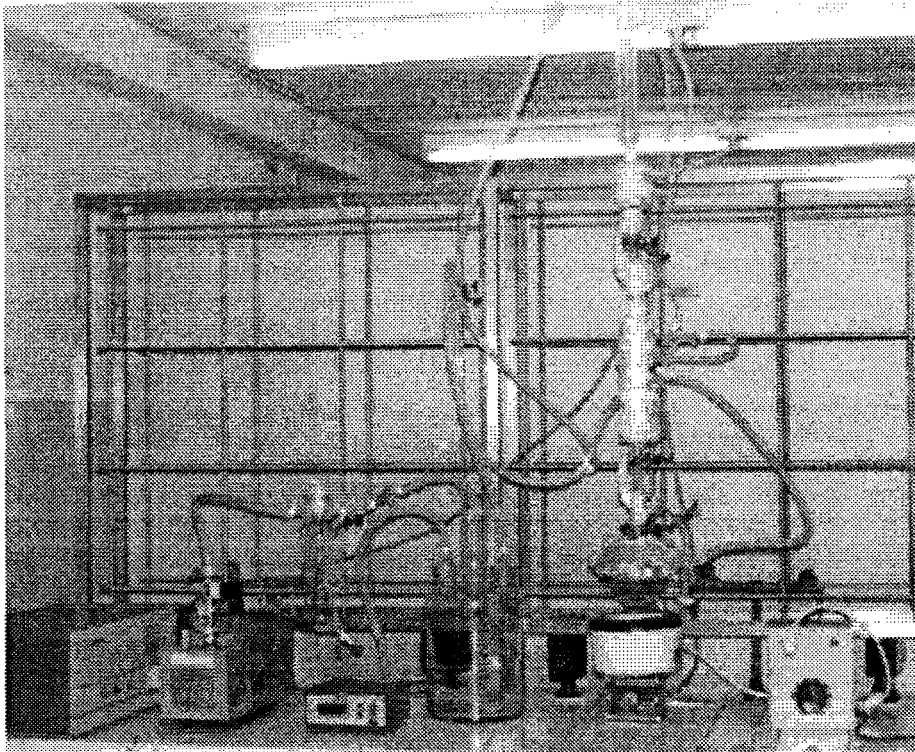


Fig. II.1.- Fotografía del equipo de rectificación empleado en este trabajo.

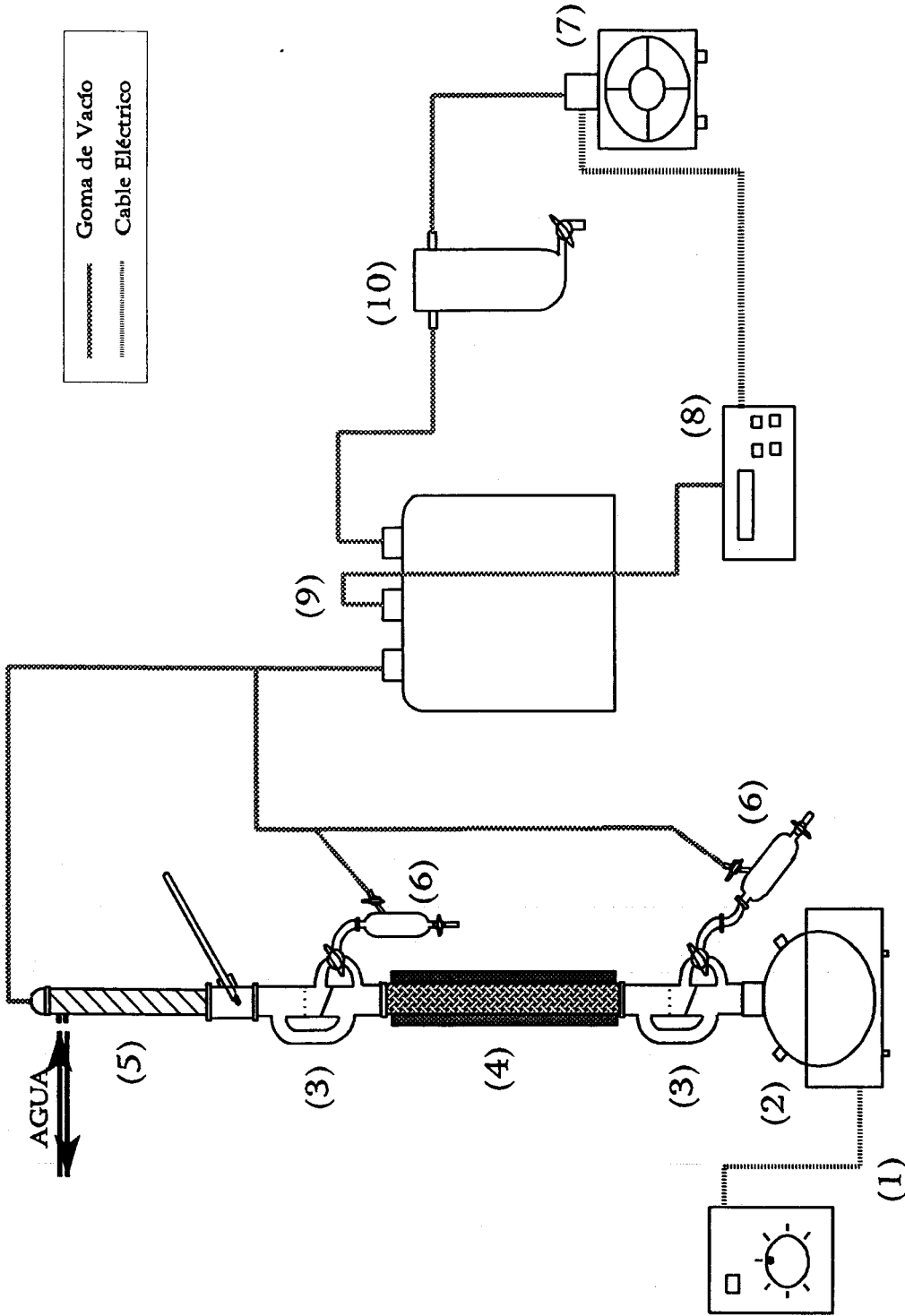


Fig. II.2.- Representación esquemática del equipo de rectificación de laboratorio empleado en este trabajo.

a) Sistema de rectificación

* Sistema de calefacción. ①

Se han empleado dos sistemas de calefacción distintos:

- El primero, esta formado por una manta eléctrica situada en la parte inferior del calderín y una cinta calefactora arrollada en su parte superior. Entre ambas aportan un total de 540 W al 100% de su capacidad. La cantidad de calor suministrada, y por tanto el flujo del sistema, se pueden controlar mediante un potenciómetro conectado a la manta calefactora y la aplicación o supresión de la cinta calefactora.

- El segundo, consiste en un baño de aceite de vaselina en el que se introduce el calderín y que llega a alcanzar una temperatura de 220 °C. Se emplea para sistemas que, debido a las propiedades de los componentes de la mezcla, necesiten una cantidad de calor superior a la que puede generar el sistema de calefacción anterior para conseguir el flujo deseado.

* Calderín. ②

El calderín es un matraz de vidrio de un litro de capacidad con tres bocas, una central de mayor diámetro y dos laterales. Cuando se trabaja a presión atmosférica se emplea una de sus bocas laterales para introducir una varilla de vidrio de seguridad que evite sobrepresiones.

* Medidores de Flujo. ③

Son unas piezas aforadas que se encuentran a ambos extremos de la columna y cuya misión es, por un lado, derivar el flujo líquido hacia la pieza de toma de muestras y por otro, medir el flujo volumétrico sin que en dichas operaciones se impida el flujo de la fase vapor.

* Columna de relleno. ④

Consiste en una sucesión de elementos de relleno estructurado de malla, modelo SULZER DX, colocados en el interior de un tubo de vidrio. En las siguientes figuras puede observarse la configuración de este tipo de relleno y su tamaño:

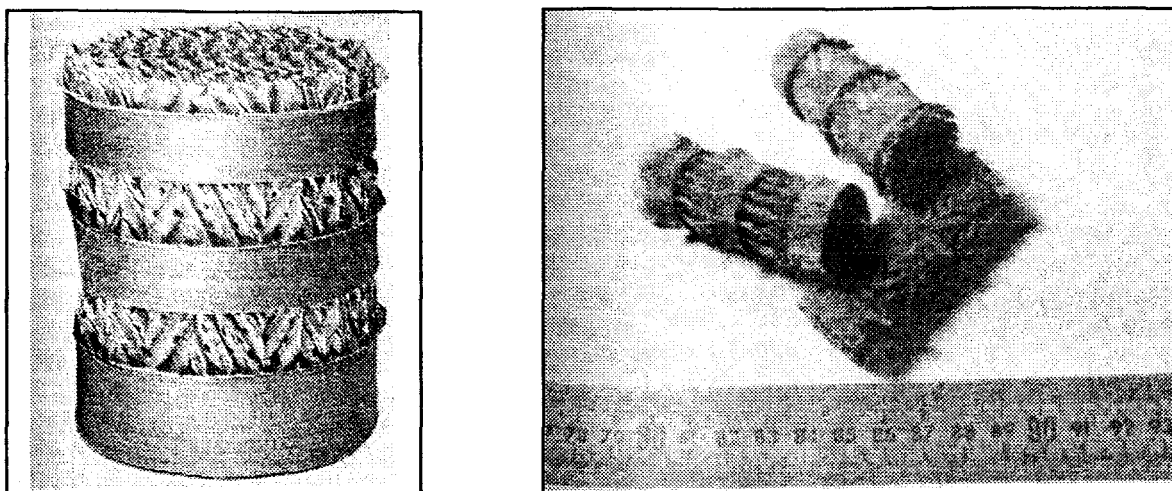
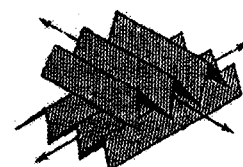
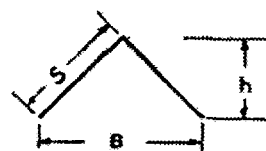


Fig. II.3: Imagen y vista a escala del relleno estructurado de laboratorio Sulzer DX.

Las características básicas de este tipo de rellenos son las siguientes:

- Diámetro del elemento..... 2,5 cm
- Altura del elemento..... 5,5 cm
- Altura de la corrugación (h)... 1,55 mm
- Anchura del canal (B)..... 2,02 mm
- Ángulo de la corrugación..... 80°
- Área nominal..... 1300 m⁻¹
- Porosidad..... 0,96
- Ángulo de inclinación..... 58°



Cada elemento se ajusta perfectamente a la sección de la columna de vidrio, evitando, de este modo, que las fases tiendan a fluir por la superficie de la columna (efecto pared), como se comprobará más tarde. Además, cada elemento de relleno se encuentra girado 90° respecto a los elementos de relleno situados encima y debajo del primero; con ello se pretende que la distribución de las fases en la columna sea lo más homogénea posible.

* Refrigerante. ⑤

Para condensar el vapor en cabeza se usa un refrigerante de doble pared, empleando como fluido refrigerante agua a temperatura ambiente. Sólo en operaciones a alto vacío fue necesario el empleo de un refrigerante adicional por el

que circulaba agua procedente de un criostato entre 5 y 10 °C.

* Piezas de Toma de Muestras. ⑥

Tienen la misión de permitir la extracción de las muestras mientras el sistema de rectificación sigue funcionando a una presión distinta a la atmosférica. Para ello cuenta con dos llaves, una que conecta esta pieza con el exterior y otra que permite la salida de la muestra.

b) Sistema de vacío.

El aparato principal de este sistema es una bomba de vacío modelo Vacuubrand RD4 ⑦. Las bombas de vacío tienen un impedimento mecánico que da lugar a que al trabajar a presiones no muy bajas adquieran un funcionamiento discontinuo y que, por tanto, se tenga que operar en un intervalo de presión y no a una presión constante. Este funcionamiento discontinuo tenderá a la continuidad con el aumento del vacío. De tal modo, que lo que se ha de procurar es que el intervalo de presión sea lo más pequeño posible para que la presión de trabajo no se separe significativamente de su valor medio.

El funcionamiento de la bomba se regula mediante un controlador de presión ⑧ que actúa sobre la bomba a través de una electroválvula que hace que ésta succione y se detenga a las presiones que previamente se le ha memorizado.

El sistema de vacío se completa con un frasco de Wouff ⑨ de diez litros de capacidad, cuyo objeto es el aumento de volumen del sistema para minimizar el efecto de las fuertes succiones de la bomba sobre el sistema de destilación.

Además, como medida de seguridad, se ha colocado una trampa de aire líquido ⑩ entre la bomba y el sistema de rectificación, con el objeto de condensar los vapores que excepcionalmente no lo hiciesen en el refrigerante e impedir que lleguen a la bomba y provoquen su mal funcionamiento.

Por otro lado, el sistema se encuentra térmicamente aislado mediante lana de vidrio y amianto, si bien hay que hacer constar que existen zonas de la columna que no pueden ser calirofugadas.

II.3.- Sistemas Rectificados.

La elección de los sistemas a estudiar se ha basado en los siguientes criterios:

- Existencia de información bibliográfica sobre eficacia a escala piloto para los sistemas elegidos. Naturalmente esto no es necesario para la selección de sistemas cuya rectificación está destinada a establecer las condiciones básicas de operación a escala laboratorio.

- Búsqueda de una buena precisión en los resultados experimentales de eficacia, lo que depende de la precisión conseguida en la determinación de la composición de la mezcla (ver apartado II.4) y de la fiabilidad en la interpretación de estos datos. En cuanto a esto último:

- Elección de los datos de equilibrio teniendo en cuenta los criterios de consistencia termodinámica (9).

- No se ha considerado necesario recalcular la línea de operación para tener en cuenta el posible alejamiento de la transferencia equimolar en contracorriente (utilizando un peso molecular ficticio de la mezcla, por ejemplo (10)), al trabajarse a reflujo total.

- Que los sistemas seleccionados tengan una gran diversidad de propiedades para conseguir una perspectiva amplia de la utilización de rellenos estructurados. Por ello, se han seleccionado sistemas que contengan componentes de diversas polaridades, pesos moleculares y estructura molecular. Diferencias en estas tres propiedades traerán consigo diferencias en el resto de propiedades características de los componentes de una mezcla a destilar. Se descarta, sin embargo, el trabajo a presión superior a la atmosférica, dado que la complicación en la operación no estaría justificada: los rellenos estructurados se utilizan esencialmente a vacío.

De este modo, se ha trabajado con sistemas polar-polar, polar-apolar y apolar-apolar. Respecto a los pesos moleculares estos oscilan entre los 18 g/mol del agua y los 142,3 g/mol del n-Decano. Mientras que atendiendo a la diversidad de estructuras moleculares se han tratado compuestos orgánicos alifáticos, alicíclicos y aromáticos e incluso se ha operado con sistemas cuyos dos componentes son isómeros.

El intervalo de propiedades cubierto en esta investigación puede verse más detalladamente en la tabla II.1, en la que se dan valores indicativos para las mezclas destiladas.

- Limitación de la experimentación esencial a sistemas en los que no existe tendencia de la rotura de la película líquida por efectos de tensión superficial, para no superponer las consecuencias de estos efectos a los de una mala distribución del líquido.

Para ello, las mezclas deben ser "no negativas" (es decir, neutras, sin gradientes significativos de tensión superficial; o positivas, con gradientes favorable, cuando el componente más volátil es el de menor tensión superficial).

Aunque no existe en destilación un valor aceptado sobre el nivel de gradiente a partir del cual un sistema que posea como componente más volátil el de mayor tensión superficial deje de ser neutro, es evidente que a menor índice de estabilización (12):

$$M_{\sigma} = \left(- \frac{\partial \sigma}{\partial x} \right) (x - x^*) \quad [II.1]$$

más próximo a la neutralidad estará un sistema. Véase que el índice depende del sistema, de la composición de éste (la tensión superficial y la fuerza impulsora son función del sistema y de la composición) y hasta de la relación de reflujo, que también influye sobre la fuerza impulsora de composición. A reflujo total, M_{σ} es máximo.

- Por otro lado, el estudio de los sistemas destinados a establecer las condiciones básicas de operación en el laboratorio ha generado otra serie de factores a tener en cuenta a la hora de la elección de los sistemas a rectificar para la comparación de escalas, que se relatan tras el análisis de sus resultados (Capítulo III).

Teniendo en cuenta dichos factores, se han tratado para la comparación de escalas los sistemas incluidos en la tabla II.1, mientras que para la obtener las condiciones de operación a pequeña escala se emplearon los dos sistemas siguientes a las presiones que se indican:

- n-Decano - trans-Decalina P= 10, 20,50 mmHg.
- Etanol - Benceno
 - Zona sobre el azeótropo P=180, 300, 760 mmHg.
 - Zona bajo el azeótropo P= 300, 760 mmHg.

Tabla II.1: Sistemas seleccionados para el cambio de escala e intervalos de propiedades recogidos en los mismos.

Sistema	P (mmHg)	T _{eb} (°C)	Volat. Rel.	M (g/mol)	Carácter
Acetona/Agua	760	56-78	5,30	18-58	acuoso ; apolar-polar
Metanol/Agua	760	64-100	3,65	18-32	acuoso ; polar-polar
Metanol/Etanol	760	64-78	1,74	32-46	orgánico; polar-polar
Etilbenceno/Estireno	50,100	57-82	1,36-1,37	104-106	orgánico ; apolar-apolar

Los datos de equilibrio necesarios para calcular la eficacia de los diferentes sistemas empleado, están tomados de la colección "Vapor-Liquid Equilibrium Data" (13), en la que recopilan datos experimentales, se correlacionan éstos por las expresiones usuales (Van Laar, Margules, etc.) y se hacen indicaciones sobre su consistencia termodinámica. Cuando se dispone de más de una serie de datos de equilibrio, consistentes termodinámicamente, para un mismo sistema y presión, se realiza la selección atendiendo a la antigüedad del trabajo. En concreto, los datos empleados para cada sistema son los siguientes:

- Sistema Metanol - Etanol.

· P= 760 mmHg: Delzenne A.O.; Ind. Eng. Chem, Chem. Eng. Data Ser. 3, 224 (1958).

- Sistema Metanol - Agua

· P= 760 mmHg: Kojima K., Tochigi K., Seki H., Watase K.; Kagaku Kogaku 32, 149 (1968).

- Sistema Acetona - Agua

· P= 760 mmHg: Ernst R.C., Litkenhouse E., Spanyer J.W.; J. Phys Chem. 36, 842 (1932).

- Sistema Etilbenceno - Estireno

· P= 50 y 100 mmHg: Chaiyavech P., Van Winkle M.; J. Chem. Eng. Data 4, 53 (1959).

- Sistema n-Decano - trans-Decalina

· P= 10, 20,50 mmHg: Struck R. T., Kinney C. R.; Ind. Eng. Chem. 42, 77 (1950).

- Sistema Etanol - Benceno

- P=760 mmHg: Landwehr J.C., Yerazunis S., Steinhauser H.H.; Chem. Eng. Data. Ser. 3, 231 (1958).
- P=300 mmHg: Zharov V.T., Morachevsky A.G.; Prikl. Khim. 36, 2397 (1963).
- P=180 mmHg: Nielsen R., Weber J.H.; J. Chem. Eng. Data Ser. 4, 145 (1959).

II.4.- Métodos analíticos.

Los métodos analíticos fundamentalmente empleados en destilación para la obtención de la composición de las muestras son la picnometría, la refractometría y la cromatografía gaseosa. Naturalmente, es conveniente que el consumo de muestra sea pequeño y alta la precisión, lo que depende de la variación de la propiedad significativa (densidad, índice de refracción , retención y volatilidad) respecto a la composición, siempre teniendo en cuenta la precisión del aparato de medida empleado.

Picnometría y refractometría son métodos más sencillos, de modo que si las diferencias en densidad e índice de refracción lo permiten, son preferibles a la cromatografía gaseosa, sobre todo si las mezclas a analizar son diferentes y no se trata de un análisis repetido para un sistema dado. En la siguiente tabla puede verse la diferencia de densidad e índice de refracción entre los componentes puros que conforman cada uno de los sistemas elegidos y el método analítico seleccionado en cada caso:

Tabla II.2: Diferencias de densidad e índice de refracción entre los componentes puros de las mezclas a rectificar.

SISTEMA	$\Delta\rho$ (g/cm ³)	$\Delta\eta$	MÉTODO ANALÍTICO SELECCIONADO
Metanol - Etanol	0,0021	0,0323	Refractometría
Metanol - Agua	0,2068	0,0042	Picnometría
Acetona - Agua	0,2083	0,0258	Picnometría
Etilbenceno - Estireno	0,0390	0,0509	Refractometría
n-Decano - trans-Decalina	0,1399	0,0593	Picnometría
Etanol - Benceno	0,0893	0,1385	Refractometría

El picnómetro empleado es un AP PAAR DMA 46 Digital que ofrece una precisión de 10^{-4} g/cm³ en un intervalo de densidad entre $12 \cdot 10^{-4}$ y $1,1$ g/cm³. Respecto al refractómetro, se trata de un Index Instrument modelo GPR 11-37-E que cuenta con la misma precisión que el picnómetro en el intervalo 1,32 y 1,7 de índice de refracción.

Una vez conocido el valor de la propiedad significativa de la muestra se ha de calcular su composición. Esta se obtiene a partir de una curva de calibrado (propiedad frente a composición) previamente realizada a partir de unas muestras de composición conocida. Estas muestras se prepararon por pesada en una balanza Mettler AE 160 con una precisión de 10^{-4} g. La medida de la propiedad se realiza a temperatura constante ($20 \pm 0,1^\circ\text{C}$).

Otro factor considerado a la hora de seleccionar el método analítico es que no es conveniente que la curva de calibrado tenga máximos ni mínimos que hagan que un mismo valor de la propiedad significativa corresponda a dos composiciones distintas. Tal condición hubiese provocado un cambio en el método analítico, previamente seleccionado por diferencias de la propiedad significativa, aunque no fue el caso de ninguno de los sistemas estudiados.

II.5.- Modo de operación.

El calderín se llena en sus 3/4 partes por la cabeza de la columna, para que se produzca un mojado previo del relleno. A su vez, se añade plato poroso al calderín para evitar saltos bruscos en la ebullición que den lugar a un flujo irregular.

Una vez cargado el calderín, se pone en marcha el refrigerante y se llena la trampa de aire líquido (en el caso de operaciones a vacío). En este momento, se coge una muestra del calderín para conocer la composición exacta de la mezcla a destilar.

Posteriormente y en caso necesario, se pasa a fijar la presión del sistema mediante el sistema de vacío. Como ya se indicó, no se puede trabajar a una presión constante, de modo que se ha de procurar que el intervalo de presión sea el menor posible. Este intervalo de presión es menor al disminuir la presión de trabajo, debido a que el sistema pierde vacío más rápidamente y al mayor esfuerzo a

realizar por la bomba en la succión. En cualquier caso, esta variación de presión no va a afectar significativamente ni a los datos de equilibrio ni al cálculo de la eficacia.

Por último, se aplica calor al calderín a través del sistema de calefacción pertinente.

Una vez puesto en marcha el sistema, se controla la temperatura del destilado mediante el termómetro (precisión $\pm 0,1^\circ\text{C}$) situado en la cabeza de la columna. De este modo, cuando la temperatura se estabilice se puede decir que se ha alcanzado una situación estacionaria. El período de estabilización es de 15-30 min., tras los cuales se deja en funcionamiento el sistema una hora más para cerciorarse que el sistema ha alcanzado dicho estado antes de la primera toma de muestra. Tras ésta, se deja de nuevo la columna en funcionamiento otra hora y se realiza la segunda toma de muestra que nos servirá para verificar el dato obtenido de la primera toma.

* * *

Junto con la temperatura y la composición se mide el flujo volumétrico de líquido en cabeza y en cola. Esta operación se realiza tras la estabilización de la temperatura en la columna. Para caracterizar las operaciones fluidodinámicamente se utiliza el factor de flujo F , más simple que el de Souders-Brown (C), y más adecuado cuando la presión es reducida. Otras opciones, flujos o velocidades másicas de las fases, son menos usuales. En cualquier caso, la relación entre estas distintas formas de expresar el flujo es directa y absolutamente accesible.

El cálculo de F se realiza a partir del flujo volumétrico medido en la columna. Teniendo en cuenta que las operaciones se realizan a reflujo total, puede escribirse:

$$F = u_v \sqrt{\rho_v} = \frac{u_v \rho_v}{\sqrt{\rho_v}} = \frac{u_l \rho_l}{\sqrt{\rho_v}} \quad [II.2]$$

siendo :

$$u_l \rho_l = \frac{\text{masa}}{\text{sección} \cdot \text{tiempo}} = \frac{m}{\pi r^2} = \frac{v \rho_l}{\pi r^2} \quad [II.3]$$

Así, lo único que queda por determinar para el cálculo de F son las densidades de las fases:

- La fase vapor se puede tratar como un gas ideal ya que se trabaja a baja presión.

$$\rho_v = \frac{P \bar{M}}{R T} \quad [II.4]$$

El peso molecular medio se obtiene a partir de una media ponderada una vez conocida la composición.

- La densidad de la fase líquida en el punto de ebullición se obtiene a partir de una gráfica determinada experimentalmente para cada sistema del tipo ρ_l vs x . Dicha gráfica se obtiene mediante la medida de la densidad a distintas temperaturas de la misma serie de muestras empleadas en la determinación de la curva de calibrado. Posteriormente y aplicando una ecuación lineal para cada composición de la mezcla del tipo:

$$\rho_l = a + b T(^{\circ}C) \quad [II.5]$$

se obtiene la gráfica deseada empleando para ello los datos de temperatura en el punto de ebullición aportados junto a los datos de equilibrio.

* * *

Para estudios de destilación en el laboratorio, la rectificación a reflujo total es la elección obvia. Se trata de la forma más cómoda de trabajo, al no requerir la entrada o salida de mezcla durante la operación. Por lo mismo, es la más barata y fácil de manejar. También la que permite un mejor control, aunque es difícil conseguir una destilación extremadamente estable, libre de variaciones, de absoluta repetitibilidad, aún a escala laboratorio.

El interés del trabajo a reflujo total se encuentra asimismo en relación a la precisión de las medidas de eficacia. Existen diferentes causas de error al determinar la eficacia de las operaciones de rectificación en el laboratorio:

- Operación no adiabática, dando lugar a efectos de "destilación interna".
- Errores en las medidas de flujos.
- Errores en las medidas de composición.
- Errores en los datos básicos utilizados (es decir, en datos de equilibrio, densidades de las mezclas, etc.).

En el procedimiento descrito se han hecho elecciones para reducir las consecuencias de esos factores de error, cuidando la selección de datos básicos, haciendo medidas de flujo en ambos extremos de la columna (y no sólo en uno de ellos), asegurando la adiabaticidad de la columna y el hervidor y consiguiendo una precisión suficiente en la medida de la composición.

Existen algunos trabajos en los que se tratan de cuantificar esos errores. Herington (13) ha considerado el efecto de las pérdidas de calor sobre el número de platos teóricos. Peacock (14) el efecto de los errores en la determinación de la composición. Sealey (15) ha analizado las consecuencias de los errores en flujos, composiciones y datos básicos para conseguir un diseño óptimo de una columna de laboratorio que pudiera emplearse en estudios de eficacia para reflujo finito.

Los resultados de Sealey muestran que a reflujo total se dan los mínimos errores, siempre que la columna no tenga un elevado número de etapas teóricas (ver Fig. II.4).

Como puede observarse el error es menor del 4% para operaciones a reflujo total con una capacidad separadora de 2 a 8 etapas teóricas. Para el caso concreto de la columna de laboratorio de 22 cm de altura empleada en este trabajo, el porcentaje de error quedaría como muestra la figura II.5 en función de la AEPT.

* * *

No obstante, la operación sólo a reflujo total deja pendiente un problema relacionado con la eficacia. La AEPT o la AUT son, en efecto, función también de la relación de reflujo (16). Este asunto, sin embargo, tendrá poca relevancia en nuestro trabajo, ya que de lo que se trata esencialmente es de la comparación entre escalas.

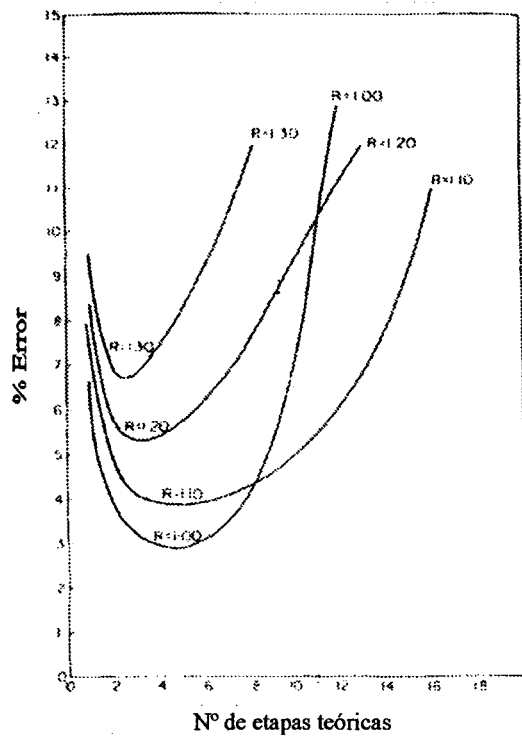


Fig. II.4: % de error cometido en el cálculo del N° de etapas teóricas en función de la relación de reflujo (R).

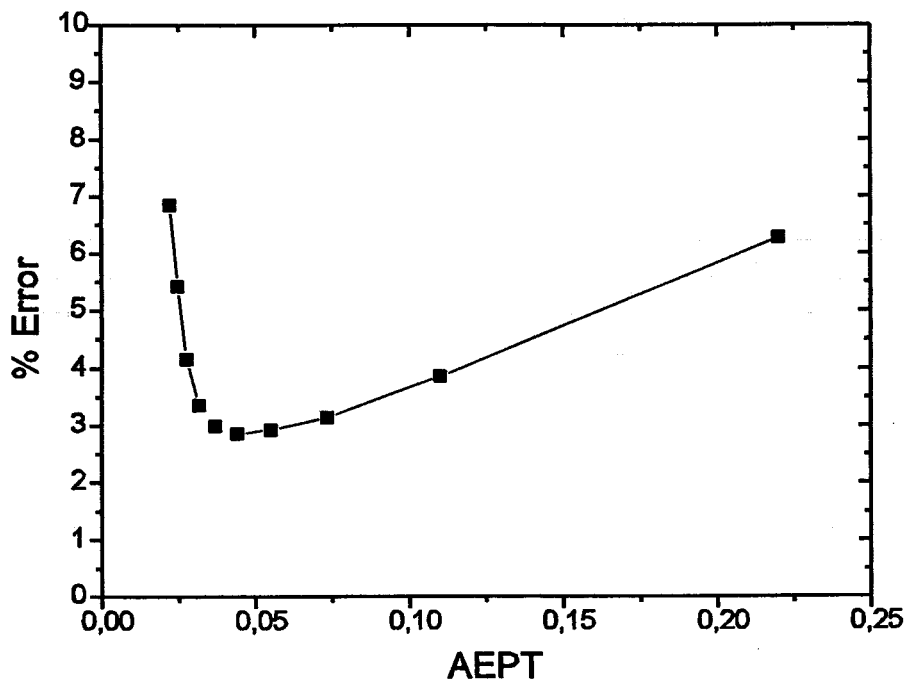


Fig. II.5: % de error cometido en el cálculo de la AEPT a reflujo total para la columna de laboratorio de 22 cm de altura empleada en este trabajo.

II.6.- Medida de la retención.

Las medidas de retención pueden realizarse a través de distintos métodos, de modo que el equipo necesario para la realización de dichas operaciones dependerá del método seleccionado para las mismas. Estos métodos son los siguientes :

- Empleando sistemas de absorción de rayos gamma (17).
- Cortando el flujo en cabeza y cola de la columna y extrayendo el volumen líquido interior (18). Con ello se obtiene la retención operativa.
- Por diferencia de composición en el calderín tras la destilación de mezclas binarias con componentes de muy diferente volatilidad (19). Con este método se obtiene la retención total de la columna.

El primero de estos métodos requiere un sistema de medida demasiado complejo y costoso para obtener, como reconocen sus propios autores, datos muy semejantes a los obtenidos por cualquier otro método.

Respecto a las otras dos opciones, el corte directo de las fases en cabeza y cola de la columna proporciona directamente la retención operativa, que parece ser la de mayor importancia en los procesos de transferencia de materia y especialmente en los de absorción de gases, pero provoca la pérdida de las condiciones normales de funcionamiento de la columna y supone un aumento en la complejidad del equipo a emplear. No solo hay que desviar hacia otro sistema las corrientes de vapor ascendente desde el calderín y de líquido descendente del refrigerante, sino que además, el sistema de corte de ambas corrientes es muy voluminoso, en relación al volumen de la columna, produciéndose elevadas pérdidas de calor que impiden obtener elevados flujos. Por otro lado, parece claro que en operaciones de rectificación interviene la retención estática en la transferencia de materia, la cual no es estimada conjuntamente por este método (20).

El empleo de la destilación de mezclas binarias con componentes de muy distinta volatilidad tiene la ventaja de que asegura el flujo real de las fases durante la realización de la medida y permite considerar las diferencias de flujo en la columna. No obstante, presenta el inconveniente de que se obtiene directamente la retención total del equipo (es decir, la de la columna y la del condensador) y no la líquida (suma de la operativa y la estática). Las diferencias entre ambas son tanto más

significativas cuanto menor sea el tamaño de la columna. Sin embargo, esta dificultad se puede salvar fácilmente mediante un cálculo sencillo de dicha variable comparando la retención total obtenida en dos columnas de distinta altura, siempre a un mismo valor del factor F. Por todo esto, este último ha sido el método seleccionado para la medida de la retención estática en la columna.

El método consiste básicamente en la evaporación de uno de los dos componentes de la mezcla. De modo que, por diferencia de composición en el calderín, al comienzo y final de la operación, se determina la cantidad de componente destilado. El equipo necesario para ello es muy similar al sistema de rectificación empleado en la determinación de la eficacia del relleno. En él no es necesario ni el sistema de vacío, pues todas las medidas se realizan a presión atmosférica; ni las cápsulas de toma de muestra, ya que ésta se realiza directamente desde el calderín a través de una conducción conectada a una de las bocas laterales del calderín. Esta conducción está provista de una llave que al abrirse permite la salida de la mezcla desde el fondo del calderín, impulsada por la propia sobrepresión existente en éste.

En lo referente al método analítico empleado en operaciones de retención, es necesario que la diferencia en la propiedad que se seleccione para conocer la composición de la muestra sea superior a 0,2 unidades entre ambos componentes de la mezcla, teniendo en cuenta que la precisión de los equipos disponibles es de 10^{-4} unidades. Por ello para este tipo de operaciones no es posible emplear la refractometría, dado que las diferencias de índice de refracción de la mayoría de los productos orgánicos no alcanza dichas diferencias. De modo que hay que emplear la picnometría o la cromatografía gaseosa. En nuestro caso a la hora de realizar la selección de las mezclas a tratar se ha tenido en cuenta este punto y por tanto todas las medidas se realizan por picnometría.

A la hora de seleccionar las mezclas destinadas a medir la retención del equipo se han tenido en cuenta varios factores:

- Por un lado, y dado que uno de los componentes de la mezcla debe permanecer fijo en el calderín mientras el otro componente destila, se recomienda que la diferencia de sus puntos de ebullición sea superior a 75 °C (19).

- Por otro lado, el valor de la propiedad de la mezcla que servirá para el

análisis de composición debe encontrarse dentro del intervalo de sensibilidad del picnómetro (método analítico seleccionado, ver apartado 4).

Teniendo en cuenta dichos factores se seleccionaron cuatro componentes volátiles típicos de la destilación a nivel de laboratorio; uno de ellos de estructura molecular lineal como el heptano, otro aromático como el benceno, un tercero de estructura molecular cíclica y de semejante peso molecular a los anteriores como el ciclohexano y por último, otro componente de distinto peso molecular respecto a los anteriores y que además es polar, como el etanol. Cada uno de estos cuatro componentes volátiles debe mezclarse con otro que actúe como componente no volátil.

Los valores de las propiedades más importantes en rectificación para estos cuatro componentes en sus puntos de ebullición son:

Tabla II.3: Propiedades en el punto de ebullición de los componentes volátiles.

Compuesto	T_{eb} (K)	M (g/mol)	μ_l (Pa·s)	ρ_l (Kg/m ³)	ρ_v (Kg/m ³)
n-Heptano	371,15	100,21	$0,209 \cdot 10^{-3}$	619	3,293
Benceno	353,15	78,11	$0,318 \cdot 10^{-3}$	809	2,697
Ciclohexano	353,85	84,16	$0,516 \cdot 10^{-3}$	719	2,900
Etanol	351,15	46,07	$0,445 \cdot 10^{-3}$	740	1,600

Uno de los componentes fijos más citados en la bibliografía es la tetralina (tetrahidronaftaleno), la cual posee un punto de ebullición de 207,57 °C superior en más de 100 °C al de los cuatro componentes volátiles.

Con dicho componente fijo se realizó la medida de retención del heptano. Sin embargo, comenzaron a plantearse problemas de precisión en las medidas cuando se comenzó a trabajar con el benceno. Dicho problema era consecuencia de la relativamente pequeña diferencia de densidad existente entre ambos componentes. Hay que tener en cuenta que la retención en una columna de laboratorio es bastante pequeña y por tanto, los cambios de composición en el calderín no van a ser muy grandes.

Por ello se optó por seleccionar otro componente no volátil. Este nuevo componente debía cumplir además de los requisitos usuales (ser completamente

soluble con los componentes volátiles y no reactivo con los mismo ; tener un punto de ebullición suficientemente elevado para mantener la diferencia de temperatura necesaria con el componente volátil) una tercera condición: que el valor de su densidad no sea superior a $1,1 \text{ g/cm}^3$ (límite de detección del picnómetro) pero que se encuentre en sus proximidades para que la diferencia en dicha propiedad con el componente volátil sea superior a la de la tetralina.

Dichas condiciones las cumplen algunos haluros aromáticos y algunos derivados de ésteres de ácidos orgánicos. De modo, que se seleccionó finalmente el benzoato de metilo por su menor toxicidad a igualdad de las otras características frente a los haluros aromáticos. Por otro lado, también hay que tener en cuenta la mayor reactividad de los compuestos que contienen grupos halógenos debido a su marcado carácter nucleófilo, aunque no se producirían dicho tipo de reacciones con los componentes volátiles seleccionados.

- Forma de operar.

Como se ha indicado el equipo necesario para la obtención de la retención es muy semejante al de las operaciones de rectificación. En este caso hay que asegurar que antes de comenzar la operación el relleno se encuentre completamente seco, dado que en este tipo de operaciones se determina la retención total del equipo, en la que va incluida la retención estática. Para ello, antes de cada operación los elementos de relleno son sumergidos en acetona y secados en una estufa. Una vez seco el relleno se pasa al montaje de la columna.

Posteriormente se prepara la mezcla a destilar, se extrae una muestra para su posterior análisis y se añaden al calderín entre 100 y 150 ml de mezcla cuyo peso ha de conocerse previamente. Dicho peso se determina en un granatario Mettler PJ 3600 que aporta una precisión de 10^{-2} g. La reducción de la cantidad de mezcla en relación a la alimentación en las operaciones de rectificación es necesaria, ya que cuanto menor sea la cantidad de mezcla inicial en el calderín, mayor será la diferencia de composición encontrada al final de la operación para una misma cantidad de componente volátil destilado. En cualquier caso, hay que asegurar que inicialmente se tiene la cantidad suficiente de volátil para que no se agote éste en el calderín y comience entonces a destilar el componente fijo. Dicha

situación quedaría reflejada, en el caso de que se produjese, en la temperatura del termómetro de cabeza.

Se pasa después a conectar el calderín al resto del equipo y se pone en marcha el refrigerante y el equipo de calefacción del mismo modo que en las operaciones de rectificación.

Una vez alcanzada la temperatura de ebullición del componente volátil se pasa a la medida del flujo volumétrico y ,por último, a la toma de muestra directamente desde el calderín.

En este caso, también se realiza la determinación del factor de flujo F de forma semejante a la de las operaciones de rectificación, teniendo en cuenta que ahora lo que destila es un componente puro.

El calculo de la retención líquida pasa por la determinación experimental de la retención total, para un mismo sistema, en columnas de dos alturas distintas y, por otro lado, por la determinación de la retención estática.

La retención estática puede determinarse de forma semejante a la retención total, teniendo en cuenta que la muestra final ha de tomarse una vez se haya producido el mojado completo del relleno durante la operación y se haya dejado escurrir éste tras la finalización de la misma. Pero mediante este método, no lograríamos obtener la retención estática en el punto de ebullición. De modo que parece mucho más sencillo medir ésta vertiendo una cantidad conocida de un componente por la parte superior de la columna y recogiendo el escurrido por la inferior. Su diferencia nos indicará la retención estática a temperatura ambiente. Habrá que establecer una correlación experimental que permita determinar la retención estática en el punto de ebullición, extrapolando los resultados obtenidos a esa otra temperatura.

Teniendo en cuenta que, para cada sistema, la retención estática sólo será función de la altura de la columna; que la retención fuera de la columna lo será sólo del flujo; y que la retención operativa dependerá de la altura y del flujo, se realiza el siguiente cálculo a partir de los datos experimentales obtenidos en columnas de dos alturas distintas (Z_1 y Z_2). Para cada valor de F :

$$\begin{aligned}
 (h_t - h_e)_{Z_1} &= (h_{op})_{Z_1} + h_c \\
 (h_t - h_e)_{Z_2} &= (h_{op})_{Z_2} + h_c
 \end{aligned}
 \quad [II.6]$$

$$\Delta_{21} (h_t - h_e) = (h_{op})_{Z_2} + (h_{op})_{Z_1}$$

La diferencia entre las retenciones operativas a distintas alturas es un valor experimental, y su relación una simple relación de alturas:

$$(h_{op})_{Z_2} = (h_{op})_{Z_1} \frac{Z_2}{Z_1} \quad [II.7]$$

Por tanto:

$$(h_{op})_{Z_1} = \frac{\Delta_{21} (h_t - h_e)}{\left(\frac{Z_2}{Z_1} - 1 \right)} \quad [II.8]$$

Con ello se deduce la retención operativa y por tanto, la retención líquida al sumarle a la primera la retención estática determinada experimentalmente.

II.7.- Bibliografía Capítulo II.

- 1.- H. Z. Kister: Distillation Design. Ed. McGraw-Hill (1992).
- 2.- Packings Columns Plants for Distillation and Absortion. Sulzer Brothers Ld. 8 (1988).
- 3.- Z. Spekuljak, H.Kunesh: Chem. Eng. Tech. 17 (1995) 61.
- 4.- A. Shariat, J.G. Kunesh: Ind. Eng. Chem. Res. 34 (1995) 1273.
- 5.- J.G. Kunesh, L. Lahm, T. Yanagi: Ind. Eng. Chem. Res. 26 (1987) 1845.
- 6.- J. R. Huffton, J. R. Bravo, J. R. Fair: Ind. Eng. Chem. Res. 27 (1988) 2096.
- 7.- A. Roselló, A. Martín, J. Cota: Chem. and Biochem. Eng. Q. 6 (1992) 13.
- 8.- A. Roselló, F. Carrillo, A. Martín: XXV Reunión Bional de la RSEQ. Álava. (1994).
- 9.- H. C: Van Ness, M. M. Abbott: Clasical Thermodynamics of Nonelectrolitics Solutions. Mc Graw-Hill (1982).
- 10.- W. L. Mc Cabe, E. W. Thiele: Ind. Eng. Chem. 17 (1925) 605.
- 11.- F. P. Moens: Chem. Eng. Sci. 27 (1972) 275.
- 12.- J. Gmehling, U. Onken, W. Alt: Vapour-Liquids Equilibrium Data Collection. Dechema (1980).
- 13.- E. F. G. Herington: Proc. of the Int. Comp. on Distillation. Institution of Chem. Eng. Bighton (1960).
- 14.- D. G. Peacock: Chem. Eng. Sci. 22 (1967) 957.
- 15.- C. J. Kaley: Chem. Eng. Sci. 25 (1970) 561.
- 16.- A. Roselló, A. Martín: Proc. of the 4th Mediterranean Congress of Chem. Eng. (1987) 287.
- 17.- P. Suess, L. Spiegel: Chem. Eng. Proc. 31 (1992) 119.
- 18.- D. Thoeness, H. Kramers: Chem. Eng. Sci. 8 (1958) 271.
- 19.- E. Krell: Handbook of Laboratory Distillation. Elsevier (1982).
- 20.- S. S. Puranik, A. Vogelphohl: Chem. Eng. Sci. 29 (1974) 501.

CAPÍTULO III :

**RESULTADOS EXPERIMENTALES
DE EFICACIA EN COLUMNAS DE
LABORATORIO.**

III.1.- Experimentación Inicial.

Las experiencias realizadas rectificando diversos sistemas binarios se han dirigido a fijar unas condiciones básicas de funcionamiento de las columnas de laboratorio para establecer una referencia fiable para la pequeña escala que permita una comparación sin ambigüedades con otras tamaños y , a la postre, un buen escalado.

Las condiciones básicas que se especifican para la experimentación en laboratorio son, en el mejor de los casos, las características del relleno y las dimensiones de la columna; y en cuanto a la eficacia la variación de la AEPT con el flujo de vapor, para un sistema y una presión, operando a reflujo total. Por nuestra parte consideramos dos aspectos más:

- La posibilidad de un efecto de pared a escala de laboratorio. Esto se ha utilizado para explicar los diferentes resultados obtenidos por distintos investigadores al destilar el sistema Clorobenceno-Etilbenceno (1), pero tiene una relevancia mucho mayor. En realidad, esta relacionado con un problema de las columnas de relleno que es esencial de resolver, el de la distribución del líquido. Como ya se ha señalado la mala distribución de líquido puede llevar a grandes

descensos de la eficacia del relleno, especialmente si éste es de alta superficie específica. De ahí que los rellenos estructurados pudieran ser especialmente sensibles a la mala distribución (2), sobre todo al reducirse el flujo líquido en destilación a vacío.

No es sorprendente, por tanto, que los distribuidores de líquido sean tras el relleno los elementos internos más importantes de la columna industrial, y a ellos se dedica atención renovada (3,4). En equipos de laboratorio, sin embargo, hay un solo punto de vertido del reflujo sobre la parte superior del relleno. Se supone que eso es suficiente, dada la pequeña sección del lecho fijo. En cualquier caso esto se discutirá mediante los datos de eficacia del sistema Decano-trans-Decalina.

- La posible influencia de la composición. En la bibliografía no se hace mención de la composición media de las operaciones en las que se ha medido la eficacia. Dado que obviamente ésta es función de aquélla, porque también lo son las propiedades físicas del sistema y hasta la relación de equilibrio, parece una omisión grave. Sin embargo, la falta de información puede no tener importancia trabajando con sistemas patrones, en los que no son esperables variaciones drásticas de las propiedades (y por tanto de la eficacia) con la composición; o con sistemas de volatilidad relativa suficientemente alta, ya que por corta que sea la columna se alcanzarán fracciones molares muy elevadas en los extremos de los equipos y la concentración media no será muy diferente a $\bar{X} = 0,50$.

Pero no siempre sucede así. Si se pueden establecer operaciones con composiciones medias netamente diferentes para un sistema se encuentra con frecuencia un máximo de eficacia para concentraciones intermedias (5,6). Desde luego es imposible mantener estrictamente constante la composición en diferentes rectificaciones, pero hay que reducir al mínimo la influencia de la variable. Por consiguiente se correlacionarán sólo operaciones con una composición media similar. Un tratamiento complementario se obtiene rectificando el sistema azeotrópico Etanol-Benceno, en el que naturalmente se obtendrán composiciones muy diferentes según se trabaje sobre o bajo el azeótropo.

* * *

El tratamiento matemático de los datos experimentales va dirigido a definir una función lo más sencilla posible para cada sistema y presión. El problema que se tiene al correlacionar los datos experimentales en rectificación es la notable dispersión que suelen presentar, por causas no bien entendidas. Es verdad que hay un gran número de variables que intervienen en este tipo de ensayos, pero no deja de ser sorprendente que aún en sistemas de laboratorio (con control y reproducibilidad que pueden ser mucho mayores que los que se encontrarán en plantas comerciales) no sean extraordinarias dispersiones de $\pm 30\%$.

Esta alta dispersión hace difícil encontrar un buen ajuste matemático de los datos y de ahí que hayamos optado por la realización de ajustes con ecuaciones lineales o polinómicas de segundo grado sobre aquellos datos que no sobrepasen una dispersión determinada para cada sistema y presión estudiados. En principio se fija una dispersión máxima del 15%, si bien hay que considerar que dicha dispersión ha de ir en función de la volatilidad relativa de los componentes de la mezcla. Por ello, en sistemas que posean volatilidades relativas muy bajas se admiten dispersiones mayores, ya que una pequeña variación en composición traerá consigo una gran variación en el número de etapas y por tanto en la eficacia. No se aceptan desviaciones superiores al 30%, el límite de confianza de algunas correlaciones de eficacia o interfase efectiva.

La eficacia de las operaciones realizadas se ha cuantificado a la vez con los dos criterios habitualmente empleados: la altura de la unidad de transferencia (AUT) y la altura equivalente a un plato teórico (AEPT). El carácter de ambas variables es similar (son factores inversos a la eficacia que aumentan cuando la dificultad de la separación crece), pero el modelo físico en el que se fundamentan es diferente. La unidad de transferencia se deduce del supuesto de un cambio diferencial de concentración a lo largo del lecho, mientras que el plato teórico establece un cambio en escalón de la composición de la mezcla. Evidentemente el primer modelo se acerca más a la realidad de las columnas de relleno que el segundo, y en principio sería más correcto expresar la eficacia de relleno en AUT. Sin embargo, ambos modelos son aplicables a cualquier tipo de equipos. En la industria se emplea habitualmente la AEPT, de obtención más sencilla si se utiliza el cálculo gráfico tradicional y no habiendo necesidad de utilizar el concepto más elaborado. Con la

aparición de los ordenadores esa ventaja de la AEPT ya no existe, pero su uso sigue siendo mayoritario. Puesto que tenemos que comparar nuestros resultados con los de planta piloto expresados así, también hemos utilizado la AEPT.

De otra parte es conveniente tener estos resultados en forma de AUT para relacionar la eficacia con coeficientes o velocidades de transferencia de materia. Hemos empleado cálculos independientes para AUT y AEPT, dado lo incorrecto que puede llegar a ser la equivalencia analítica propuesta.

III.2.- Sistema n-Decano-trans-Decalina.

Junto con la experimentación ordinaria en la columna descrita en el "Método Experimental" se han realizado con este sistema una investigación complementaria para estudiar la importancia que pudiera alcanzar el efecto pared en columnas de relleno estructurado de laboratorio. En este caso el relleno estaba rodeado de una malla metálica para impedir la circulación preferente del líquido por las paredes de la columna. Las dos series de rectificaciones se han realizado a vacío, con menor flujo líquido, y a tres presiones distintas: 10, 20 y 50 mmHg, con el fin de observar dicho efecto a distintas condiciones de flujo.

Para realizar la comparación entre ambos tipos de operaciones se representan conjuntamente los datos obtenidos a cada presión de los dos tipos de experiencias mencionados. En dichas representaciones se admitirán todos los datos experimentales con una dispersión máxima del 25%, debido a la baja volatilidad relativa que presenta este sistema.

Los datos y representaciones gráficas obtenidos son los que se muestran a continuación, marcando con un asterisco aquellos datos no considerados en los ajustes:

Tabla III.1: Datos experimentales del sistema n-Decano-trans-Decalina a P=50 mmHg sin malla.

F_m	X_C	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,686	0,490	0,723	0,607	0,041	0,042
0,807*	0,496	0,710	0,603	0,046	0,046
0,813	0,477	0,719	0,598	0,040	0,041
0,926	0,458	0,757	0,608	0,032	0,033
0,944	0,502	0,760	0,631	0,036	0,037
0,950	0,487	0,754	0,621	0,035	0,036
0,956	0,478	0,709	0,593	0,043	0,043
1,046	0,502	0,760	0,631	0,036	0,037
1,129	0,461	0,709	0,585	0,040	0,041
1,13	0,464	0,726	0,595	0,037	0,038
1,321*	0,457	0,732	0,594	0,035	0,036
1,395	0,483	0,723	0,603	0,040	0,035
1,406	0,465	0,693	0,579	0,044	0,044
1,410	0,464	0,662	0,563	0,051	0,052

Tabla III.2: Datos experimentales del sistema n-Decano-trans-Decalina a P=50 mmHg con malla.

F_m	X_c	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,449*	0,479	0,687	0,583	0,047	0,049
0,884*	0,481	0,656	0,569	0,058	0,059
0,903	0,475	0,681	0,578	0,048	0,049
0,932*	0,486	0,652	0,569	0,061	0,062
0,977	0,490	0,717	0,604	0,043	0,044
1,004	0,494	0,712	0,603	0,045	0,046
1,012	0,477	0,714	0,596	0,041	0,042
1,025	0,494	0,707	0,601	0,046	0,047
1,054	0,487	0,76	0,597	0,045	0,048
1,112*	0,480	0,662	0,571	0,056	0,056
1,444*	0,476	0,638	0,557	0,063	0,064
1,938	0,453	0,656	0,554	0,050	0,051
1,991	0,487	0,646	0,566	0,064	0,065

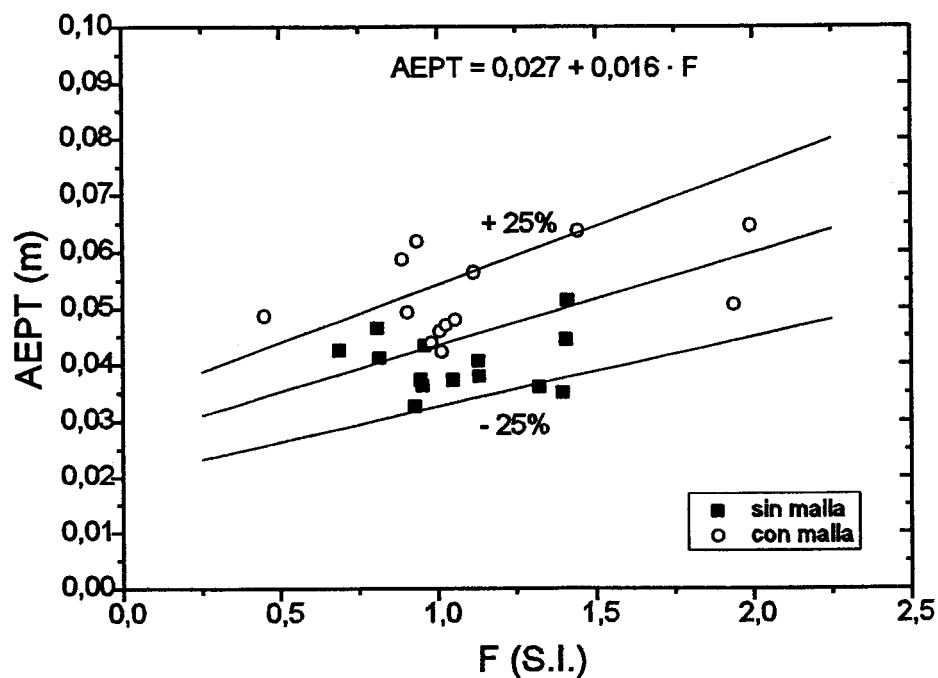


Fig. III.1: Datos experimentales y ajuste del sistema n-Decano-trans-Decalina a 50 mmHg con y sin malla .

Tabla III.3: Datos experimentales del sistema n-Decano-trans-Decalina a P=20 mmHg sin malla.

F_m	X_C	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,946	0,456	0,661	0,559	0,037	0,037
0,975	0,462	0,656	0,559	0,039	0,040
1,061	0,480	0,655	0,567	0,043	0,044
1,094	0,480	0,644	0,562	0,046	0,047
1,175	0,498	0,642	0,570	0,053	0,053
1,242	0,489	0,658	0,573	0,045	0,045
1,721*	0,454	0,652	0,553	0,038	0,039
1,940	0,445	0,574	0,510	0,061	0,060
2,461	0,446	0,549	0,498	0,075	0,076

Tabla III.4: Datos experimentales del sistema n-Decano-trans-Decalina a P=20 mmHg con malla.

F_m	X_C	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,942	0,473	0,677	0,575	0,037	0,037
0,965	0,472	0,672	0,572	0,038	0,038
0,995	0,471	0,682	0,576	0,035	0,036
1,070	0,483	0,615	0,549	0,058	0,059
1,074	0,473	0,602	0,537	0,056	0,059
1,101	0,475	0,619	0,547	0,053	0,054
1,144*	0,487	0,614	0,550	0,061	0,061
1,357	0,484	0,619	0,551	0,057	0,057
1,598	0,476	0,629	0,552	0,050	0,050
1,789	0,482	0,621	0,551	0,055	0,056
2,625	0,457	0,583	0,520	0,062	0,062

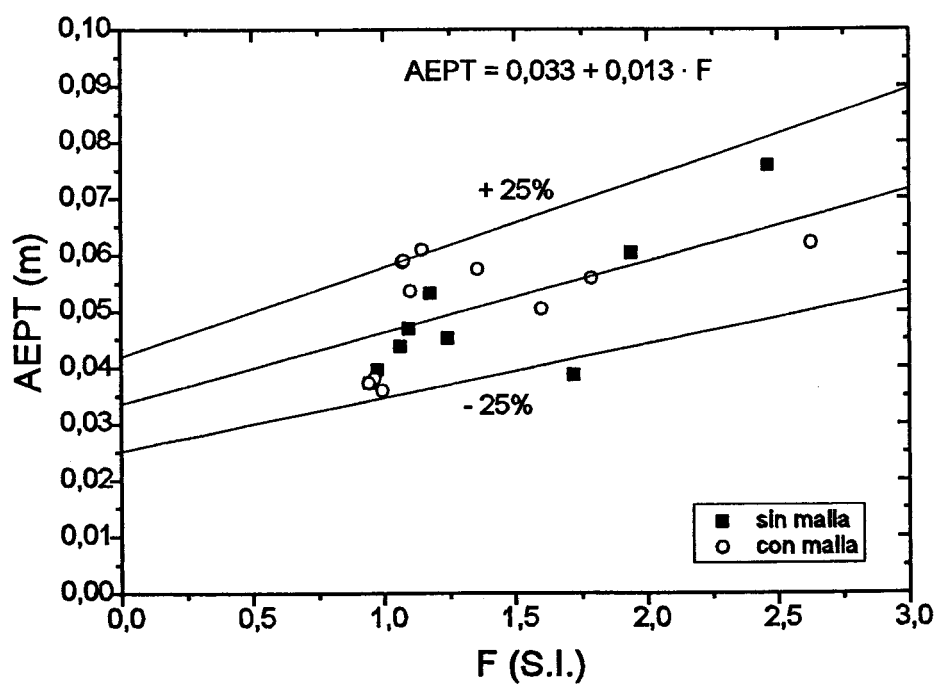


Fig. III.2: Datos experimentales y ajuste del sistema n-Decano-trans-Decalina a 20 mmHg con y sin malla.

Tabla III.5: Datos experimentales del sistema n-Decano-trans-Decalina a P = 10 mmHg sin malla.

F_m	X_C	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,907	0,479	0,634	0,556	0,038	0,038
0,909	0,458	0,645	0,551	0,031	0,031
0,916	0,445	0,636	0,541	0,030	0,031
0,946	0,459	0,623	0,541	0,036	0,036
0,958	0,474	0,625	0,549	0,039	0,038
0,974	0,464	0,613	0,538	0,039	0,040
0,979	0,447	0,647	0,547	0,029	0,029
0,986	0,469	0,635	0,552	0,035	0,035
0,991	0,482	0,608	0,545	0,047	0,047
1,117	0,448	0,615	0,532	0,035	0,035

Tabla III.6: Datos experimentales del sistema n-Decano-trans-Decalina a P = 10 mmHg con malla.

F_m	X_C	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,982	0,423	0,579	0,501	0,038	0,038
1,028	0,456	0,603	0,529	0,040	0,040
1,030	0,466	0,614	0,54	0,040	0,040
1,034	0,478	0,604	0,541	0,047	0,047
1,056	0,431	0,571	0,501	0,042	0,042
1,136	0,484	0,596	0,540	0,053	0,053
1,229	0,435	0,558	0,496	0,049	0,049
1,591	0,437	0,550	0,434	0,053	0,053

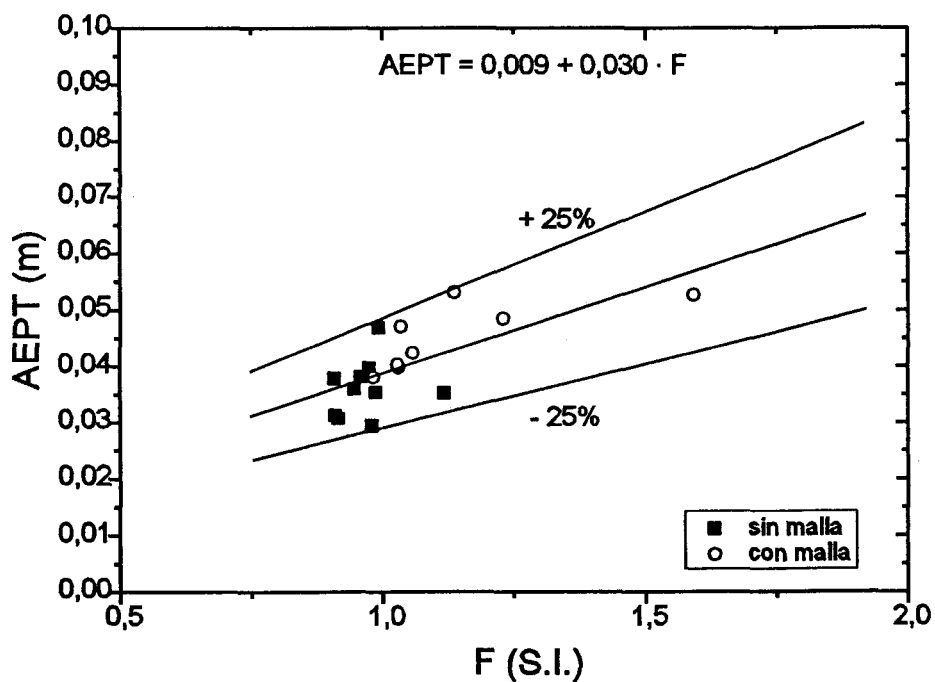


Fig. III.3: Datos experimentales y ajuste del sistema n-Decano-trans-Decalina a 10 mmHg con y sin malla.

Los anteriores datos experimentales sugieren:

- Que las columnas de laboratorio con rellenos estructurados de malla no van a presentar mala distribución líquida apreciable. Ya se ve que aún a flujos líquidos tan bajos como los que pueden darse con una presión de trabajo de 10 mmHg no existen diferencias entre los datos para columnas con malla o sin ella. En ninguna de las presiones se aprecia el aumento de eficacia en las operaciones con malla que se produciría si existiese un efecto de pared significativo. En realidad no es nada sorprendente la inexistencia del efecto pared, por la gran capacidad de redistribución del líquido en los rellenos estructurados (7) y porque según las sugerencias de la bibliografía (8) un punto de caída de reflujo es más que suficiente para esa sección de relleno.

- Que no se percibe cambio de la AEPT con la presión, al menos en el intervalo de vacío considerado. Esto permite un tratamiento conjunto de los datos experimentales para obtener una expresión de eficacia del sistema Decano-trans-Decalina entre 10 y 50 mmHg. Los datos correlacionados aparecen en la figura III.4:

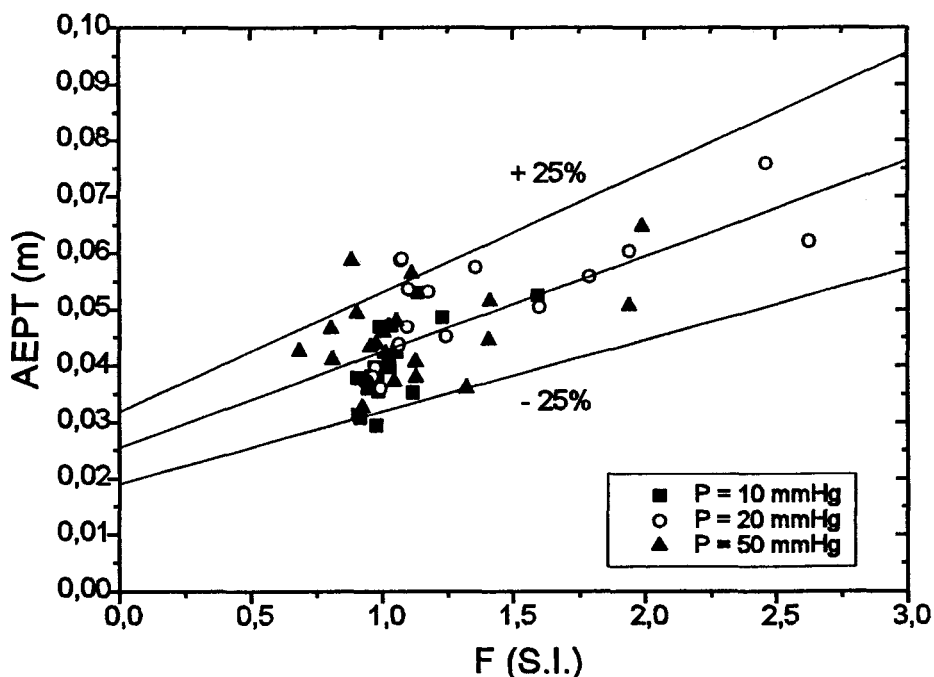


Fig III.4: Datos experimentales y ajuste del sistema n-Decano-trans-Decalina a 10, 20 y 50 mmHg.

La función de eficacia sería $AEPT (m) = 0,025 + 0,017 \cdot F$

III.3.- Sistema Etanol-Benceno

El sistema se ha rectificado a tres presiones: 180, 300 y 760 mmHg a las que las fracciones molares de etanol en el azeótropo son respectivamente 0,335, 0,375 y 0,450. Se tienen datos de eficacia para las zonas por encima y bajo el punto azeotrópico a 760 y 300 mmHg, pero no para la zona sobre el azeótropo a 180 mmHg (dado que a este vacío no se consiguieron resultados aceptables por el bajo punto de ebullición de la mezcla que hacia difícil su condensación con agua).

Al igual que para el sistema anterior se han marcado con un asterisco los datos experimentales que por tener una dispersión mayor del 15% no se han considerado en el ajuste matemático de los resultados.

De este modo los resultados obtenidos son los siguientes:

- Zona de composición superior al azeótropo.

Tabla III.7: Datos experimentales del sistema Etanol-Benceno en la zona de composición superior al azeótropo a presión atmosférica.

F_m	X_c	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,245	0,805	0,490	0,647	0,048	0,071
0,274	0,828	0,504	0,666	0,062	0,087
0,317	0,899	0,495	0,697	0,063	0,078
0,320	0,886	0,486	0,686	0,060	0,077
0,327	0,896	0,5452	0,721	0,088	0,098
0,334	0,895	0,524	0,709	0,079	0,090
0,347	0,907	0,552	0,729	0,090	0,098
0,361*	0,895	0,601	0,748	0,121	0,126
0,446	0,876	0,542	0,709	0,092	0,109
0,506	0,874	0,546	0,710	0,095	0,113

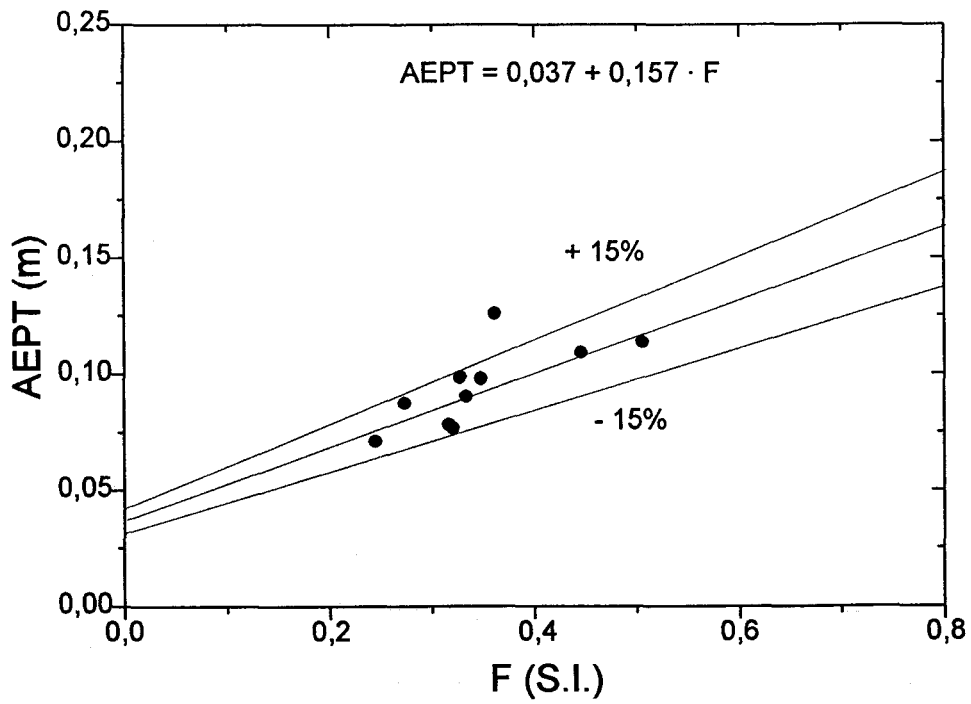


Fig. III. 5: Datos experimentales y ajuste del sistema Etanol-Benceno en la zona de composición superior al azeótropo a presión atmosférica.

Tabla III.8: Datos experimentales del sistema Etanol-Benceno en la zona de composición superior al azeótropo a P = 300 mmHg.

F_m	X_C	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,120	0,834	0,414	0,624	0,071	0,109
0,230	0,836	0,439	0,637	0,088	0,124
0,233	0,849	0,419	0,634	0,072	0,109
0,249*	0,756	0,391	0,573	0,056	0,091
0,256*	0,753	0,393	0,573	0,059	0,095
0,332*	0,774	0,457	0,615	0,110	0,156
0,355*	0,744	0,439	0,591	0,101	0,156
0,374*	0,768	0,398	0,583	0,063	0,102
0,379	0,805	0,439	0,622	0,092	0,133
0,383	0,787	0,421	0,604	0,080	0,127
0,435*	0,912	0,602	0,757	0,116	0,154
0,505	0,767	0,424	0,595	0,085	0,135
0,519	0,816	0,417	0,616	0,074	0,117
0,536	0,807	0,44	0,623	0,091	0,133
0,569	0,787	0,422	0,604	0,081	0,128
0,579	0,788	0,447	0,617	0,100	0,144
0,595*	0,946	0,49	0,718	0,096	0,099

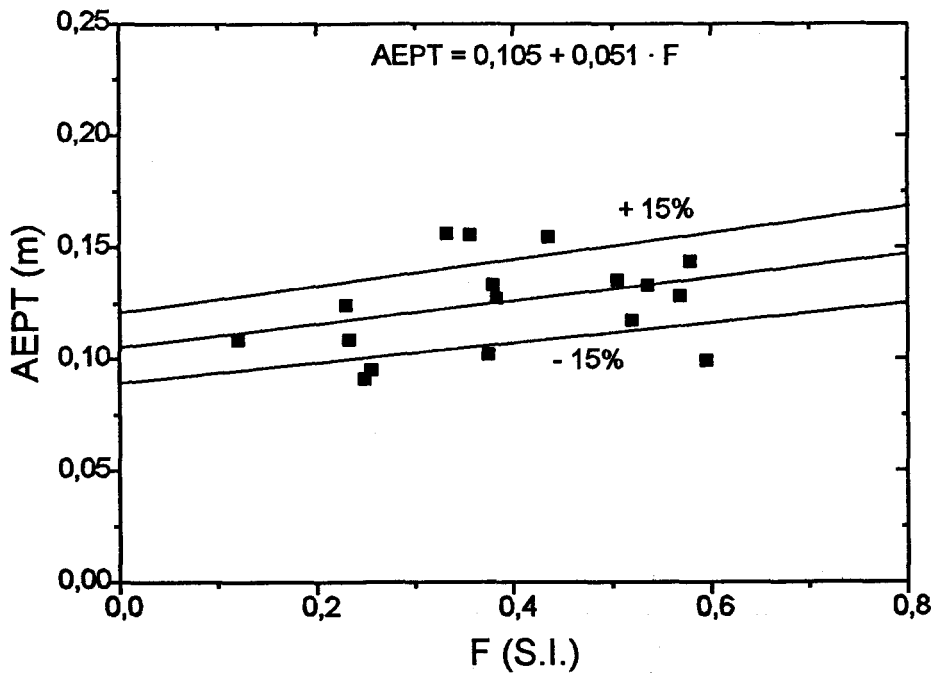


Fig. III.6: Datos experimentales y ajuste del sistema Etanol-Benceno en la zona de composición superior al azeótropo a P = 300 mmHg.

- Zona de composición inferior al azeótropo.

Tabla III.9: Datos experimentales del sistema Etanol-Benceno en la zona de composición inferior al azeótropo a presión atmosférica.

F_m	X_c	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,236	0,251	0,439	0,345	0,049	0,089
0,236	0,256	0,44	0,348	0,047	0,084
0,357	0,232	0,435	0,333	0,056	0,098
0,365	0,227	0,439	0,333	0,048	0,084
0,721	0,213	0,423	0,318	0,068	0,119
0,734	0,172	0,425	0,298	0,062	0,102
0,736	0,193	0,425	0,309	0,064	0,107
0,772*	0,180	0,402	0,291	0,089	0,145

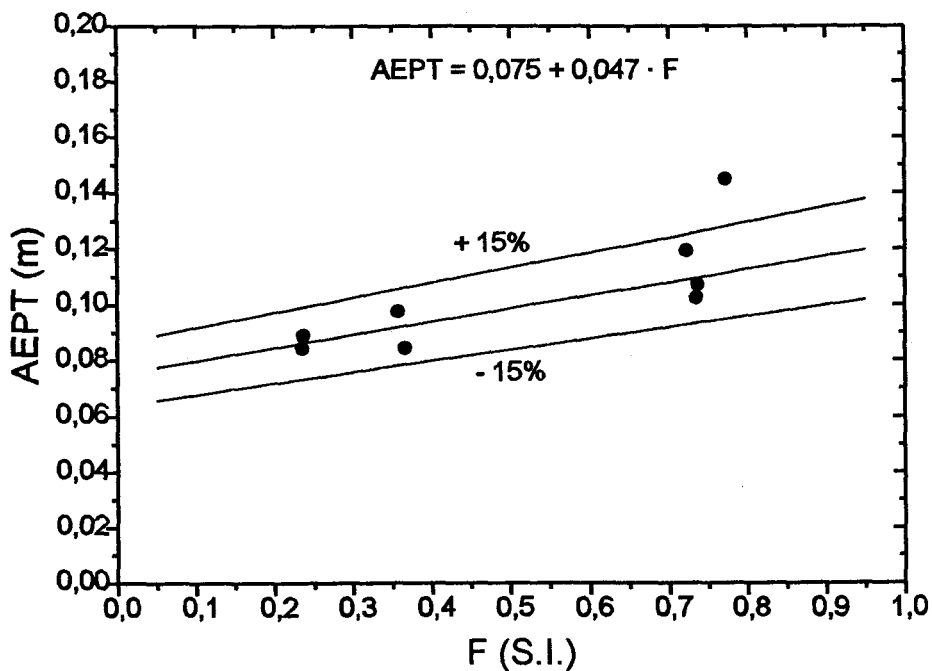


Fig. III.7: Datos experimentales y ajuste del sistema Etanol-Benceno en la zona de composición inferior al azeótropo a presión atmosférica.

Tabla III.10: Datos experimentales del sistema Etanol-Benceno en la zona de composición inferior al azeótropo a P = 300 mmHg.

F_m	X_C	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,308	0,247	0,366	0,306	0,067	0,118
0,399	0,227	0,367	0,297	0,062	0,106
0,406	0,225	0,364	0,294	0,068	0,120
0,544	0,190	0,361	0,275	0,070	0,129
0,548*	0,25	0,361	0,305	0,082	0,155
0,573	0,234	0,362	0,298	0,075	0,141
0,581	0,185	0,361	0,273	0,069	0,123

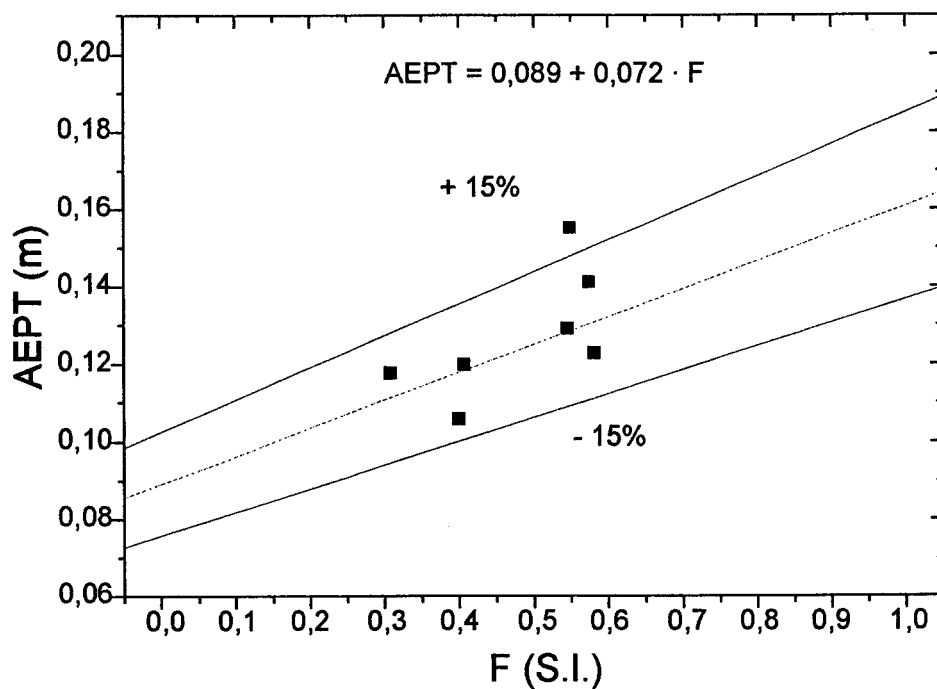


Fig. III.8: Datos experimentales y ajuste del sistema Etanol-Benceno en la zona de composición inferior al azeótropo a P = 300 mmHg.

Tabla III.11: Datos experimentales del sistema Etanol-Benceno en la zona de composición inferior al azeótropo a $P = 180$ mmHg.

F_m	X_c	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,290	0,234	0,334	0,284	0,059	0,138
0,290	0,244	0,334	0,289	0,061	0,145
0,403*	0,171	0,334	0,252	0,051	0,106
0,410	0,206	0,328	0,267	0,075	0,157
0,590*	0,253	0,329	0,291	0,087	0,187
0,600	0,249	0,330	0,289	0,081	0,177
0,710	0,233	0,332	0,282	0,068	0,152
0,710	0,242	0,332	0,287	0,070	0,159
0,750	0,230	0,329	0,279	0,078	0,168

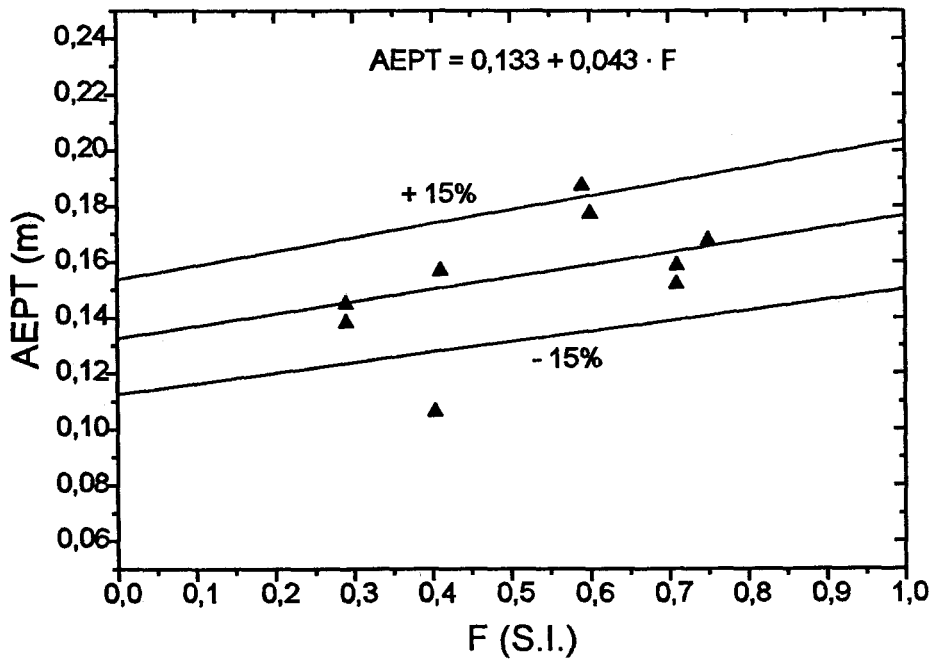


Fig. III.9: Datos experimentales y ajuste del sistema Etanol-Benceno en la zona de composición inferior al azeótropo a $P = 180$ mmHg.

A la vista de los resultados puede señalarse:

- La gran diferencia entre AUT y AEPT. En el sistema Decano-trans-Decalina, las dos formas de expresar la eficacia presentaban pocas diferencias, al ser las líneas de operación y de equilibrio de pendiente similar. Pero en los sistemas azeotrópicos las pendientes son muy diferentes. En consecuencia se encuentran AEPT que son hasta dos veces la AUT para la misma operación.

- Las consecuencias de lo anterior alcanzan más allá de las comparaciones de eficacia entre equipos o sistemas, ya que pueden darse interpretaciones distintas de los resultados utilizando un método u otro de medida de la eficacia. Tomemos la variación de AUT en la zona sobre el azeótropo a las dos presiones para las que se tienen datos:

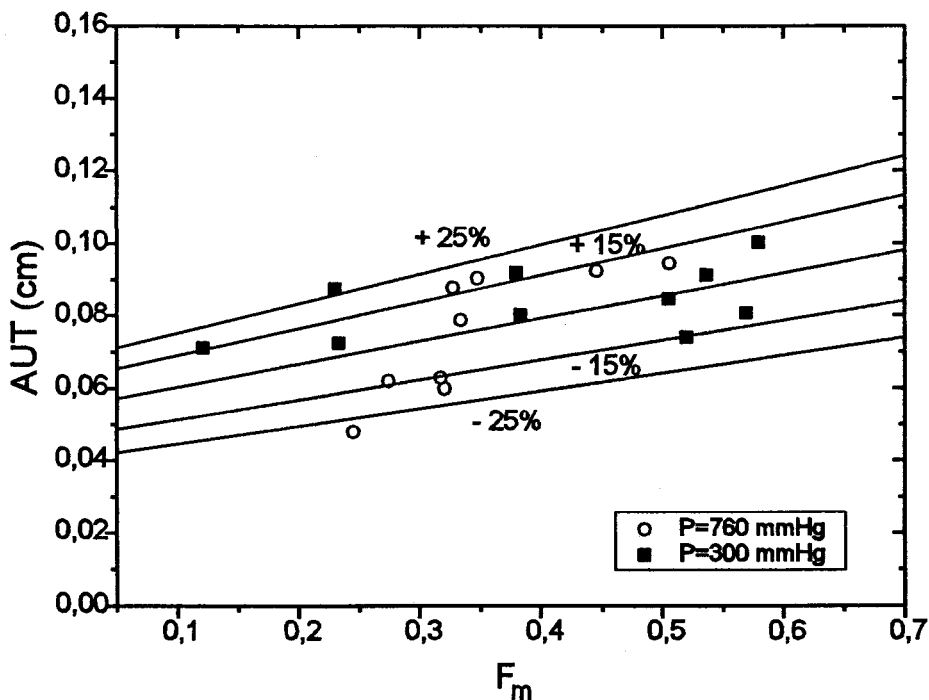


Fig. III.10: Datos experimentales de la AUT del sistema Etanol-Benceno en las zonas de composición superiores al azeótropo.

Como se ve, puede sugerirse una correlación única para todos los datos experimentales (menos uno). De manera que la conclusión sería que la eficacia en forma de AUT no es función de la presión. En el otro caso, utilizándose la AEPT, se tienen dos correlaciones diferentes, tendiendo AEPT sobre el azeótropo (con un

factor F muy parecido) a ser mayor que bajo él.

- De todas formas, la comparación entre las diferentes zonas del sistema a distintas presiones es especialmente complicada. Desde luego existe una diferencia de composición importante entre las operaciones por encima y bajo del punto azeotrópico. Resumiremos los valores de concentración en cada zona y para cada presión con una fracción molar media (X_M) de todas las composiciones medias (X_m) de las operaciones que se encuentran dentro del intervalo de dispersión aceptado ($\pm 15\%$).

Estos valores medios e intervalos de concentración son los que se muestran en la siguiente tabla:

Tabla III.12: Medias aritméticas de las composiciones medias del sistema Etanol-Benceno para cada presión y cada una de las zonas estudiadas.

ZONA	P (mmHg)	X_M
$X_m > X_{az.}$	760	$0,689 \pm 0,042$
	300	$0,621 \pm 0,026$
$X_m < X_{az.}$	760	$0,326 \pm 0,028$
	300	$0,287 \pm 0,015$
	180	$0,284 \pm 0,005$

Una vez establecidas las medias aritméticas y los intervalos de composición para cada uno de los casos, se pasa a comprobar la composición media de cada uno de los datos experimentales con el fin de realizar una simple estadística que nos dé indicios sobre la posible influencia de la composición en la eficacia del relleno. Del análisis de los resultados puede deducirse:

- Que del conjunto de datos eliminados en los distintos ajustes, el 83,3% presentan una composición media fuera del intervalo definido para cada caso en concreto, mientras que tan solo dos datos de los eliminados poseen una composición media dentro del intervalo que les correspondería.

- Que de todos los datos empleados en los ajustes, el 95% tienen su composición media dentro de los intervalos definidos y sólo dos valores, el 5% restante, fuera del mismo.

Cabe atribuir, por tanto, una influencia significativa de la composición sobre la eficacia en el sistema Etanol-Benceno, y no es razonable correlacionar con una ecuación única los datos para cada presión.

-Existe otra razón para distinguir entre ambas zonas, un efecto que se solapa con el cambio de composición. Es bien conocido que en los sistemas donde el componente más volátil tiene una tensión superficial claramente mayor que el más fijo el movimiento de la interfase inducido por los gradientes de tensión superficial (efecto Marangoni) puede acabar con roturas de la película líquida en equipos de área interfacial soportada (9,10,11,12). Esa "negatividad superficial" se presenta irremediablemente en las mezclas con azeotropía, ya que en ellas se produce una inversión de la volatilidad sin que haya inversión en el cambio de tensión superficial. Para el caso concreto del sistema Etanol-Benceno el sistema sería "negativo", y por tanto tendente a la rotura de la película líquida, cuando el benceno, de mayor tensión superficial, sea el más volátil, es decir por encima del azeótropo. Así que la menor eficacia que se percibe para esa zona puede deberse a ese efecto, superpuesto con el cambio de concentración.

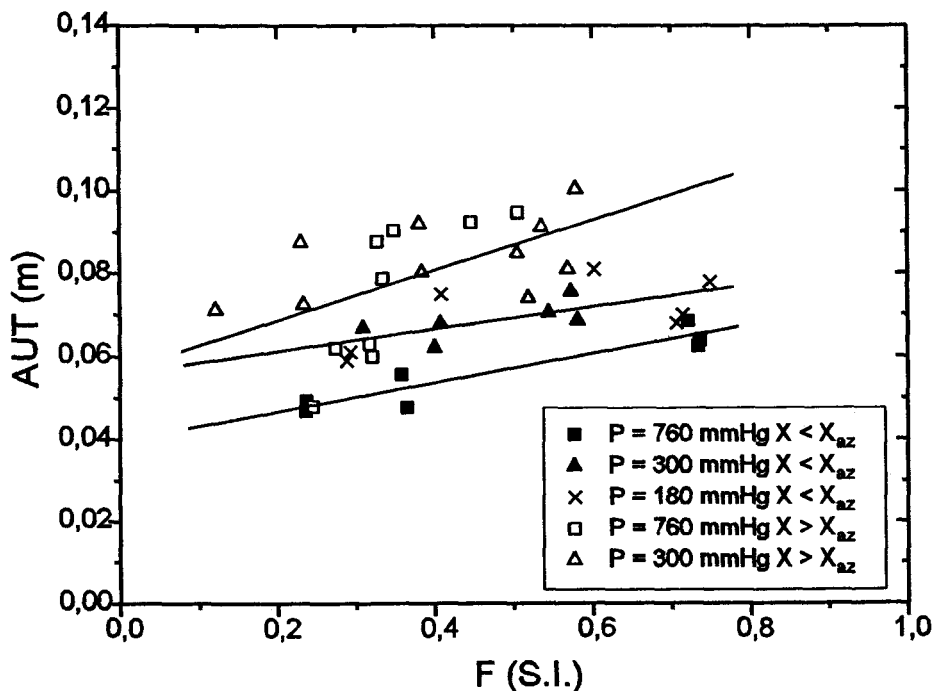


Fig. III.11: Comparación de eficacias en forma de AUT del sistema Etanol-Benceno.

En la figura III.11 puede observarse claramente la diferencia de eficacia presentada por las operaciones de composición superior e inferior al azeótropo. Por otro lado, la expresión de la eficacia en forma de AUT, al contrario que la AEPT, no sólo nos permite tratar conjuntamente las dos presiones de mayor composición, sino que también permite un ajuste conjunto de las presiones 180 y 300 mmHg de menor composición que el punto azeotrópico con una dispersión inferior al 15%.

Los ecuaciones de dichos ajustes son las que se presentan a continuación:

- P = 760 y 300 mmHg ($X > X_{az}$): AUT = 0,057 + 0,060 F
- P = 760 mmHg ($X < X_{az}$): AUT = 0,040 + 0,034 F
- P = 300 y 180 mmHg ($X < X_{az}$): AUT = 0,056 + 0,026 F

* * *

Aparte de proporcionar datos de eficacia de dos sistemas rectificadores a presión atmosférica y alto y bajo vacío, la experimentación precedente apunta:

- Que puede ignorarse el efecto pared para rellenos estructurados de laboratorio. No hay que hacer distinciones por el flujo de líquido, excepto, naturalmente, si se trabaja en condiciones de preinundación.
- Que la composición puede ser una variable significativa.
- Que la expresión de los resultados como AEPT en vez de AUT puede no ser una cuestión trivial.

Esto se tiene en cuenta para la experimentación que a continuación se presenta. Los resultados se refieren a mezclas binarias acuosas y orgánicas, rectificables a presión atmosférica o a vacío, con las siguientes condiciones:

- Que existan datos a nivel de planta piloto en la bibliografía, pues se busca establecer un factor de cambio de escala.
- Que no sean mezclas azeotrópicas.
- Que sean sistemas superficialmente positivos, de manera que no haya una posibilidad de rotura de la película líquida, con el problema de la superposición de una reducción de la interfase a los otros factores influyentes sobre la eficacia.
- Que se opere a composición virtualmente constante, lo que implica ensayos previos para ajustar una experimentación con una variación limitada de la fracción molar media.

Sistemas Acuosos

III.4.- Sistema Acetona-Agua.

Se trabaja a presión atmosférica. Dada la elevada volatilidad relativa de la mezcla, las fracciones molares de acetona en los extremos de la columna son muy altas, y X_m muy diferente a 0,50. Claro es que si se incluyera, incorrectamente, la concentración del hervidor en lugar de X_c , X_m sería menor. Esto pudiera ser una diferencia con los datos en planta piloto, pero no podemos saberlo, ya que en la bibliografía no se especifica la concentración de la mezcla rectificada.

Los resultados obtenidos son los que se muestran a continuación:

Tabla III.13: Datos experimentales del sistema Acetona-Agua a presión atmosférica.

F_m	X_c	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,406	0,716	0,978	0,847	0,034	0,047
0,562	0,731	0,979	0,855	0,033	0,045
0,656	0,614	0,973	0,793	0,034	0,049
0,723	0,669	0,960	0,815	0,044	0,063
0,782	0,689	0,960	0,825	0,045	0,064
0,837	0,593	0,952	0,773	0,046	0,069
0,940	0,679	0,949	0,814	0,052	0,077
1,010	0,612	0,954	0,783	0,046	0,068
1,510	0,695	0,955	0,825	0,049	0,071

No es sorprendente la gran diferencia entre AUT y AEPT, típica de sistemas acuosos en el que el componente distinto del agua es mucho más volátil que ella.

Para presión atmosférica y $X_M = 0,814 \pm 0,041$ se obtiene la gráfica que aparece en la figura III.12.

Puede observarse que los datos experimentales se encuentran en un intervalo de F entre 0,4 y 1,1 $m/s \cdot (Kg/m^3)^{0,5}$, excepto una experiencia cuyo F es 1,51. Se intentó completar la función entre 1,1 y 1,5 con alguna operación más, pero en la práctica no es una mera cuestión de incrementar la calefacción en el calderín. Hay que tener en cuenta que el cálculo del factor F pasa por la determinación

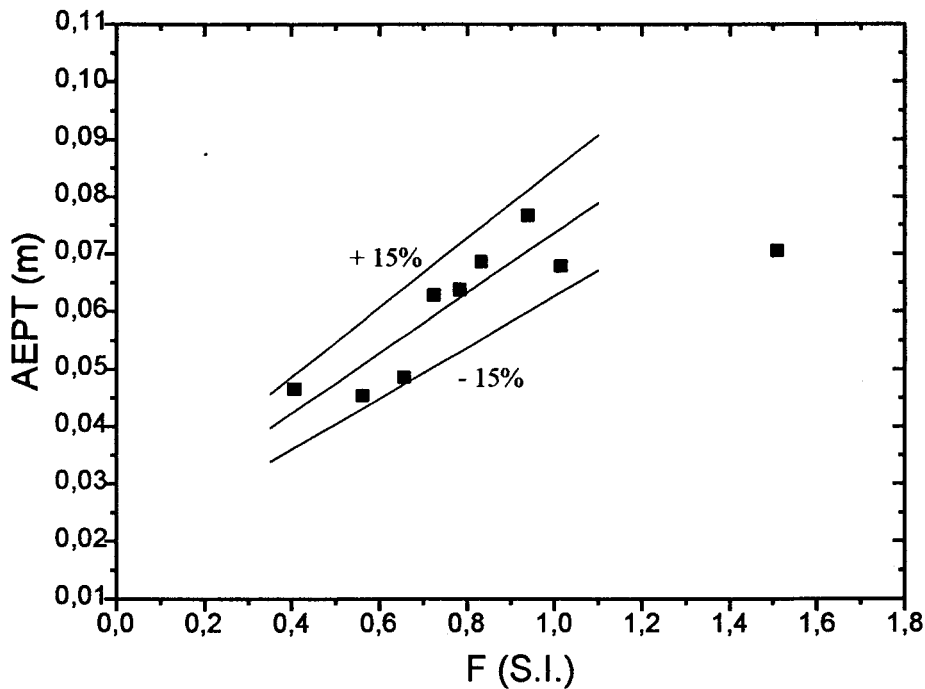


Fig. III.12: Datos experimentales y ajuste del sistema Acetona-Agua a presión atmosférica.

experimental del flujo volumétrico en cabeza y cola de la columna midiendo el tiempo que transcurre en el llenado de las piezas aforadas colocadas a tal efecto. Pues bien, los incrementos de tiempos cronometrados experimentalmente en la columna para dar lugar a factores F elevados son mucho menores que los que se dan para obtener valores de F menores. Esto hace que la determinación de un valor experimental a un factor F elevado requiera un control extraordinario sobre el sistema, dificultado además por el intercambio de calor con el medio en las superficies no aisladas de la columna.

En cualquier caso, los resultados pueden correlacionarse del siguiente modo:

$$AEPT = 0,021 + 0,052 F \quad (0,4 < F < 1,1)$$

o si se quiere incluir el último punto con una ecuación de segundo:

$$AEPT = 0,001 + 0,115 F + 0,045 F^2$$

III.5.- Sistema Metanol-Agua.

Las rectificaciones se realizan a presión atmosférica. Como en el sistema Acetona-Agua se tienen fracciones molares medias altas y grandes diferencias entre AUT y AEPT.

Tabla III.14: Datos experimentales del sistema Metanol-Agua a presión atmosférica.

F_m	X_c	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,272	0,620	0,993	0,807	0,032	0,049
0,379	0,571	0,989	0,780	0,036	0,055
0,455	0,555	0,986	0,770	0,038	0,058
0,463	0,388	0,985	0,686	0,036	0,053
0,478	0,601	0,989	0,795	0,037	0,056
0,536	0,558	0,973	0,765	0,048	0,073
0,578	0,562	0,967	0,765	0,052	0,079
0,662	0,566	0,966	0,766	0,053	0,080

La sustitución de la acetona por el metanol en el sistema acuoso binario provoca:

- Un estrechamiento del intervalo de operación, reduciéndose la variación posible del factor F.
- Una pérdida de eficacia, como puede comprobarse comparando las correlaciones representadas en las figuras III.12 y III.13. Para un F intermedio, 0,5, la diferencia es de un 30%.

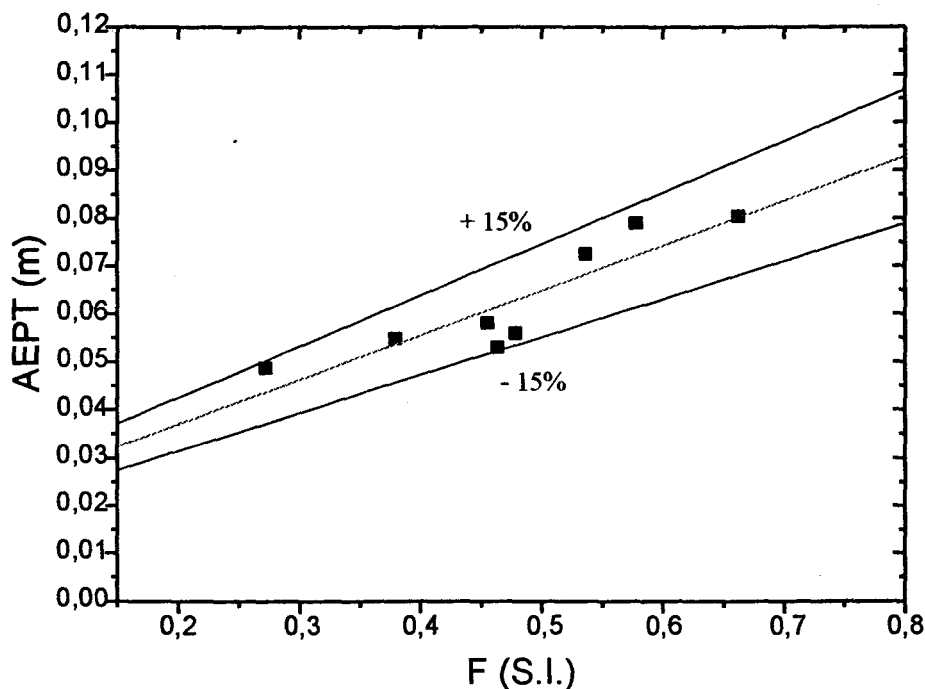


Fig. III.13: Datos experimentales y ajuste del sistema Metanol-Agua a presión atmosférica.

Los datos pueden correlacionarse según la siguiente expresión en un intervalo de F entre 0,25 y 0,7 con una $X_M = 0,746 \pm 0,061$:

$$AEPT = 0,018 + 0,093 F$$

Observar como el intervalo de X_M permitido es muy superior al resto hasta ahora vistos. Este se podría reducir hasta $X_M = 0,78 \pm 0,015$ con lo que se saldrían del intervalo dos puntos que corresponden a los F de 0,272 y 0,463. Si nos fijamos en la figura III.13 se ve claramente como estos dos puntos corresponden con los que se encuentran mas próximos a la dispersión permitida en este sistema.

Sistemas Orgánicos

III.6.- Sistema Metanol-Etanol.

Se separa la mezcla Metanol-Etanol, utilizada a veces como mezcla patrón, a presión atmosférica.

Tabla III.15: Datos experimentales del sistema Metanol-Etanol a presión atmosférica.

F_m	X_c	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,419	0,375	0,714	0,544	0,082	0,086
0,454	0,372	0,684	0,528	0,091	0,095
0,543	0,368	0,647	0,508	0,104	0,107
0,561	0,372	0,684	0,528	0,091	0,094
0,651	0,306	0,522	0,429	0,121	0,120
0,837	0,382	0,608	0,495	0,131	0,133
0,850	0,408	0,636	0,522	0,127	0,131

Hay una evidente proximidad entre las dos formas de expresar la eficacia y las X_m no son muy diferentes de la equimolaridad. La eficacia es claramente inferior a la de los sistemas acuosos.

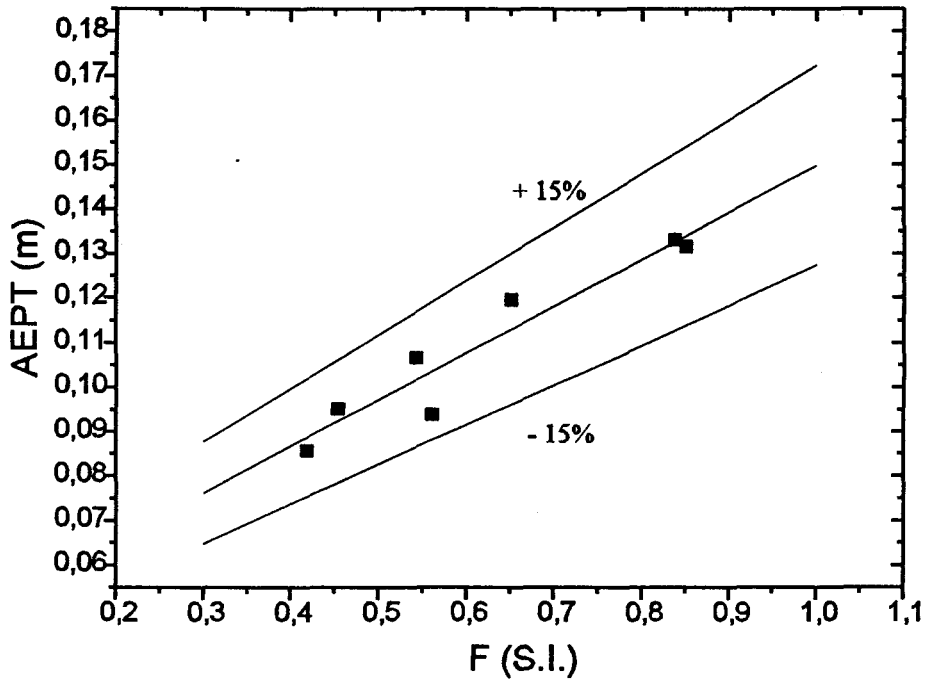


Fig. III.14: Datos experimentales y ajuste del sistema Metanol-Etanol a presión atmosférica.

Los datos de este sistema pueden correlacionarse para unos valores de F entre 0,4 y 0,9 y una $X_M = 0,486 \pm 0,058$ mediante la siguiente correlación:

$$AEPT = 0,045 + 0,105 F$$

III.7.- Sistema Etilbenceno-Estireno.

El sistema Etilbenceno-Estireno se rectifica a vacío no muy alto y a dos presiones distintas: 50 y 100 mmHg, obteniéndose los siguientes resultados experimentales:

Tabla III.16: Datos experimentales del sistema Etilbenceno-Estireno a P = 50 mmHg.

F_m	X_c	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,475	0,403	0,913	0,658	0,025	0,027
0,525	0,401	0,873	0,637	0,030	0,032
0,643	0,403	0,871	0,637	0,030	0,032
0,746	0,401	0,845	0,623	0,035	0,037
0,830	0,397	0,831	0,614	0,034	0,035
0,936	0,393	0,785	0,589	0,042	0,043
1,024	0,393	0,825	0,609	0,036	0,038
1,100	0,401	0,811	0,606	0,038	0,040

Tabla III.17: Datos experimentales del sistema Etilbenceno-Estireno a P = 100 mmHg.

F_m	X_c	X_D	X_m	AUT	AEPT
0,551	0,418	0,901	0,659	0,026	0,028
0,673	0,395	0,829	0,612	0,034	0,035
0,925	0,403	0,784	0,594	0,040	0,042
0,954	0,420	0,811	0,615	0,038	0,040
1,176	0,416	0,741	0,578	0,049	0,050

Puede comprobarse que no existen diferencias significativas entre las composiciones medias encontradas a ambas presiones; de manera que las diferencias en eficacia, de haberlas, no pueden atribuirse a la concentración en el sistema, sino a la presión.

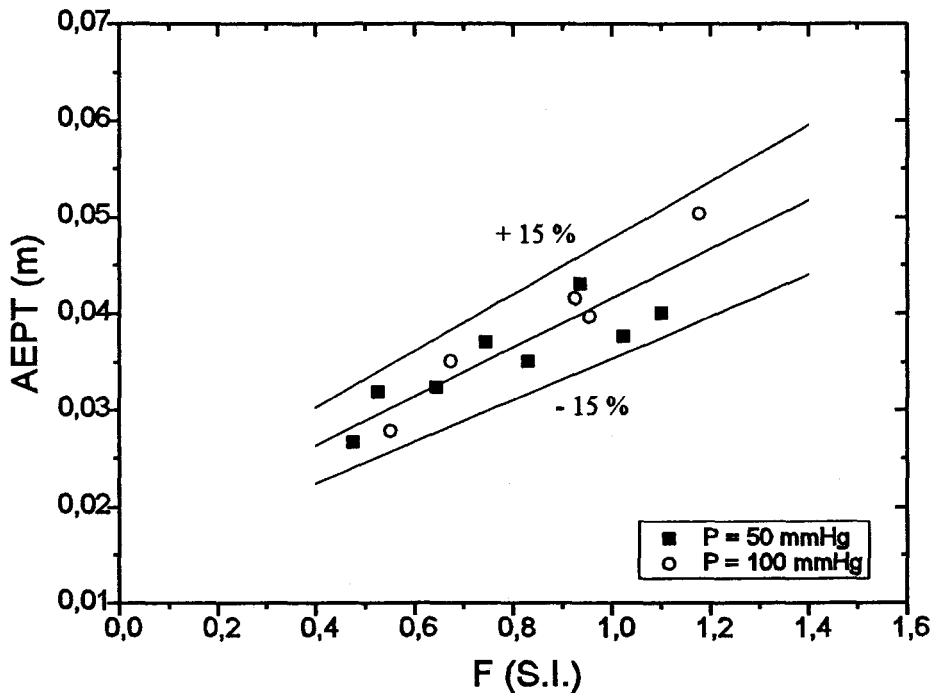


Fig. III.15: Datos experimentales y ajuste conjunto del sistema Etilbenceno-Estireno a 50 y 100 mmHg.

De hecho no se aprecian AEPT diferentes al variar la presión, lo que permite correlacionar todos los datos con una única ecuación para una composiciones medias de $X_M = 0,623 \pm 0,035$ a 50 mmHg y $X_M = 0,618 \pm 0,041$ a 100 mmHg. La función es la siguiente:

$$AEPT = 0,016 + 0,025 F$$

* * *

Aunque esto puede matizarse, cabe decir que todos los datos experimentales presentados son correlacionables por una función muy sencilla del tipo $AEPT = a + b F$, para una X_M y, en general, sin influencia significativa de la presión.

Es necesario contrastar una solución tan simple de la función de eficacia y para ello utilizaremos otras experimentaciones de nuestro grupo de trabajo o la escasa información que se encuentra en la bibliografía para escala de laboratorio.

* * *

III.8.- Sistema trans-Decalina-cis-Decalina.

Este sistema patrón ha sido muy estudiado. A pequeña escala contamos con la experimentación realizada en nuestro laboratorio (13,14). En la siguiente figura se reúnen los resultados para amplios intervalos de presión y flujo.

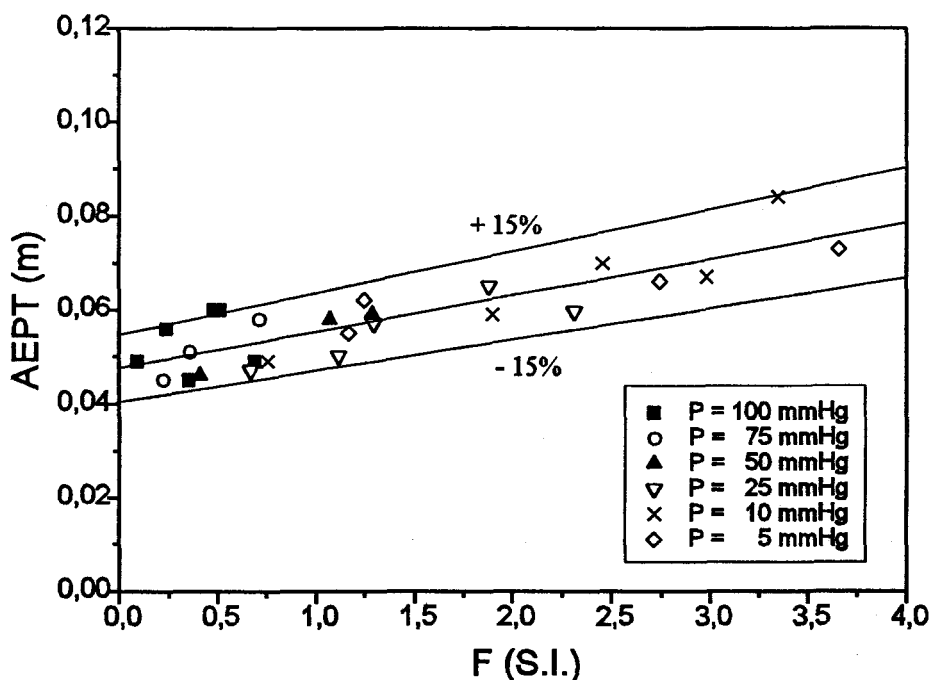


Fig. III.16: Ajuste experimental conjunto del sistema cis-Decalina-trans-Decalina a 5, 10, 25, 50, 75 y 100 mmHg.

Como se ve no hay problema en correlacionar la eficacia con una ecuación válida para todas las presiones y una $X_M = 0,804 \pm 0,016$:

$$AEPT = 0,047 + 0,008 F$$

Con ello, se confirmaría la linealidad de la función y la no influencia de la presión anteriormente encontradas.

Sin embargo, no siempre sucede así. En una información de Sulzer (15) se indica que la eficacia es un 25% mayor a 100 mbar que a 50 sin que se especifique ningún sistema en concreto. En realidad es muy difícil discernir si estas diferencias, que no son muy grandes, dan cuenta de un hecho físico o son una consecuencia de desconsiderar la dispersión de los resultados que se da en rectificación. Sí parece claro que la función lineal no es siempre la mejor correlación de los datos de eficacia, como lo muestran las siguientes variaciones de AEPT, obtenidas en nuestro laboratorio:

III.9.- Sistema n-Heptano-Metilciclohexano.

Rectificación a presión atmosférica (16).

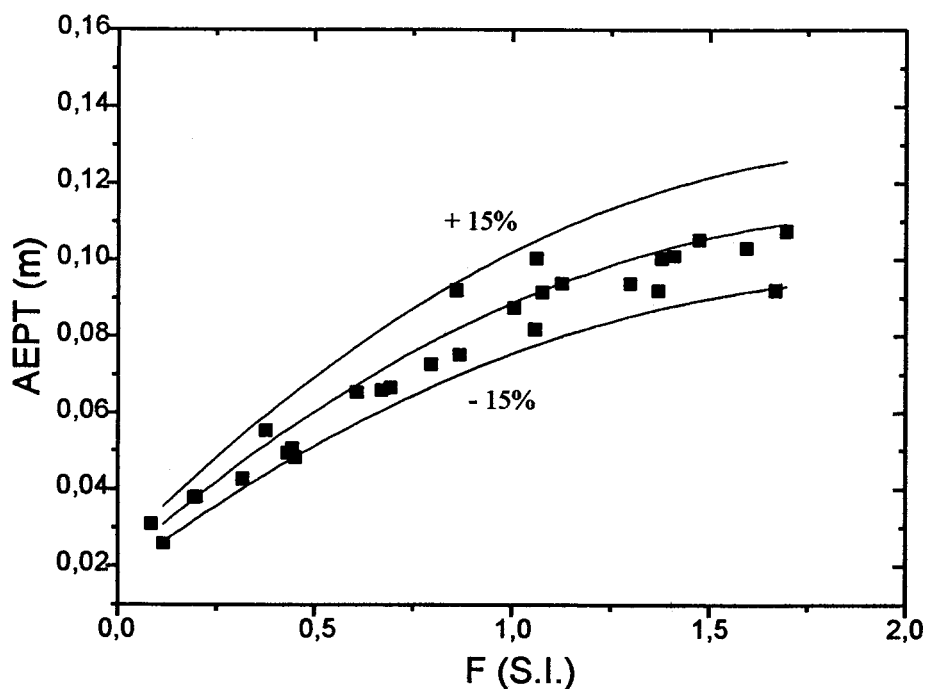


Fig. III.17: Ajuste experimental del sistema n-Heptano-Metilciclohexano a presión atmosférica.

La correlación queda como sigue para una $X_M = 0,700 \pm 0,030$

$$AEPT = 0,021 + 0,090 F - 0,022 F^2$$

III.10.- Sistema Ciclohexano-n-Heptano.

Al igual que en el caso anterior la rectificación se realiza a presión atmosférica (17).

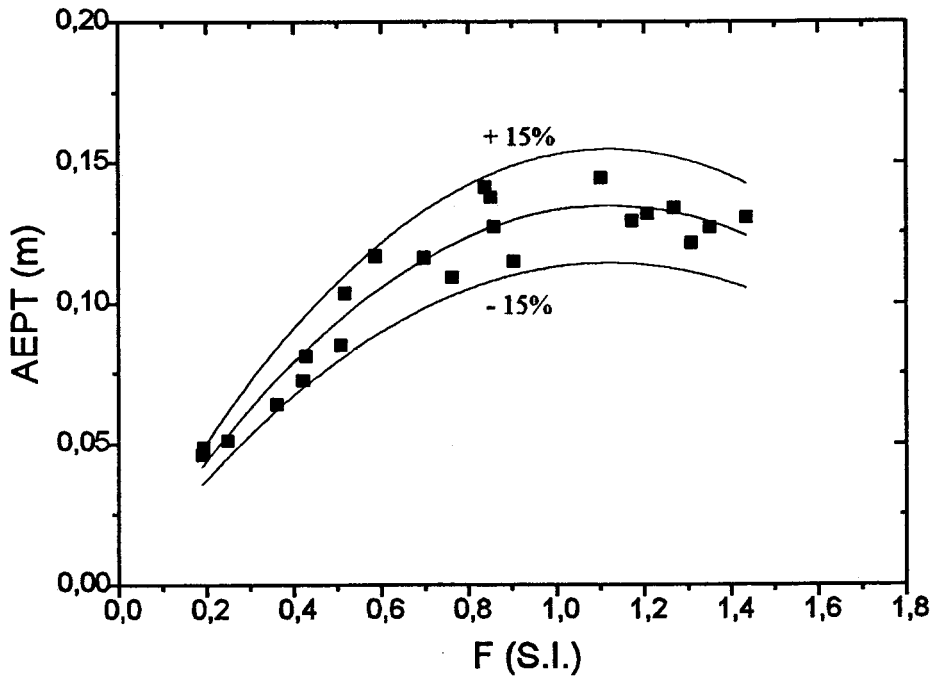


Fig. III.18: Ajuste experimental del sistema Ciclohexano-n-Heptano a presión atmosférica.

En este caso la correlación obtenida para este sistema con una $X_M = 0,490 \pm 0,040$ es la siguiente:

$$AEPT = 0,0005 + 0,239 F - 0,107 F^2$$

De manera que parece mejor reunir los resultados en la forma:

$$AEPT = a + b F - c F^2$$

a una presión y X_M dados, aunque es frecuente que $AEPT \neq f(P)$ y $c \rightarrow 0$.

* * *

III.11.- Resumen.

En la figura III.19 se resumen todas las correlaciones presentadas anteriormente para sistemas con composición media constante:

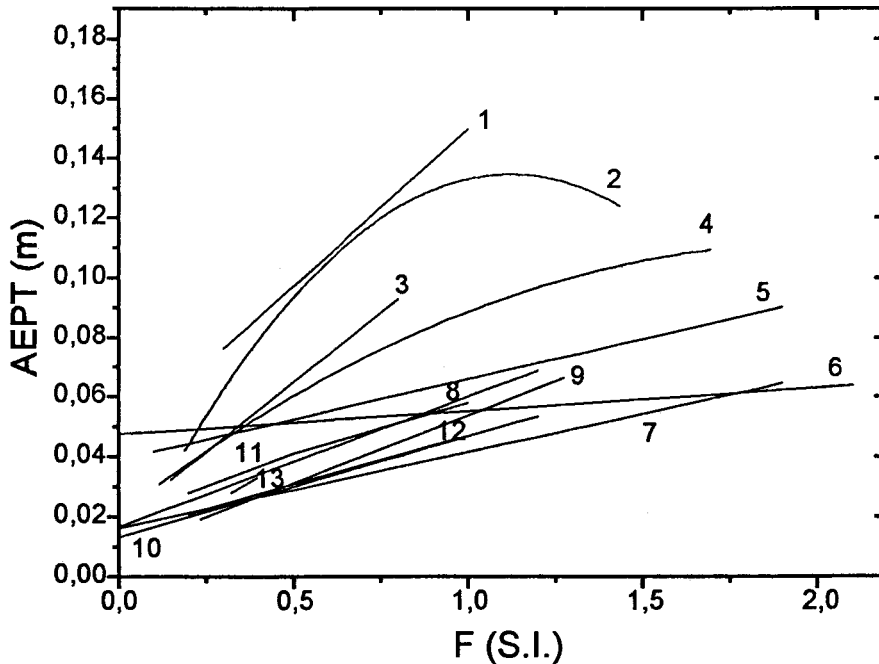


Figura 19: Representación conjunta de los ajustes experimentales de los datos rectificadas a pequeña escala en nuestros laboratorios junto con otros datos bibliográficos a la misma escala. La signatura de las distintas líneas es la siguiente:

- 1.- Sistema Metanol-Etanol a presión atmosférica.
- 2.- Sistema Ciclohexano-n-Heptano a presión atmosférica.
- 3.- Sistema Metanol-Agua a presión atmosférica.
- 4.- Sistema n-Heptano-Metilciclohexano a presión atmosférica.
- 5.- Sistema Acetona-Agua a presión atmosférica.
- 6.- Sistema trans-Decalina-cis-Decalina a $P = 5-100$ mmHg.
- 7.- Sistema Etilbenceno-Estireno a $P = 50,100$ mmHg.
- 8.- Sistema Clorobenceno-Etilbenceno a presión atmosférica (1).
- 9.- Sistema Clorobenceno-Etilbenceno a $P = 300$ mmHg (1).
- 10.- Sistema Clorobenceno-Etilbenceno a $P = 40-78$ mmHg (1).
- 11.- Sistema no explicitado a $P = 100$ mmHg. (15).
- 12.- Sistema no explicitado a $P = 50$ mmHg. (15).
- 13.- Sistema Clorobenceno-Etilbenceno a $P = 375$ mmHg en relleno al azar de malla sin especificar modelo (18).

A la vista de la información obtenida para la eficacia de rellenos estructurados de laboratorio puede afirmarse:

- Que los datos experimentales son correlacionables mediante polinomios sencillos, del tipo:

$$AEPT = a + b \cdot F - c \cdot F^2$$

siendo c con frecuencia igual a cero.

- Que la función es siempre creciente: a y $b > 0$. Y en general con un aumento importante de AEPT al aumentar F .

- Que no existe una tendencia clara sobre la eficacia de sistemas diferentes. Es verdad que los sistemas rectificadores a vacío presentan en general una AEPT menor que los rectificadores a presión atmosférica, pero también se encuentra que un sistema destilado a distintas presiones no presenta diferencias significativas en su eficacia.

Tampoco existe una tendencia clara que permita distinguir entre sistemas acuosos y orgánicos.

De las correlaciones se puede deducir el valor de la AEPT de laboratorio con el flujo adecuado para el cambio de escala ($F = 0,8 - 1,0$) (1).

Tabla III.18: Valores de AEPT de los distintos sistemas rectificadores a escala laboratorio para los valores de F óptimos para el cambio de escala.

Sistema	P	X_M	AEPT $F=0,8$	AEPT $F=1,0$
Acetona/Agua	760	0,814	0,062	0,073
Metanol/Agua	760	0,746	0,092	0,111
Metanol/Etanol	760	0,486	0,129	0,150
Etilbenceno/Estireno	50,100	0,620	0,036	0,041
trans-Decalina/cis-Decalina	5-100	0,804	0,053	0,055
n-Heptano/Metilciclohexano	760	0,700	0,079	0,089
Ciclohexano/n-Heptano	760	0,490	0,123	0,132

III.12.- Bibliografía Capítulo III.

- 1.- J. R. Huffton, J. L. Bravo, J. R. Fair: *Ind. Eng. Chem. Res.* 27 (1988) 2096.
- 2.- J. A. Bonilla: *Chem. Eng. Prog.* 89.3 (1993) 47.
- 3.- L. Klemos, J. A. Bonilla: *Chem. Eng. Prog.* 91.7 (1995) 27.
- 4.- A. Shariat, J. G. Kunesh: *Ind. Eng. Chem. Res.* 34 (1995) 1273.
- 5.- J. M. Martínez, A. Roselló: *Anales de Química.* 74 (1978) 1420.
- 6.- A. Roselló, A. Hormigo, A. Martín: *Afinidad* 78 (1981) 220.
- 7.- M. Huber, W. Meier: *Revista Técnica Sulzer* 1/2 (1975).
- 8.- J. G. Kunesh, L. Lahm, T. Yanagi: *Ind. Eng. Chem. Res.* 26 (1987) 1845.
- 9.- F. J. Zuideweg, A. Harmens: *Chem. Eng. Sci.* 9 (1958) 89.
- 10.- J. C. Berg: *Recent Development in Separation Sci.* 2 (1972) 1.31
- 11.- F. P. Moens: *Chem. Eng. Sci.* 27 (1972) 275 y 285.
- 12.- A. Roselló, A. Martín, J. Cota: *Chem. Biochem. Eng. Q.* 6.1 (1992) 13.
- 13.- A. Martín, P. Fontón, J. Cota, A. Roselló: *5th Mediterranean Congress of Chemical Engineerig. Barcelona (1990)* I.240.
- 14.- A. Roselló, A. Martín: *I. Chem. Eng. Symp. Series* 128 (1992) B 121.
- 15.- Sulzer: *Separation Columns for Distillation and Absortion (XI.85)*
- 16.- A. Roselló, A. Martín, F. Carrillo, I. De la Cruz: *7th Mediterranean Congress of Chemical Engineerig. Barcelona (1996)* 78.
- 17.- A. Roselló, A. Martín, F. Carrillo, D. Robles: *XXVI Reunión Bienal de Química (1997)* 5S.05.
- 18.- E. Krell: *Hanbook of Laboratory Distillation. Elsevir (1982).*

CAPÍTULO IV :

**DATOS DE EFICACIA
EN PLANTA PILOTO.**

IV.1.- Datos a escala piloto.

Como se ha dicho en la "Introducción", los rellenos estructurados por los que en este momento la industria demuestra más interés son los de láminas corrugadas. Sin embargo, no existen otros rellenos estructurados de laboratorio mas que los de malla, de manera que debe buscarse una similitud entre las corrugaciones de malla y las de láminas perforadas.

No es sorprendente que ambos tipos presenten eficacias diferentes. Podemos compararlos utilizando datos del sistema Clorobenceno-Etilbenceno rectificado en plantas piloto con rellenos de malla (Sulzer BX y CY) y de láminas corrugadas (Mellapak 125,250, 350 y 500) a 50 y 76 mbar (Fig. IV.1).

Pueden verse diferencias importantísimas en el nivel de eficacia, aún con el mismo sistema y tipo de relleno. Incluso puede darse una forma de variación diferente con el flujo, como en la separación del o/p xileno a 50 torr (2). Como puede observarse en la figura IV.2, los rellenos de láminas corrugadas presentan una AEPT prácticamente constante mientras que en los de malla la AEPT es creciente al aumentar el factor F.

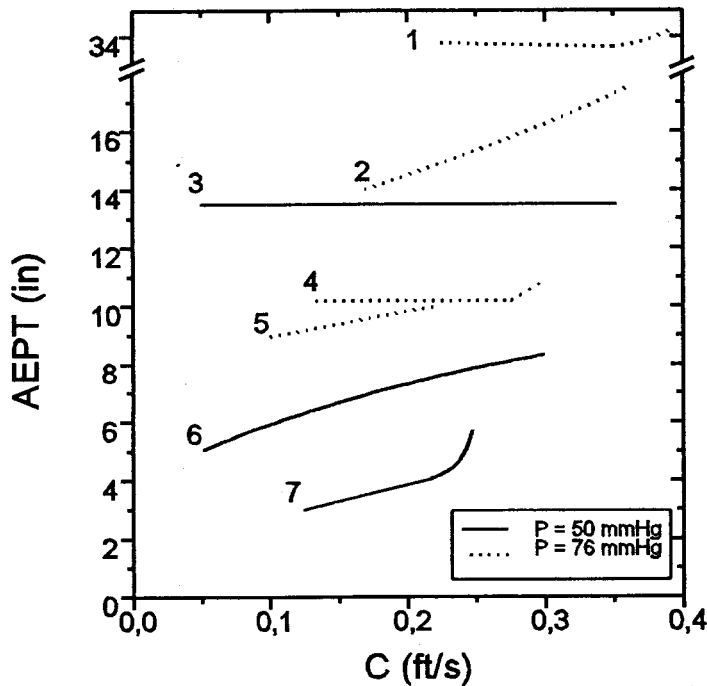


Fig. IV.1: Comparación de eficacias en la rectificación del Clorobenceno-Etilbenceno a 50 y 76 mmHg (1) con distintos tipos de relleno estructurado. Tipos de relleno: 1.- Mellapak 125Y; 2,3.- Mellapak 250Y; 4.- Mellapak 350Y; 5.- Mellapak 500Y; 6.- Sulzer BX; 7.- Sulzer CY.

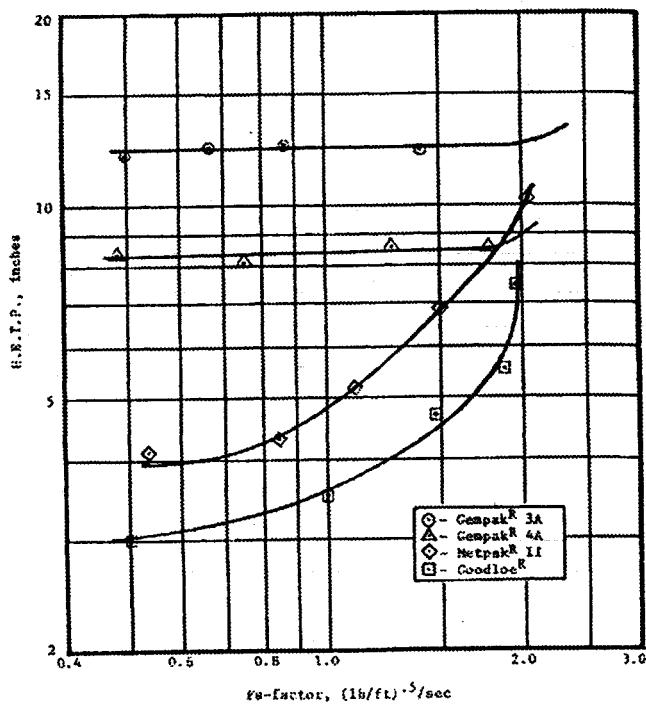


Fig. IV.2: Comparación de la variación de la eficacia con el factor de flujo F entre rellenos de malla (Metapak y Goodloe) y de láminas corrugadas (Gempak 3A y 4A).

Para avanzar debemos aceptar simplificaciones. Aquí puede aceptarse que la eficacia decrece constantemente al aumentar el flujo y que las diferencias de nivel son las lógicas consecuencias de la diferencia en superficie específica de los rellenos: $|a|_{CY} > |a|_{BX} > |a|_{Mell\ 500} > |a|_{Mell\ 250}$.

En realidad no es otra la postura de Fair y otros cuando definen las correlaciones de eficacia para rellenos estructurados. El primer modelo propuesto para rellenos estructurados de malla (3) se basaba en el supuesto de mojado completo del relleno, mientras que los siguientes (4,5), dirigidos a láminas corrugadas, introducían un factor empírico para dar cuenta del mojado incompleto. Pero la expresión para el coeficiente de transferencia de la fase vapor, considerada limitante, no se modifica.

$$Sh_v = C_1 Re_v^m Sc_v^n \quad \text{siendo:} \quad \begin{matrix} m = 0,80 \\ n = 0,333 \end{matrix}$$

Esta forma de expresión también fue empleada por Spiegel y Meier (6) empleando los coeficientes:

$$\begin{matrix} m = 0,667 \\ n = \text{variable} \end{matrix}$$

En consecuencia se comparan los datos obtenidos en el laboratorio con los de planta piloto geoméricamente más próximos (rellenos de malla, a excepción del Acetona-Agua), confiando en que pueda extenderse el cambio de escala a los rellenos más útiles, los de láminas corrugadas.

Las características de las columnas empleadas se reúnen en la tabla IV.1, presentada en la página siguiente.

Tabla IV.1: Características de las columnas empleadas en la rectificación de los sistemas seleccionados a escala piloto con rellenos estructurados de malla.

Sistema	P	Relleno	D (cm)	Z (cm)	F (S.I.)
Metanol/Agua (7)	760	Koch-Sulzer BX	15,2	150	0,12-0,62
Metanol/Etanol (8,9)	760	Koch-Sulzer BX	50	300	0,40-2,40
Etilbenceno/Estireno (8,9)	50	Koch-Sulzer BX	50,8	300	0,52-2,60
	100	Koch-Sulzer BX	50,8	300	0,52-2,60
trans-Decalina/cis-Decalina (10,11,12,13)	20	Koch-Sulzer BX	6-100	100-300	0,89-2,67
	50,100	Koch-Sulzer BX	10-250	200-300	0,88-2,64
n-Heptano/Metilciclohexano (14)	760	Goodloe	10,2	—	0,69-1,56
Ciclohexano/n-Heptano (15)	760	Koch-Sulzer BX	45,7	300	0,63-1,20

Como puede comprobarse hay un amplio intervalo de diámetros de columna. En todos los casos, con excepción del sistema n-Heptano-Metilciclohexano, se han utilizado equipos con $D \geq 15$ cm (6 in.), condición apuntada por Wu y Chen (2) para un cambio de escala aceptable.

Una vez seleccionados los datos a escala piloto, se pasa a correlacionarlos, en caso necesario, del mismo modo que se hizo con los datos obtenidos a escala laboratorio. Las siguientes gráficas muestran las correlaciones obtenidas para cada uno de los sistemas, mantenido la forma en que han sido publicadas por sus autores:

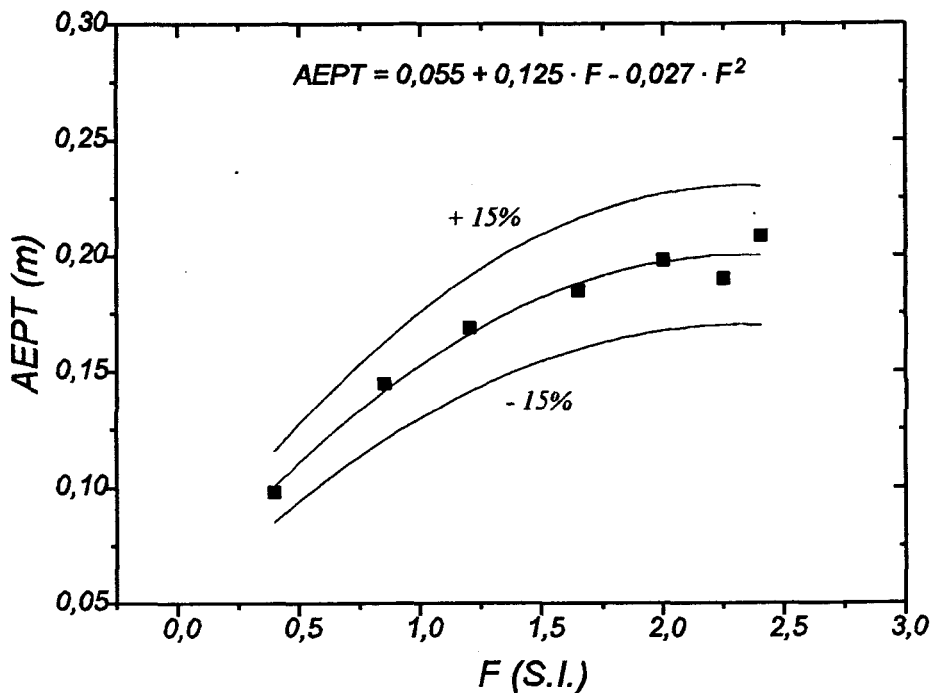


Fig. IV.3: Datos y ajuste experimental del sistema Metanol-Etanol a escala piloto y presión atmosférica.

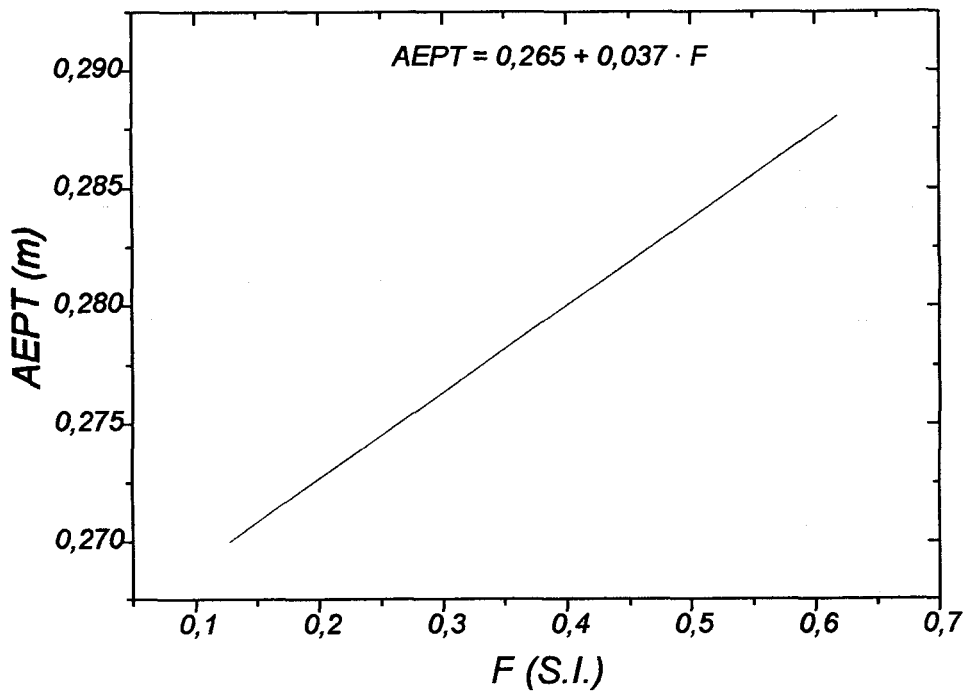


Fig. IV.4: Ajuste experimental del sistema Metanol-Agua a escala piloto y presión atmosférica.

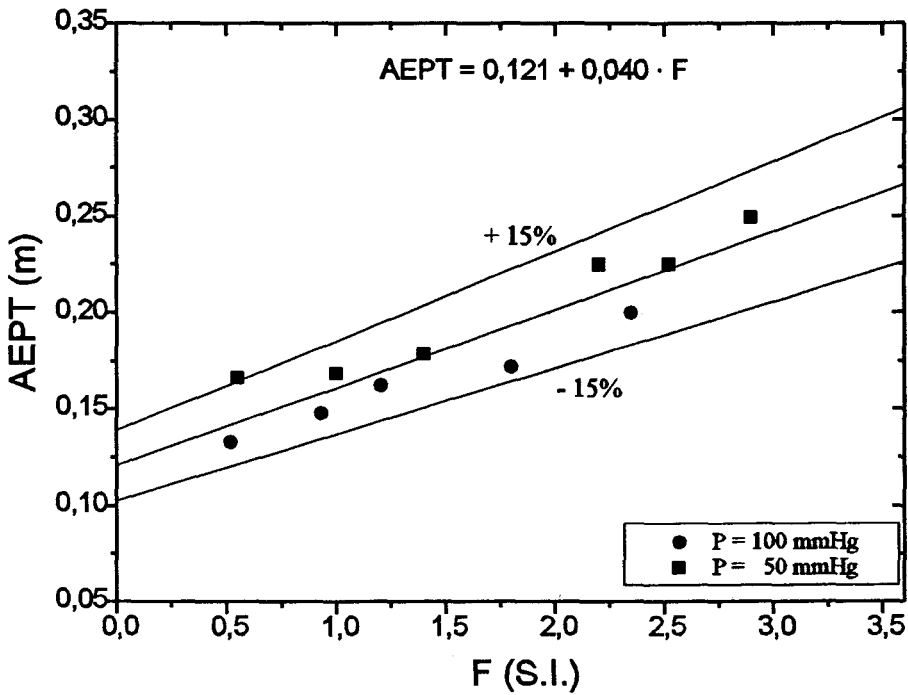


Fig. IV.5: Datos y ajuste conjunto del sistema Etilbenceno-Estireno a escala piloto y a 50 y 100 mmHg.

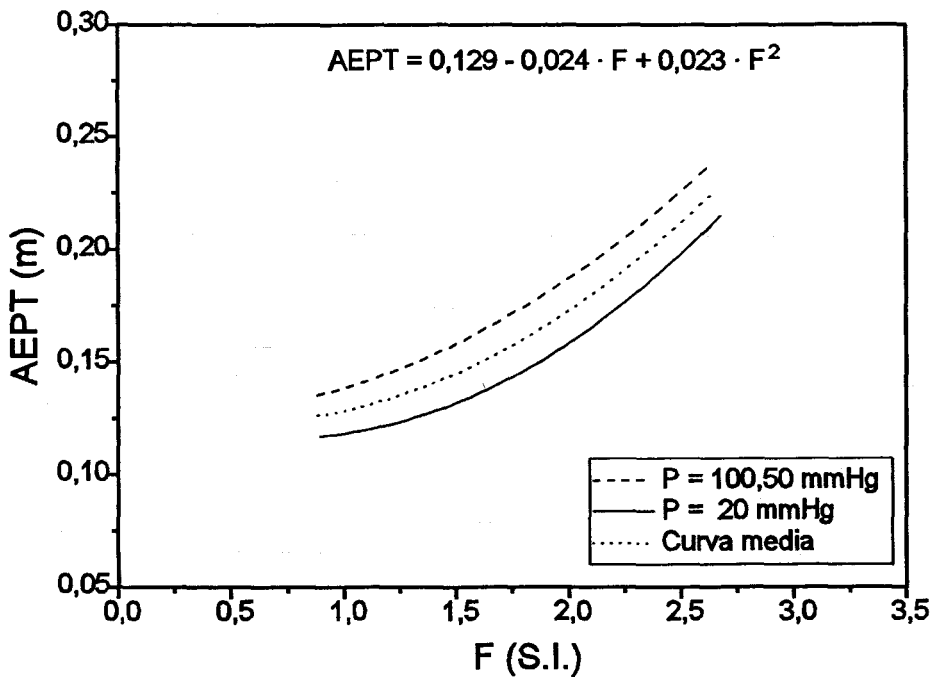


Fig. IV.6: Datos y ajuste conjunto del sistema trans-Decalina-cis-Decalina a escala piloto y 20 y 100-50 mmHg.

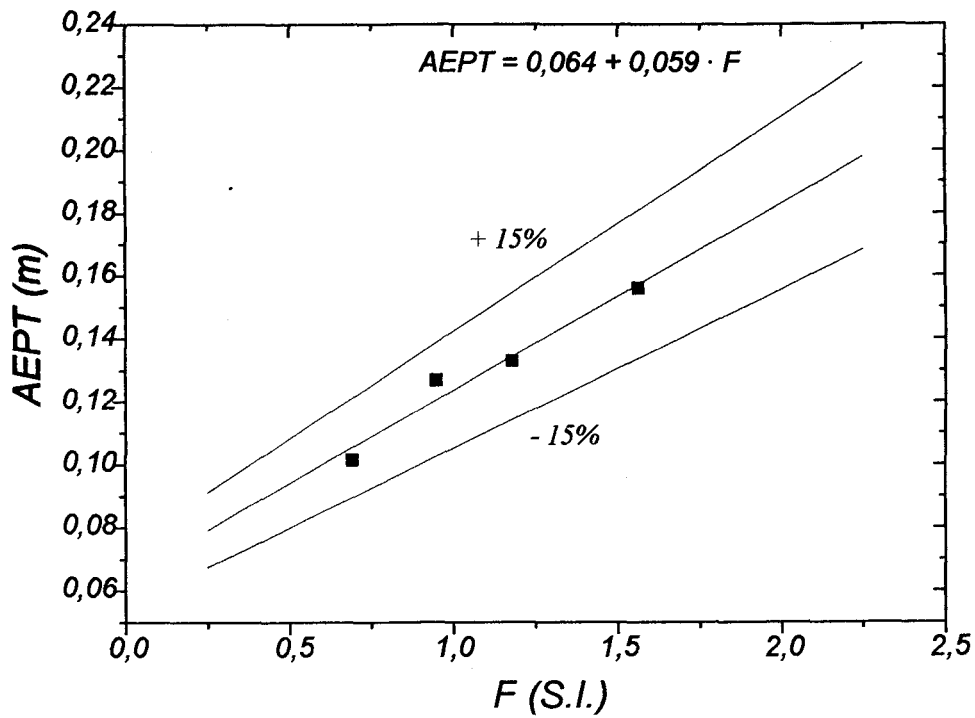


Fig. IV.7: Datos y ajuste del sistema n-Heptano-Metilciclohexano a escala piloto y presión atmosférica.

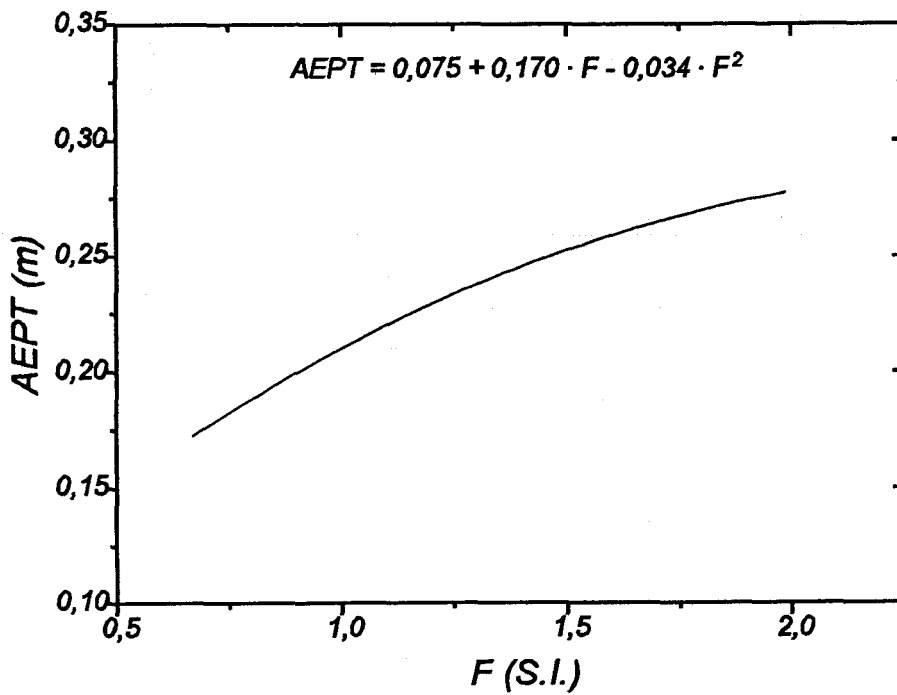


Fig. IV.8: Datos y ajuste del sistema Ciclohexano-n-Heptano a escala piloto y presión atmosférica.

En el sistema Etilbenceno-Estireno se han tratado conjuntamente las dos presiones seleccionadas para la rectificación de este sistema, al igual que se hizo a nivel de laboratorio. Como puede observarse, dicho tratamiento conjunto es perfectamente factible dado que los datos de ambas presiones se encuentran dentro de la dispersión fijada a escala laboratorio, con lo que no se planteará ningún problema a la hora de la comparación de ambas escalas debido a diferencias en la presiones de los ajustes a ambas escalas.

Respecto al sistema trans-Decalina-cis-Decalina, la información bibliográfica a nivel piloto aporta una única curva para 50 y 100 mmHg y otra para una presión de 20 mmHg. A escala de laboratorio se realizó un ajuste que englobaba seis presiones diferentes comprendidas entre los 5 y los 100 mmHg, por tanto lo conveniente a escala piloto es realizar un ajuste que recoja las dos curvas anteriormente mencionadas, que como se ve claramente no sobrepasan el 15% de dispersión sobre el ajuste definitivo.

* * *

Una vez que se haya encontrado la forma de realizar el cambio de escala de nivel laboratorio a planta piloto con rellenos estructurados de malla, habrá que extrapolar los resultados obtenidos a rellenos estructurados de láminas perforadas, dado que estos últimos son los que tienen una mayor aplicación industrial. La realización de dicha extrapolación requiere el análisis de algunos de los sistemas, ya tratados a nivel laboratorio y piloto con rellenos de malla, a nivel de planta piloto pero con distintos rellenos de láminas perforadas.

Los diferentes sistemas seleccionados junto con los rellenos y demás características de la condiciones de operación son los que se muestran en la siguiente tabla:

Tabla IV.2: Características de las columnas empleadas en la rectificación de los sistemas seleccionados a escala piloto con rellenos estructurados de láminas perforadas.

Sistema	Nº	P	Relleno	D (cm)	Z (cm)	F (S.I.)
Acetona/Agua (16)	1	760	Gempack 4A	15	—	0,50-2,04
Metanol/Agua (7,17)	2	760	Mellapak 500 Y	15	150	0,11-0,51
	3	760	Mellapak 250 Y	100	140	1,36-2,84
Etilbenceno/Estireno (18,19,20)	4	50	Intalox 2T	38	290	0,97-3,88
	5	50	Gempack 2A	—	300-600	0,60-2,85
	6	50	Gempack 4A	—	300-600	0,63-2,31
trans-Decalina/cis-Decalina (21)	7	7-760	Mellapak 250 Y	100	—	0,10-4,00
Metanol/Etanol (22)	8	760	Gempack 2A	25	442	0,62-1,10
Ciclohexano/n-Heptano (15)	9	760	Mellapak 250 Y	46	320	0,99-3,38

La variación de eficacia para estos sistemas se presenta en la figura IV.9. Los resultados de los correspondientes ajustes matemáticos se muestran en la tabla IV.3. Dichos ajustes no se realizan en todo el intervalo de F de cada sistema sino únicamente hasta las proximidades del punto de carga.

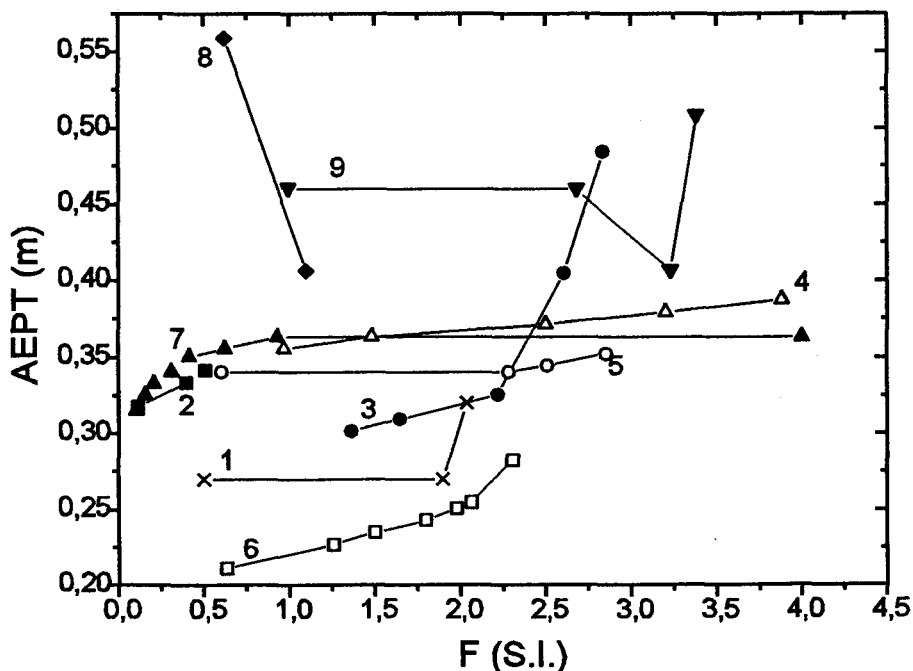


Fig. IV.9: Representación conjunta de los datos bibliográficos de algunos sistemas rectificados a escala piloto con rellenos estructurados de láminas perforadas. La asignación de cada línea corresponde al número de orden de los distintos sistemas en la tabla IV.3.

Tabla IV.3: Correlaciones matemáticas obtenidas a partir de los ajustes realizados sobre los datos bibliográficos de rellenos estructurados de láminas perforadas representados en la figura IV.8. Las distintas correlaciones serán clasificadas con la simbología IV.X, siendo X el número de orden presentado en la tabla.

Sistema	Nº	Relleno	Correlación	F (S.I.)
Acetona/Agua	1	Gempack 4A	AEPT = 0,270	0,50-1,90
Metanol/Agua	2	Mellapak 500 Y	AEPT = 0,310 + 0,059 F	0,11-0,51
	3	Mellapak 250 Y	AEPT = 0,264 + 0,028 F	1,36-2,22
Etilbenceno/Estireno	4	Intalox 2T	AEPT = 0,345 + 0,011 F	0,97-3,88
	5	Gempack 2A	AEPT = 0,340	0,60-2,28
	6	Gempack 4A	AEPT = 0,192 + 0,029 F	0,63-2,10
trans-Decalina/cis-Decalina	7	Mellapak 250 Y	AEPT = 0,304 + 0,141 F - 0,085 F ²	0,10-0,93
			AEPT = 0,363	0,93-4,00
Metanol-Etanol	8	Gempack 2A	AEPT = 0,757 - 0,31875 F	0,62-1,10
Ciclohexano/n-Heptano	9	Mellapak 250 Y	AEPT = 0,46	0,99-2,68

Como puede observarse claramente, tanto en la figura como en las correlaciones obtenidas, la dependencia de la eficacia respecto al flujo para rellenos estructurados de láminas perforadas puede ser muy pequeña o incluso en bastantes casos nula, hecho que no ocurría con los rellenos estructurados de malla en ninguna de las dos escalas estudiadas.

IV.2- Bibliografía Capítulo IV.

- 1.- H. Z. Kister: Distillation Design. Ed. McGraw-Hill (1992).
- 2.- K. Y. Wu, G. K. Chen: Inst. Chem. Eng. Symp. Series 104 (1987) B 225.
- 3.- J. L. Bravo, J. A. Rocha, J. R. Fair: Hydrocarbon Process 64.1 (1985) 91.
- 4.- J. R. Fair, J. L. Bravo: Inst. Chem. Eng. Symp. Series 104 (1987) A 183.
- 5.- J. R. Fair, J. L. Bravo: Chem. Eng. Prog. 86.1 (1990) 19.
- 6.- L. Spiegel, W. Meier: Inst. Chem. Eng. Symp. Series 104 (1987) A 203.
- 7.- R. B. Eldridge, T. E. Rusell, J. L. Turpin: A.I.Ch.E. National Meeting, Houston, Abril (1989).
- 8.- R. Billet: Distillation Engineering. Chemical Pub. Co., (N.Y.) (1979).
- 9.- R. Billet: I. Chem. E. Symp. Series 32 (1969) 4:42.
- 10.- W. Meier: Sulzer Tech. Review, nº 3, 1970.
- 11.- M. S. Kuk: Chem. Eng. Prog. 75.5 (1979) 68.
- 12.- R. E. Lubowicz, P. Reich: Chem. Eng. Prog. 67.3 (1971) 59.
- 13.- Koch Engineering, Bulletin KS-1, Wichita, Kansas.
- 14.- G. M. Cooke: Analyt. Chem. 39.3 (1967) 286.
- 15.- C. L. Martin, J. L. Bravo, J. R. Fair: A. I. Ch. E. National Meeting, New Orleans, (1988).
- 16.- Glitsch Inc., An addendum to Glitsch Publication nº 40283, Dallas, (1983).
- 17.- W. Meier, R. Hunkeler, D. Stoecker: I. Chem. E. Symp. Series 56 (1979) 3.3/1.
- 18.- Norton Company, Bulletin IS-1, Akron (1988).
- 19.- F. Rukovena, R. F. Strigle: A. I. Ch. E. National Meeting, Houston, (1989).
- 20.- G. K. Chen, J. Shieh: A. I. Ch. E. National Meeting, Denver (1983).
- 21.- L. Spiegel: A. I. Ch. E. National Meeting, Chicago (1990).
- 22.- J.C. Cardenas, F. J. Illezcas, B. García, G. Palacios, E. M. Escamilla, J. A. Rocha: A.I.Ch.E. Annual Meeting, Chicago, Nov. (1990).

CAPÍTULO V :

DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS.

V.1.- COMPARACIÓN DE EFICACIAS EN ESCALA LABORATORIO Y PILOTO.

De las correlaciones de altura equivalente a un plato teórico obtenidas de nuestros datos experimentales y la bibliografía se deducen directamente las razones de AEPT (R) en función de F que se presentan gráficamente en las páginas siguientes. Puesto que los intervalos del factor F con los que operan las columnas mayores se presentan en ocasiones a niveles más altos de flujo, es necesario extrapolar la función de eficacia para que la comparación alcance a un intervalo suficientemente amplio. De este modo, en las gráficas se muestra las zonas donde se ha realizado la extrapolación de alguna de las dos escalas comparadas mediante símbolos únicamente, y con símbolos unidos mediante líneas aquellos intervalos de F donde coexistían las dos funciones relacionadas. Como leyenda se indica el tipo de relleno estructurado empleado a escala piloto dado que a escala laboratorio siempre es el Sulzer BX.

A su vez, la relación de escalas se ha procurado ajustar a una ecuación sencilla, como una polinómica de segundo grado, que es un ajuste matemático sencillo y a la vez suficientemente preciso, dadas las características de la variable correlacionada y la dispersión de sus valores.

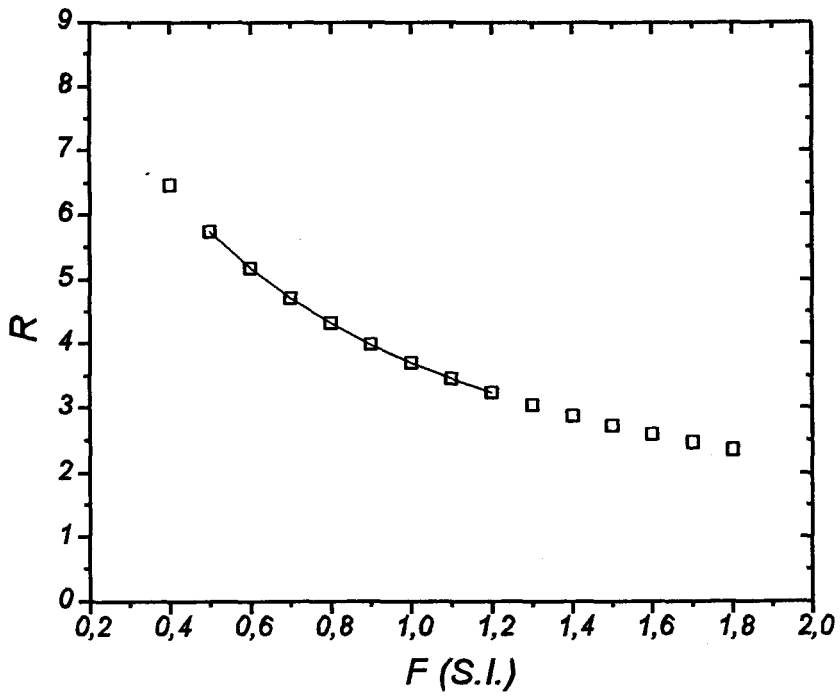


Figura V.1: Relación de eficacias del sistema Acetona-Agua para un relleno estructurado a escala piloto Gempack 4A y presión atmosférica.

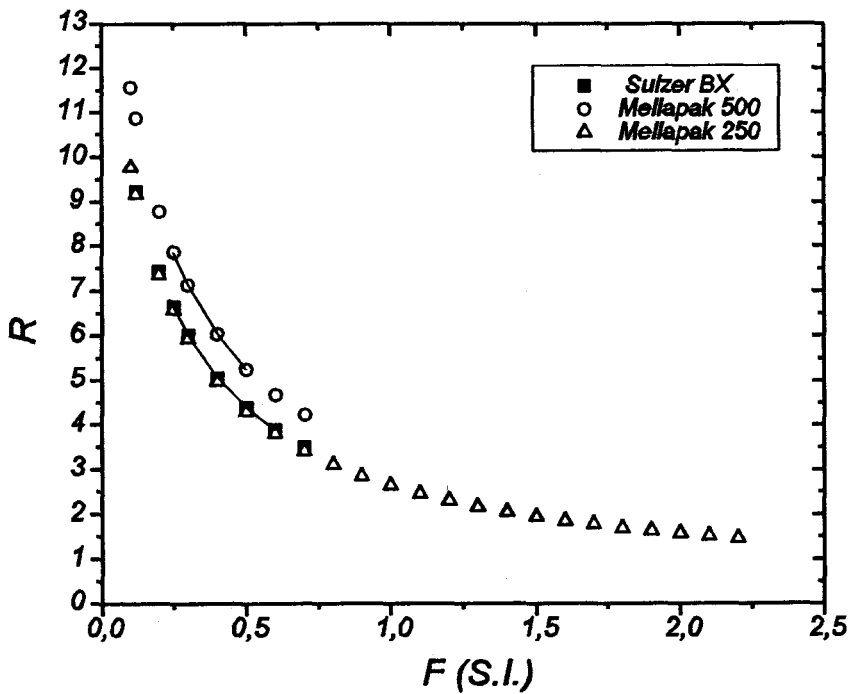


Figura V.2: Relación de eficacias del sistema Metanol-Agua para los rellenos estructurados a escala piloto Sulzer BX, Mellapak 500 y Mellapak 250 a presión atmosférica.

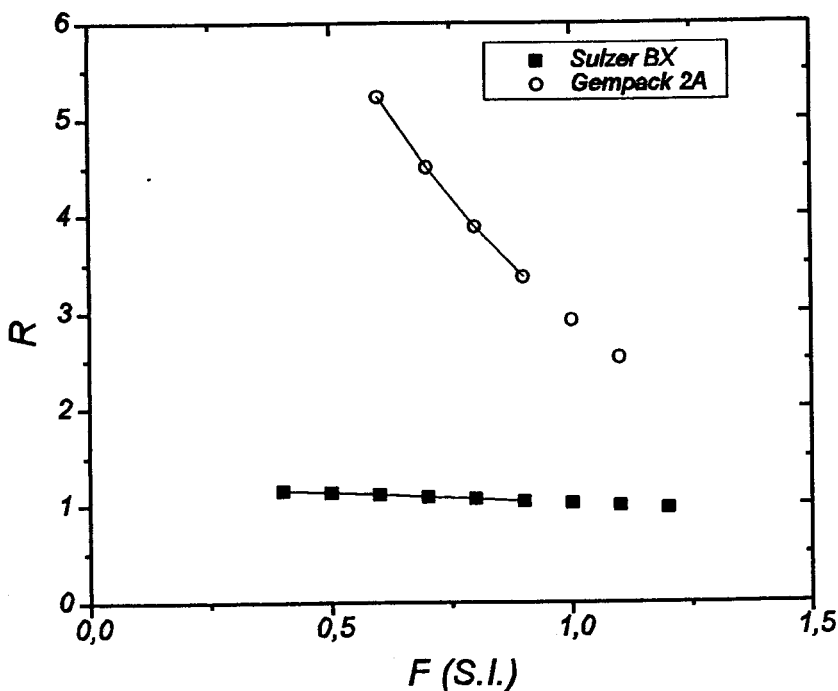


Figura V.3: Relación de eficacias del sistema Metanol-Etanol para los rellenos estructurados a escala piloto Sulzer BX y Gempack 2A a presión atmosférica.

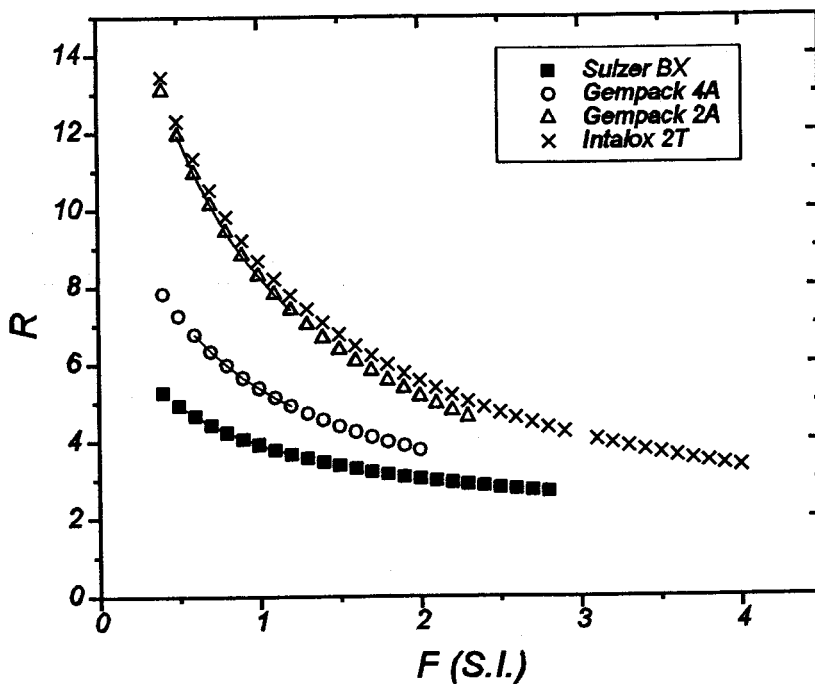


Figura V.4: Relación de eficacias del sistema Etilbenceno-Estireno para los rellenos estructurados a escala piloto Sulzer BX, Gempack 4A, Gempack 2A e Intalox 2T a P = 50-100 mmHg.

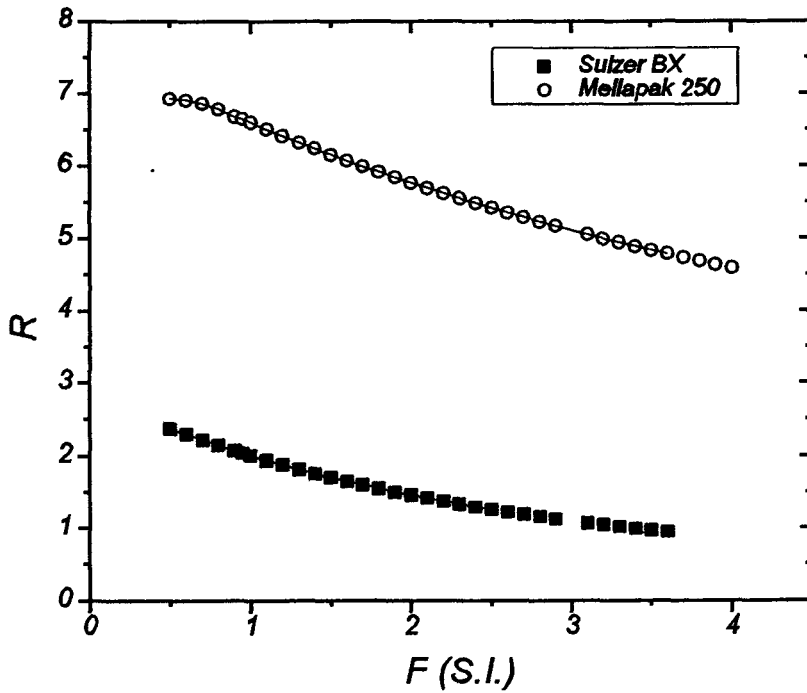


Figura V.5: Relación de eficacias del sistema trans-Decalina-cis-Decalina para los rellenos estructurados a escala piloto Sulzer BX y Mellapak 250 a P = 5-100 mmHg.

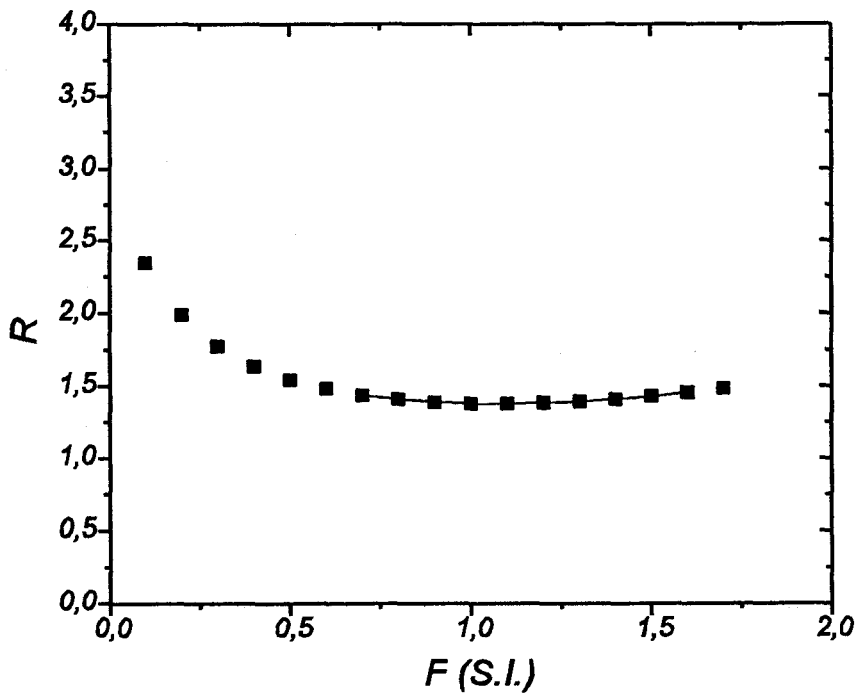


Figura V.6: Relación de eficacias del sistema n-Heptano-Metilciclohexano para un relleno estructurado a escala piloto Goodloe y presión atmosférica.

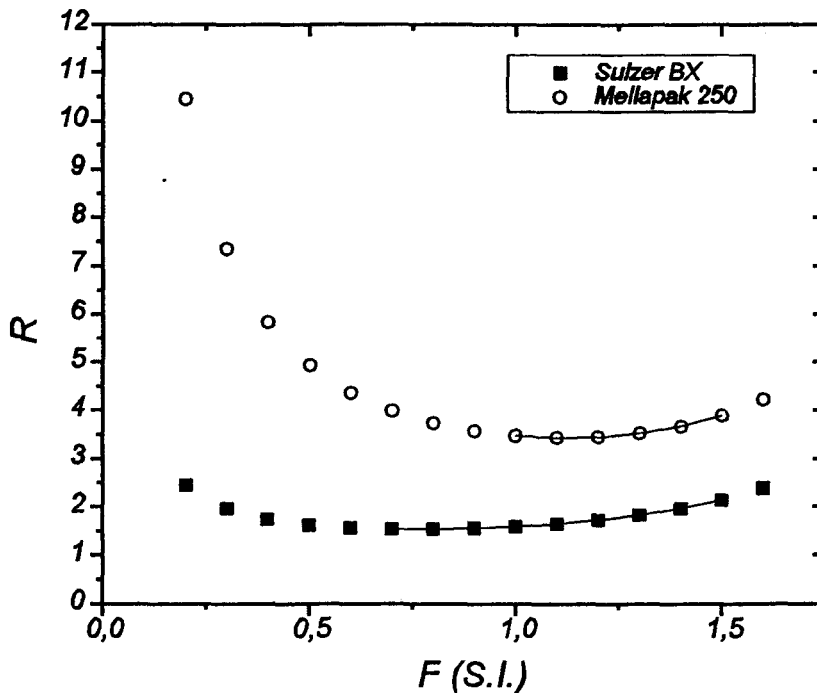


Figura V.7: Relación de eficacias del sistema Ciclohexano-n-Heptano para los rellenos estructurados a escala piloto Sulzer BX y Mellapak 250 a presión atmosférica.

Los resultados de estos ajustes se muestran en la tabla V.1.

* * *

A la vista de las variaciones de $R = \frac{AEPT_{pil}}{AEPT_{lab}}$ pueden hacerse las

siguientes consideraciones:

- R no es una constante, aunque en algunos casos varíe poco. Esta dependencia del flujo implica que la diferencia de escalas no es una mera cuestión de factores geométricos.

- En general la función $R = f(F)$ es decreciente. Es la consecuencia de que $\frac{\partial AEPT}{\partial F}$ sea usualmente mayor para la escala de laboratorio que para la

industrial. Es decir, que la eficacia manifiesta en la primera una mayor dependencia del flujo.

Tabla V.1: Ajustes de las relaciones de eficacia para los distintos sistemas y rellenos a escala piloto empleados.

Los ajustes se enumeran desde [ec. V.1] a [ec. V.15] en el orden que aparecen en la tabla.

Sistema	Relleno Piloto	Ajuste
Acetona-Agua	Gempack 4A	$R = 8,740 - 6,948 F + 1,927 F^2$
Metanol-Agua	Mellapak 500	$R = 13,959 - 28,793 F + 21,740 F^2$
	Mellapak 250	$R = 9,319 - 12,485 F + 5,667 F^2$
	Sulzer BX	$R = 11,533 - 23,060 F + 16,863 F^2$
Metanol-Etanol	Gempack 2A	$R = 11,249 - 12,588 F + 4,246 F^2$
	Sulzer BX	$R = 1,250 - 0,224 F + 0,007 F^2$
Etilbenceno-Estireno	Gempack 4A	$R = 9,693 - 5,613 F + 1,357 F^2$
	Gempack 2A	$R = 16,270 - 9,986 F + 2,192 F^2$
	Intalox 2T	$R = 15,803 - 8,334 F + 1,548 F^2$
	Sulzer BX	$R = 5,972 - 2,418 F + 0,461 F^2$
trans-Decalina-cis-Decalina	Mellapak 250	$R = 7,513 - 1,012 F + 0,071 F^2$
	Sulzer BX	$R = 2,796 - 0,880 F + 0,104 F^2$
n-Heptano-Metilciclohexano	Goodloe	$R = 2,022 - 1,149 F + 0,500 F^2$
Ciclohexano-n-Heptano	Mellapak 250	$R = 8,418 - 9,113 F + 4,103 F^2$
	Sulzer BX	$R = 1,131 - 0,949 F + 0,872 F^2$

- Comparando las razones de AEPT de una mezcla para un relleno estructurado de malla (Sulzer BX) y otro corrugado de láminas (Mellapak 250) se encuentra una R mayor en este segundo caso. Algo razonable, dada la mayor superficie específica del primer relleno. Lo mismo sucede con el relleno Gempack 4A y 2A para el sistema Etilbenceno-Estireno. Sin embargo, el Mellapak 250 se comporta igual que el Sulzer BX en el sistema Metanol-Agua.

- Reuniendo las variaciones de R para rellenos de malla con los diferentes sistemas se obtiene la figura V.8.

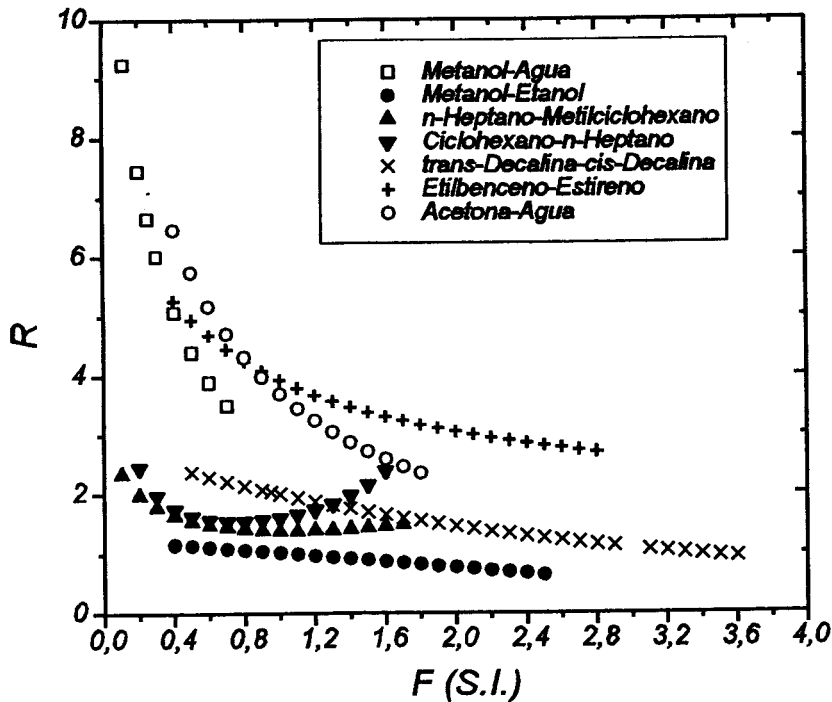


Figura V.8: Representación conjunta de las relaciones de eficacias de todos los sistemas estudiados con rellenos estructurados de malla escala piloto (con excepción del Acetona-Agua).

A la vista de dicha gráfica puede indicarse una tendencia: para sistemas no acuosos a presión atmosférica (Metanol-Etanol y sistemas hidrocarbonados: n-Heptano-Metilciclohexano y Ciclohexano-n-Heptano) el valor de R es bajo, bastante próximo a 1. Para sistemas acuosos (Metanol-Agua) y para los rectificadores a vacío (Etilbenceno-Estireno y cis-Decalina-trans-Decalina) la razón aumenta, llegando a ser mayor que 6. En la figura también se ha incluido el sistema Acetona-Agua realizado a escala piloto con un relleno de láminas perforadas, con el fin de corroborar, como puede observarse, la tendencia de los sistemas acuosos.

* * *

Aunque la diferencia de eficacia que se cuantifica en R pudiera venir en alguna medida de una diferencia de propiedades físicas para las mezclas rectificadas en ambas escalas, no cabe atribuir un gran papel a ese factor. Es verdad que desconocemos la composición a la que se hicieron las destilaciones a

escala piloto; pero dado que se trabajó a reflujo total y con separaciones de varias etapas teóricas, la fracción molar media en la operación sería probablemente próxima a 0,5, no muy diferente a las impuestas por nosotros en nuestra experimentación de laboratorio. En cualquier caso, las consecuencias de esa diferencia depende lógicamente de la variación específica para cada mezcla de las propiedades con la composición.

Existe, sin embargo, una diferencia entre escalas que ha de ser necesariamente más determinante: la que hay para las superficies específicas efectivas, lo que incluye las diferencias en superficie específica geométrica, nominal, y las consecuencias de la mala distribución del líquido.

V.2. INTERFASE EFECTIVA EN PLANTA PILOTO.

Puesto que se tienen las características geométricas de los rellenos en ambas escalas y las dependencias de la eficacia con el flujo para cada sistema y presión, cabe una deducción de la interfase efectiva en la planta piloto a partir de los datos experimentales de eficacia, naturalmente imponiendo una serie de supuestos.

Estrictamente:

$$\frac{AUT_{pil}}{AUT_{lab}} = \frac{\left| \frac{V}{K a_e s} \right|_{pil}}{\left| \frac{V}{K a_e s} \right|_{lab}} \neq \frac{AEPT_{pil}}{AEPT_{lab}} \quad [V.16]$$

y no se puede establecer una sencilla relación entre ambas razones que tenga carácter general. Pero podemos avanzar suponiendo que alguna relación existe, de manera que :

$$\frac{AEPT_{pil}}{AEPT_{lab}} \propto \left[\frac{\left(\frac{V}{s} \right)_{pil}}{\left(\frac{V}{s} \right)_{lab}} \right] \left[\frac{(a_e)_{lab}}{(a_e)_{pil}} \right] \left[\frac{K_{lab}}{K_{pil}} \right] \quad [V.17]$$

La relación entre los flujos molares no tiene demasiados problemas (sólo los que pueden venir de la diferencia de composición, y por tanto en peso molecular y densidad) pero las otras dos pueden tener expresiones complicadas, ya que al cambiar el tamaño del equipo puede cambiar la mala distribución y la importancia relativa de las resistencias. Y eso aunque la comparación se haga a igual composición.

Para avanzar podemos asumir los supuestos de Bravo y otros (ver capítulo I.4, especialmente lo referente al desprecio de la resistencia líquida); de manera que para una presión, un relleno comercial y un sistema que se supone a composición constante:

$$\frac{AEPT_{pil}}{AEPT_{lab}} \propto \left[\frac{F_{pil}}{F_{lab}} \right]^n \frac{(a_e)_{lab}}{(a_e)_{pil}} \Rightarrow \frac{AEPT_{pil}}{AEPT_{lab}} = c_1 \left[\frac{F_{pil}}{F_{lab}} \right]^n \frac{a_{lab} (f_e)_{lab}}{a_{pil} (f_e)_{pil}} \quad [V.18]$$

n sería 0,2 en el modelo de Bravo, pero no hay necesidad de introducir un valor concreto si se hace la comparación a un mismo F. Quedaría, con a_{lab} y a_{pil} conocidas:

$$R = \frac{AEPT_{pil}}{AEPT_{lab}} = c_2 \frac{(f_e)_{lab}}{(f_e)_{pil}} \Rightarrow c_2 = c_1 \frac{a_{lab}}{a_{pil}} \left[\frac{F_{pil}}{F_{lab}} \right]^n = c_1 \frac{a_{lab}}{a_{pil}} \quad [V.19]$$

Como desconocemos en principio c_1 , no podemos deducir la relación de fracciones efectivas de relleno de la de alturas equivalentes. Pero sí cabe contrastar la aplicabilidad del procedimiento. Aceptando que c_1 es un factor que depende únicamente de variables geométricas y suponiendo que la fracción efectiva del relleno de laboratorio es prácticamente la unidad:

$$(f_e)_{pil} = \frac{c_1}{R} \frac{a_{lab}}{a_{pil}} \Rightarrow \frac{1}{R} \frac{a_{lab}}{a_{pil}} = \frac{(f_e)_{pil}}{c_1} \quad [V.20]$$

En la medida que el desarrollo sea correcto, las variaciones en el primer término (que lo son de una variable experimental, R) dan cuenta de cambios en la interfase efectiva.

* * *

En parte de la bibliografía, la fracción efectiva es denominada "factor de descuento" β (1). La relación de arriba permite discutir algunas expresiones de β que se han publicado. La inicial, deducida a partir de trabajos a reflujo total (2):

$$\beta = 0,50 + 0,0058 (\% \text{ de inundación}) \quad [V.21]$$

no es directamente contrastable, ya que no contamos con el flujo de

inundación para los rellenos de planta piloto. Aunque podría calcularse, parece mejor intentar otra expresión sin la incertidumbre de una estimación.

Rocha , Bravo y Fair (3) han sugerido estas expresiones para β :

Rellenos corrugados

de lámina:

$$\beta = F_{SE} \frac{29,12 (We_l Fr_l)^{0,15} S^{0,359}}{Re_l^{0,2} e^{0,6} (1 - 0,93 \cos \gamma) (\text{sen } \theta)^{0,3}} \quad [V.22]$$

con unas condiciones para el ángulo de contacto γ (ver pag. 48).

Rellenos de malla:

$$\beta = 1 - 1,203 \left(\frac{u_l^2}{S g} \right)^{0,111} \quad [V.23]$$

Si aplicamos esta segunda expresión para rellenos como el Sulzer BX pasando de u_l a F :

$$\beta = 1 - 1,203 \left[\frac{\left(\frac{F \sqrt{\rho_v}}{\rho_l} \right)^2}{S g} \right]^{0,111} = 1 - 1,203 \left(\frac{F^2 \rho_v}{S g \rho_l^2} \right)^{0,111} \quad [V.24]$$

concluiríamos que al aumentar el flujo líquido, β disminuye en los rellenos de malla (y no que β no aumenta, como dicen sus autores), algo difícil de aceptar. Aunque es verdad que el descenso en el factor de descuento es pequeño según esa fórmula.

En cuanto a la ecuación para rellenos de lámina también puede encontrarse el sorprendente resultado de que $f_e > 1$. Para explicarlo se ha recurrido a la ondulación de la superficie del líquido o incluso a la eyección de gotas de éste cuando el flujo del vapor es muy alto. Ambas explicaciones no son de fácil aceptación teniendo en cuenta la disposición que debe tener el líquido sobre el relleno estructurado, especialmente la última. La separación de gotas desde el

líquido se ha constatado en condiciones de destilación muy diferentes a las consideradas aquí: en columnas de platos donde se rectifican mezclas superficialmente negativas (4).

* * *

Aunque las estimaciones de f_e , o β , de la bibliografía puedan tener esos defectos, lo que se plantea es la comparación de esos valores estimados con los que se deducirían a partir de nuestros datos experimentales, para ver si estos permiten matizar o modificar el tratamiento de la bibliografía.

Comentemos qué sería esperable al cotejar β_{est} y $1/R (a_r/a_p)$. Si se calcula β_{est} para rellenos de malla (ec. V.19) tendremos un decrecimiento suave al aumentar F , en tanto que $1/R (a_r/a_p)$ es en general creciente con F . De manera que no hay posible coherencia entre β_{est} y β/c_1 deducida de la experimentación. Para el cálculo de β_{est} de rellenos de láminas (ec. V.21) sí podría intentarse un desarrollo posterior, ya que ambas variables aumentan con F .

V.2.1.- Rellenos de malla.

La comparación para estos rellenos pueden verse en las gráficas V.9-V.13, mientras que en la figura V.14 pueden observarse conjuntamente todos los sistemas tratados.

Sale lo esperado y nada nuevo se puede deducir de eso. En realidad, si eso fuera cierto, no habría mucho problema con la interfase efectiva del relleno: β estaría entre 0,78 y 0,50 y podría tomarse un valor constante, el supuesto por Gualito y otros (5): $f_e = 0,65 (\pm 0,10)$ para rellenos de malla.

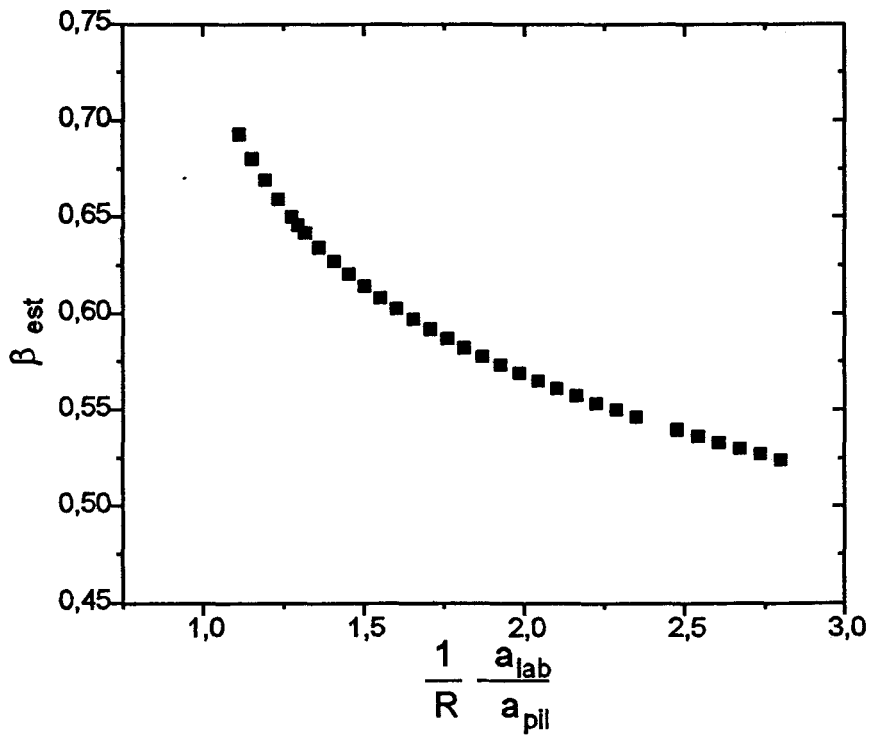


Fig V.9: Representación gráfica del factor de descuento de un relleno Sulzer BX al rectificar el sistema trans-Decalina-cis-Decalina.

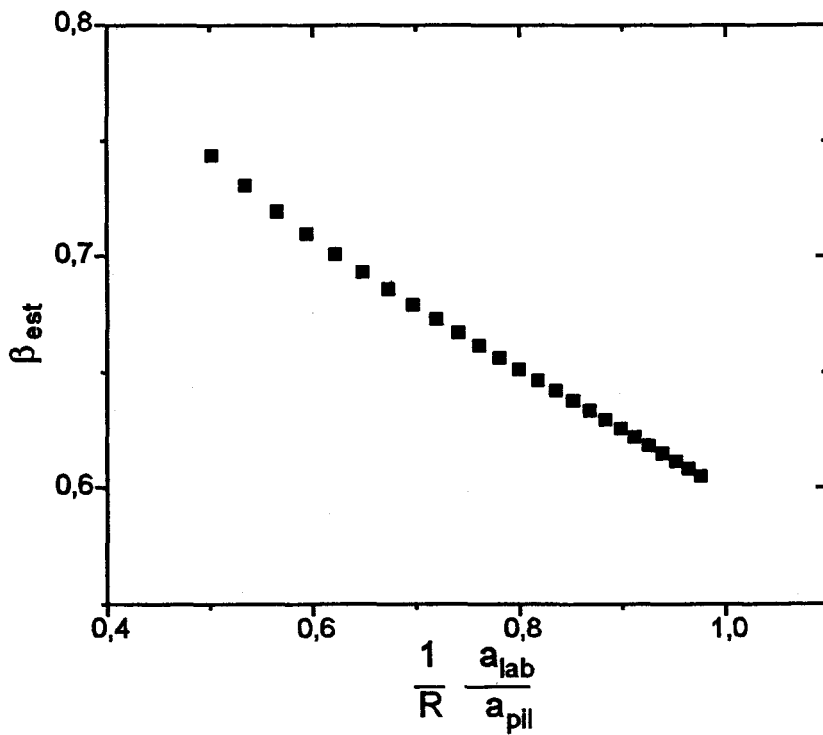


Fig V.10: Representación gráfica del factor de descuento de un relleno Sulzer BX al rectificar el sistema Etilbenceno-Estireno.

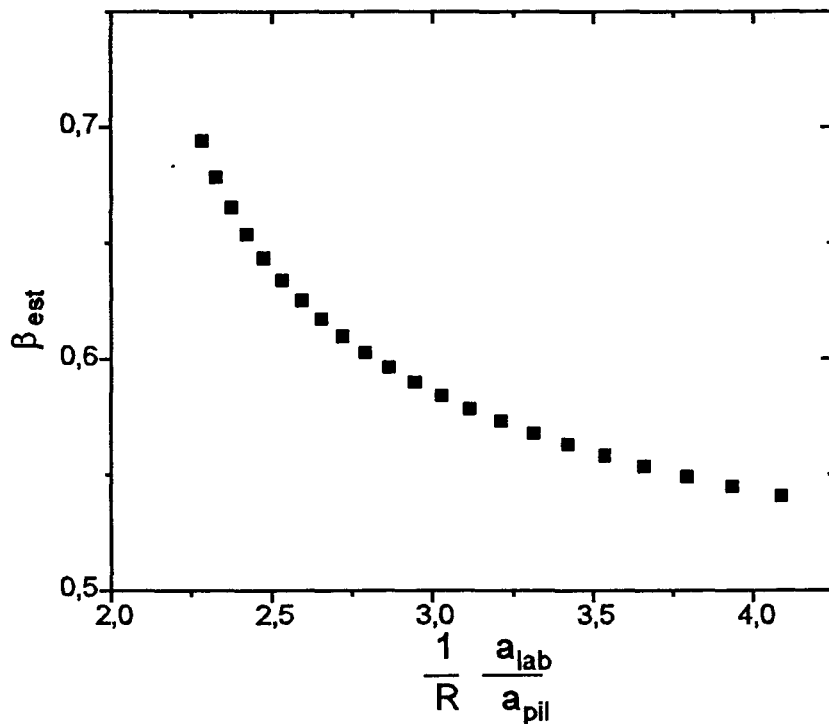


Fig V.11: Representación gráfica del factor de descuento de un relleno Sulzer BX al rectificar el sistema Metanol-Etanol.

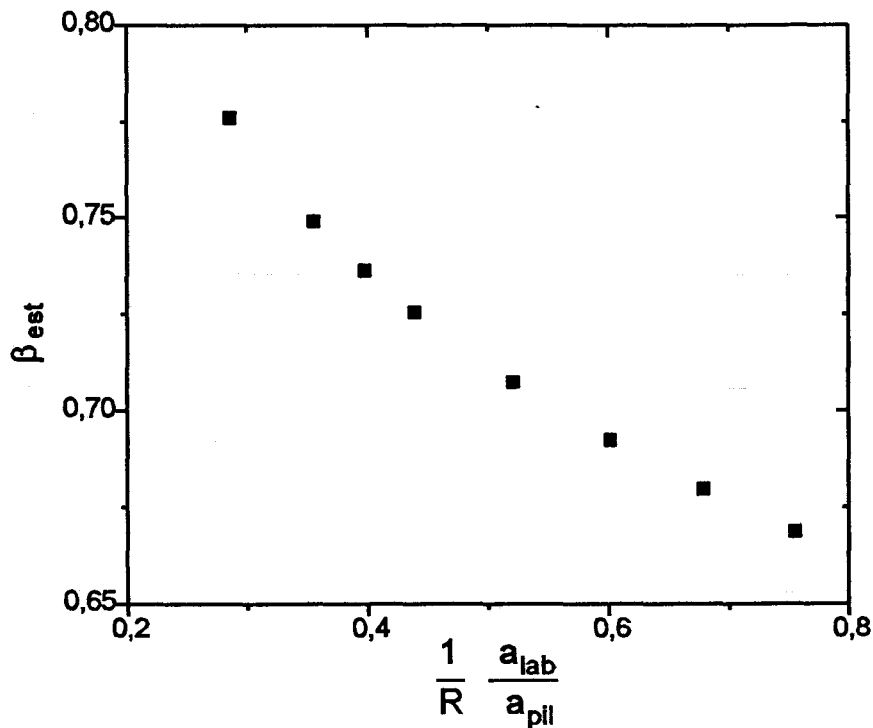


Fig V.12: Representación gráfica del factor de descuento de un relleno Sulzer BX al rectificar el sistema Metanol-Agua.

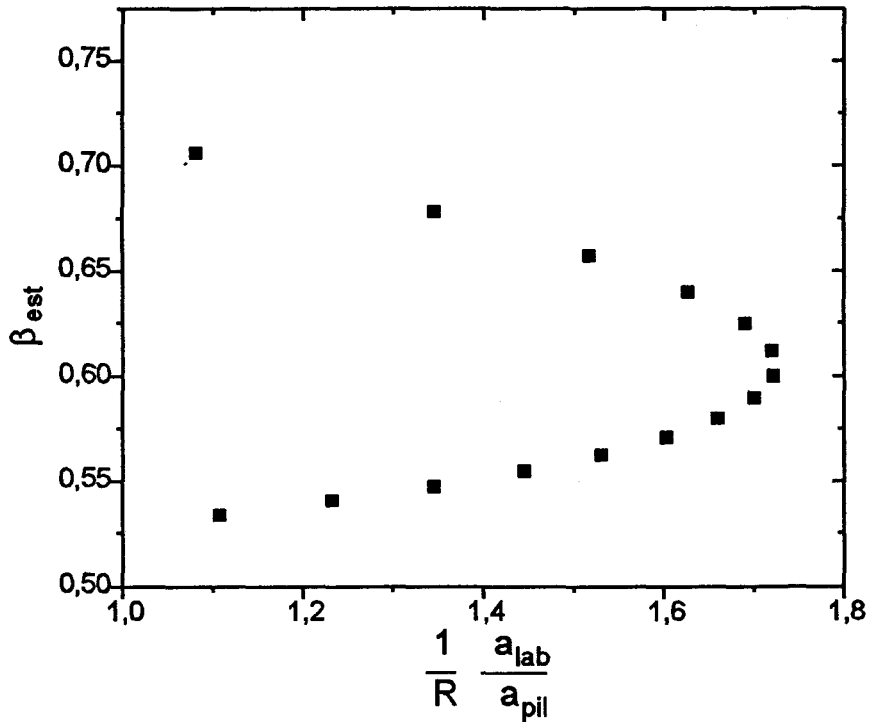


Fig V.13: Representación gráfica del factor de descuento de un relleno Sulzer BX al rectificar el sistema Ciclohexano-n-Heptano.

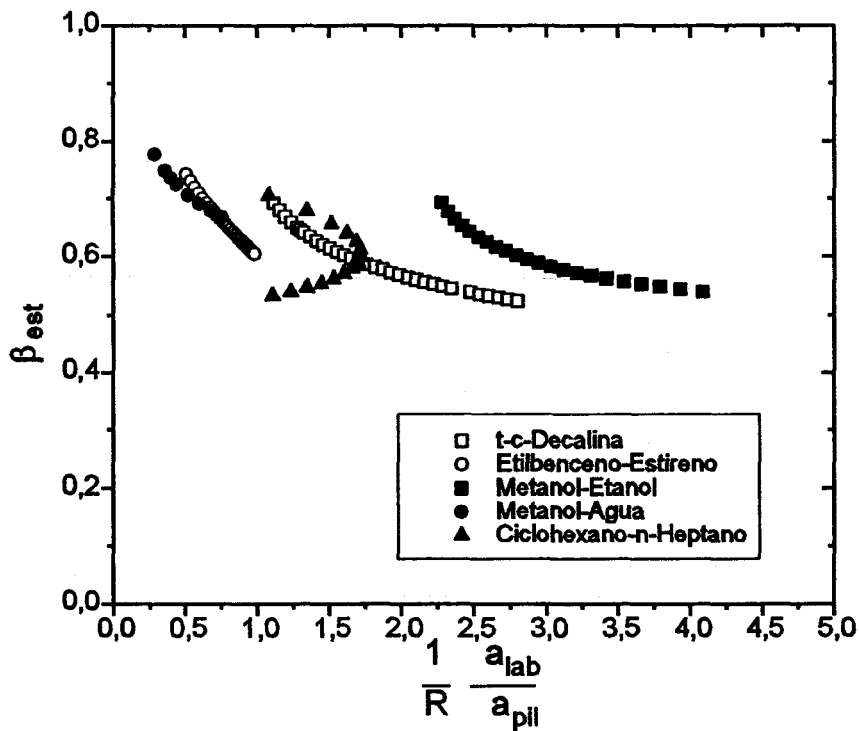


Fig V.14: Representación gráfica conjunta del factor de descuento de un relleno Sulzer BX al rectificar los sistemas indicados.

V.2.2.- Rellenos de láminas.

Para aplicar la ecuación de Shi y Mersmann modificada se utilizan los valores de F_{SE} tabulados en un trabajo de Rocha, Bravo y Fair (6):

Tabla V.2 : Valores de F_{SE} para los distintos tipos de relleno de láminas corrugadas.

Relleno	F_{SE}
Gempack 2A	0,344
Intalox 2T	0,415
Mellapak 250	0,350
Mellapak 500	0,350

La comparación entre β_{est} y $1/R (a/a_p)$ se representa en las figuras V.15-V.18 y de forma conjunta en la V.19:

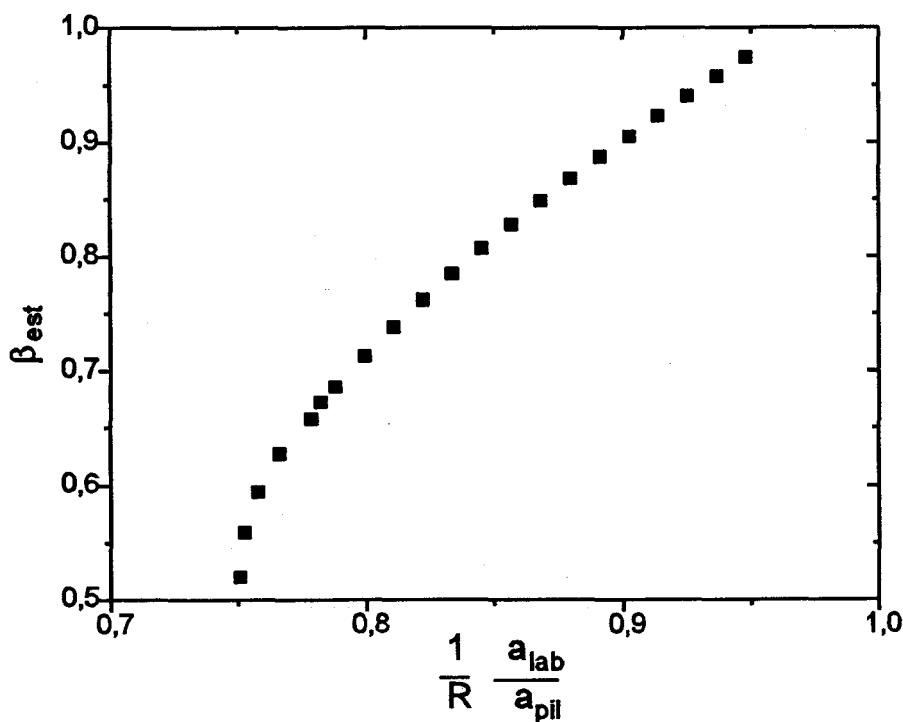


Fig V.15: Representación gráfica del factor de descuento de un Mellapak 250 al rectificar el sistema trans-Decalina-cis-Decalina.

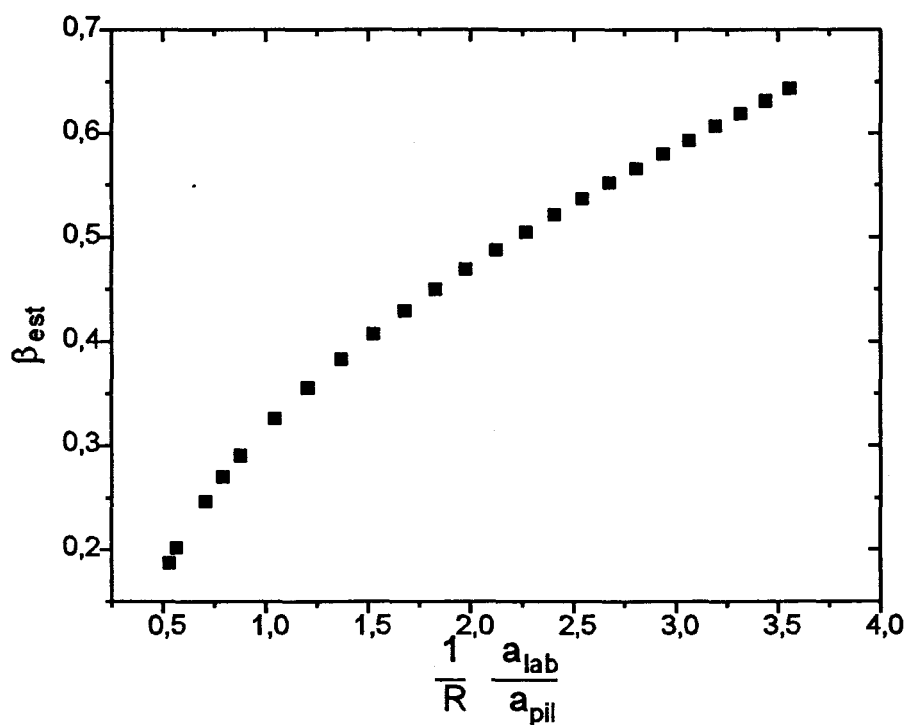


Fig V.16: Representación gráfica del factor de descuento de un relleno Mellapak 250 al rectificar el sistema Metanol-Agua.

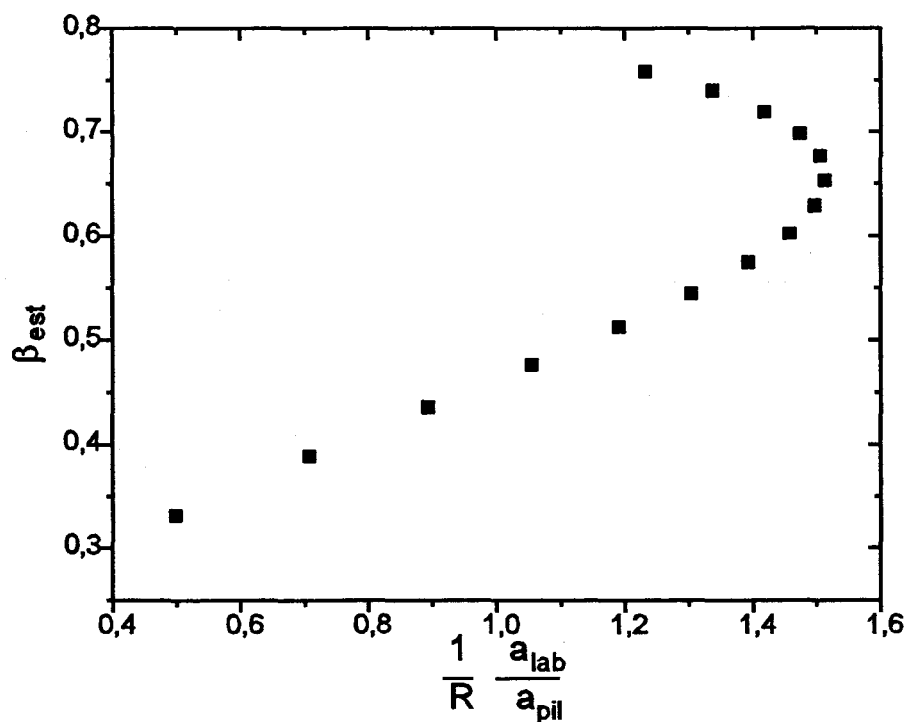


Fig V.17: Representación gráfica del factor de descuento de un relleno Mellapak 250 al rectificar el sistema Ciclohexano-n-Heptano.

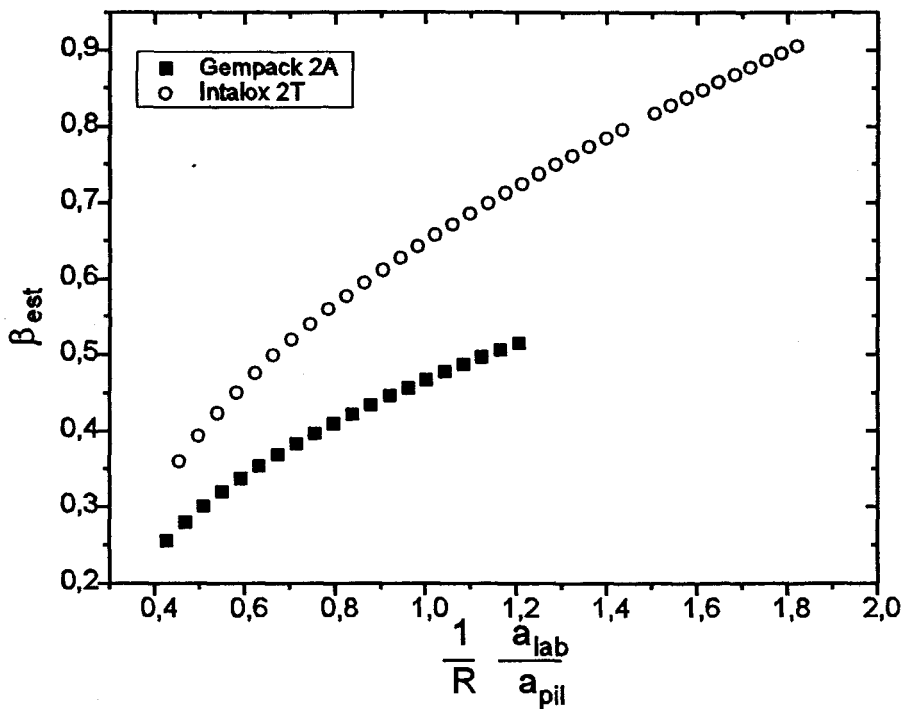


Fig V.18: Representación gráfica de los factores de descuento de los rellenos Gempack 2A e Intalox 2T al rectificar el sistema Etilbenceno-Estireno.

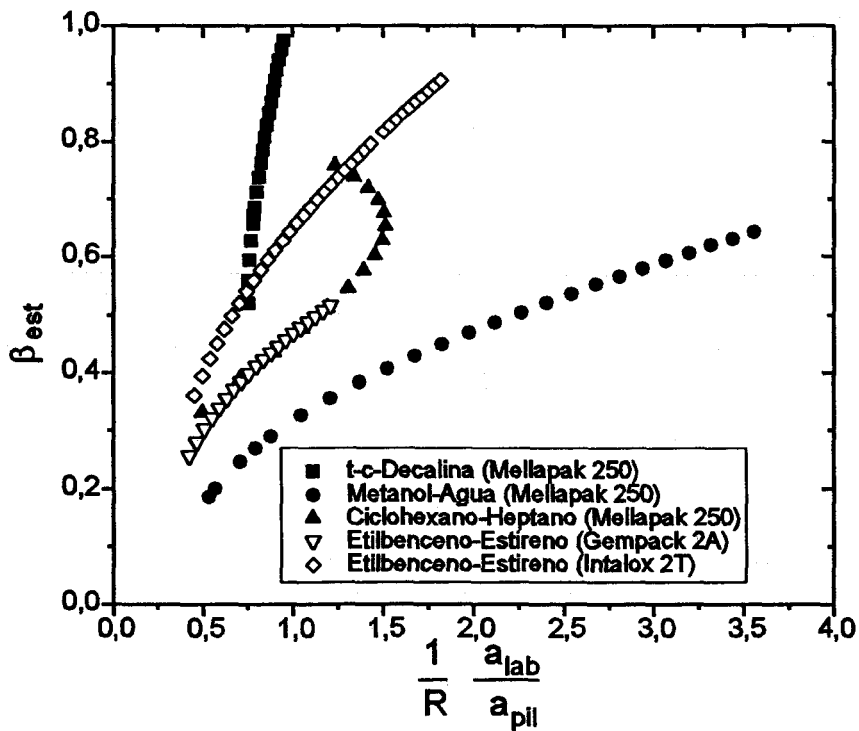


Fig V.19: Representación gráfica conjunta del factor de descuento de distintos rellenos de láminas al rectificar los sistemas indicados.

Efectivamente en todos los casos existe un aumento de β_{est} al aumentar

$\left| \frac{\beta}{c_1} \right|_{exp}$; y también es lógica la diferencia para diferentes sistemas o rellenos. Pero

el tratamiento planteado exigiría más: líneas rectas cuyas pendientes se relacionaran de una cierta forma, por las diferencias que de un sistema a otro y de un relleno a otro hubieran en los distintos c_1 .

Veamos el cambio posible en esa supuesta constante:

$$AEPT = \Lambda AUT = \Lambda \frac{V}{K a_e} = \Lambda \frac{F_v \sqrt{\rho_v}}{M K a_e} = \Lambda \frac{F_v \sqrt{\rho_v}}{M a_e} \left[\frac{1}{k_v} + m \frac{V}{L} \left(\frac{1}{k_l} \right) \right] \quad [V.25]$$

$$k \text{ en general: } k = \alpha Re^m Sc^n \frac{D}{d_{eq}} \quad [V.26]$$

$$k = \alpha \left(\frac{F}{\sqrt{\rho}} \frac{d_{eq} \rho}{\mu} \right)^m \left(\frac{\mu}{\rho D} \right)^n \left(\frac{D}{d_{eq}} \right) = \alpha F^m d_{eq}^{m-1} \rho^{\frac{m-n}{2}} \mu^{n-m} D^{1-n} \quad [V.27]$$

siendo α , m y n características de cada fase y escala; y las propiedades características de cada sistema, composición media y presión.

Suponiendo que ambas escalas se comportan de la misma forma (es decir, con resistencia líquida despreciable y con exponentes iguales a los módulos de Re_v y Sc_v), para una composición de un sistema a una presión:

$$R = \frac{AEPT_{pil}}{AEPT_{lab}} = \left(\frac{\alpha_{lab}}{\alpha_{pil}} \right) \left(\frac{a_{lab}}{a_{pil}} \right) \left(\frac{f_{e_{lab}}}{f_{e_{pil}}} \right) \left(\frac{F_{pil}}{F_{lab}} \right)^{1-m} \left(\frac{(d_{eq})_{pil}}{(d_{eq})_{lab}} \right)^{1-m} \quad [V.28]$$

y puesto que $(f_e)_{lab} \rightarrow 1$

$$\beta_{pil} = (f_e)_{pil} = \left(\frac{1}{R} \frac{a_{lab}}{a_{pil}} \right) \left[\frac{a_{lab}}{a_{pil}} \left(\frac{F_{pil}}{F_{lab}} \right)^{1-m} \left(\frac{(d_{eq})_{pil}}{(d_{eq})_{lab}} \right)^{1-m} \right] \quad [V.29]$$

Así que para cada F:

$$\beta_{pil} = \left(\frac{1}{R} \frac{a_{lab}}{a_{pil}} \right) \left[\frac{a_{lab}}{a_{pil}} \left(\frac{(d_{eq})_{lab}}{(d_{eq})_{pil}} \right)^{1-m} \right] \quad [V.30]$$

Es decir, para un sistema (a una composición media y una presión) rectificado con rellenos diferentes se debería dar una única línea recta unificando la

abscisa convenientemente, con la inclusión de $\frac{\alpha_{lab}}{\alpha_{pil}} \left(\frac{d_{eq,lab}}{d_{eq,pil}} \right)^{1-m}$. Esto no es

inmediato, ya que α_{pil} puede ser distinto para distintos rellenos. Pero si mantenemos el modelo de Fair y otros α_{pil} es un valor único (y $m = 0,8$).

Se intenta contrastar esto con el sistema Etilbenceno-Estireno y los rellenos Intalox 2T y Gempack 2A:

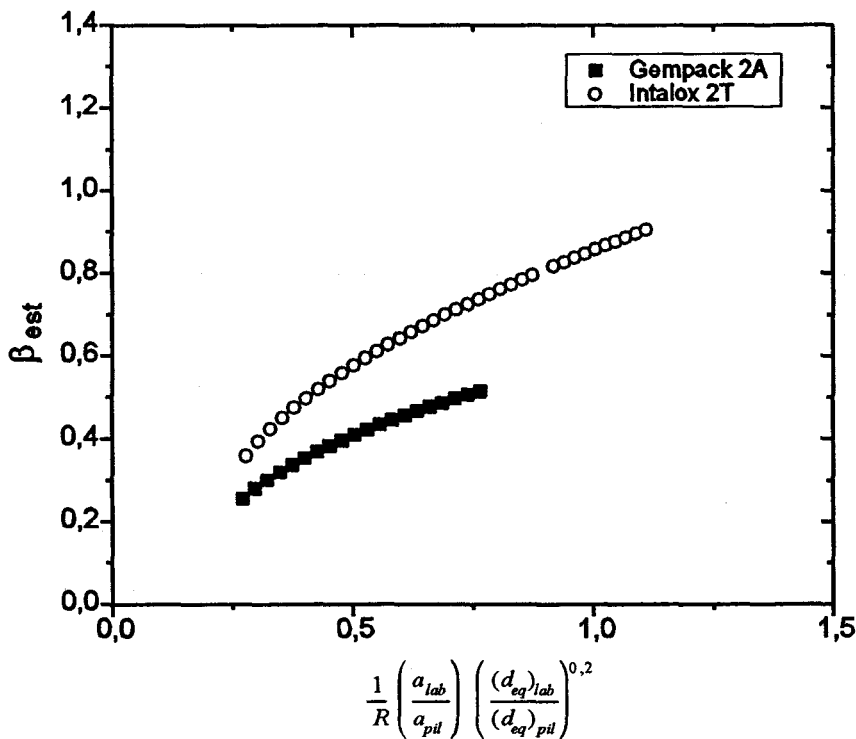


Fig V.20: Cálculo de la β_{est} en dos rellenos de láminas con el sistema Etilbenceno-Estireno teniendo en cuenta los diámetros equivalentes de ambas escalas.

Como se ve, no sale una única línea. Se confirma el mal acuerdo, que no depende del exponente escogido para el número de Reynolds.

* * *

Para un relleno y diferentes sistemas (cada uno a una \bar{x} y una P):

$$AEPT = \Lambda \frac{(F d_{eq})^{1-m}}{\alpha_v a_e} \left[\frac{\mu_v^{m-n}}{M D_v^{1-n} \rho_v^{\frac{n-m-1}{2}}} \right] \quad [V.31]$$

Ahora bien, en R no es variable la composición o la presión, ya que se igualan en ambas escalas. Luego para un relleno:

$$R_{sistema\ 1} = \left(\frac{\alpha_{lab}}{\alpha_{pil}} \right) \left(\frac{a_{lab}}{a_{pil}} \right) \left(\frac{1}{f_{e\ pil}} \right) \left(\frac{F_{pil}}{F_{lab}} \right)^{1-m} \left(\frac{(d_{eq})_{pil}}{(d_{eq})_{lab}} \right)^{1-m} = R_{sistema\ 2} = R_{sistema\ i} \quad [V.32]$$

y queda para cada F (= F_{pil} = F_{lab}):

$$(f_e)_{pil}, \beta = \frac{1}{R} cte ; \left(cte : \frac{\alpha_{lab} a_{lab}}{\alpha_{pil} a_{pil}} \left(\frac{d_{eq\ pil}}{d_{eq\ lab}} \right)^{1-m} \right) \quad [V.33]$$

Evidentemente no sale esa única línea para el relleno Mellapak y los sistemas trans-Decalina-cis-Decalina, Metanol-Agua y Ciclohexano-n-Heptano. Es decir, el desarrollo para deducir la interfase efectiva en planta piloto a partir de los modelos tradicionales no da resultados satisfactorios. Vamos a contrastar ahora si ello se debe a los supuestos hechos para la interfase y las resistencias en el equipo de laboratorio.

V.3. INTERFASE EN EL EQUIPO DE LABORATORIO.

V.3.1. Planteamiento: Retención y Superficie Específica.

Una suposición generalmente aceptada que hemos aplicado en el apartado precedente es que la interfase efectiva y la nominal de los rellenos estructurados de laboratorio coinciden. La hipótesis parece consistente, al menos con un flujo de líquido suficientemente alto, cercano al punto de carga. El problema es si resulta aceptable para cualquier F de los empleados aquí, por bajo que sea.

Si a flujos bajos la interfase sólida mojada llega a ser menor que la nominal es claro que la $AEPT_{lab}$ encontrada es mayor de la que sería a mojado completo, y R más baja. Dado que la $AEPT_{lab}$ crece siempre al aumentar F parece que de existir una reducción de a_e al decrecer el flujo líquido tiene consecuencias poco significativas.

Aún así la hipótesis de mojado completo a cualquier F debe contrastarse. Dadas las dificultades y complejidad de las medidas directas de interfase no merece la pena emplear ninguno de estos métodos. Sin embargo, se puede emplear uno indirecto más sencillo que ya se ha citado en la "Introducción": utilizar las medidas de retención líquida para valorar la extensión de la interfase.

* * *

En destilación puede afirmarse que toda la superficie interfacial es efectiva. Por tanto:

$$a_e = a_i = \frac{h_l}{\delta} \quad [V.34]$$

siendo h_l la retención total (estática más operativa) ya que todo el líquido es apto para la transferencia. Puesto que eso se puede determinar experimentalmente, todo el problema para obtener a_e es obtener δ .

Retomando las expresiones ya presentadas (capítulo I.3) para establecer la relación entre δ y el flujo líquido:

$$\bar{\delta} \propto \sqrt{u} \quad (\text{Nusselt}) \quad [V.35]$$

pero esa velocidad es una “velocidad modificada”. Para un determinado relleno:

$$\bar{\delta} = \sqrt{u \frac{v}{h_l}} \quad [V.36]$$

y para un sistema:

$$\bar{\delta} = \sqrt{\frac{u}{h_l}} \quad [V.37]$$

de manera que:

$$a_e \propto \frac{h_l^{1,5}}{F^{0,5}} \quad [V.38]$$

considerando, naturalmente, que no hay rotura de la película líquida por efecto de la tensión superficial.

V.3.2. Datos Experimentales de Retención.

Como ya se ha explicado en el “Medida de la Retención” (II.6), se determinan experimentalmente dos tipos de retención: la estática, h_e , función de la altura de la columna y del líquido presente, y la total, en la que existe también influencia del flujo. Con ambas puede deducirse la retención de líquido en la columna ($h_t = h_e + h_{op}$).

V.3.2.1. Medida de la retención estática (h_e).

La determinación de la retención estática de diferentes líquidos a temperatura ambiente se hizo en una columna de 22 cm, encontrándose los siguientes valores medios:

Tabla V.3: Retención estática experimental de distintos compuestos a temperatura ambiente en una columna de relleno Sulzer DX de 22 cm de altura.

Compuesto	h_e (cm ³)
n-Heptano	6,3
n-Octano	6,0
Benceno	5,9
Ciclohexano	5,8
Etanol	5,6

Para definir una correlación de h_e en función de las propiedades de los líquidos se utilizan las densidades, viscosidades y tensiones superficiales de éstos:

Tabla V.4: Propiedades físicas de distintos compuestos a 20°C.

Compuesto	ρ (g/cm ³)	μ (cP)	σ (dyn/cm)
n-Heptano	0,6838	0,409	20,14
n-Octano	0,7025	0,542	21,62
Benceno	0,8786	0,652	28,80
Ciclohexano	0,7785	0,660	25,50
Etanol	0,7893	1,200	22,75

Se intenta la correlación con cada propiedad y algunas combinaciones. Como puede verse en las figuras siguientes hay un notable ajuste con funciones sencillas como la viscosidad dinámica (μ) o la cinemática (ν). La inclusión de la tensión superficial o mejora el ajuste.

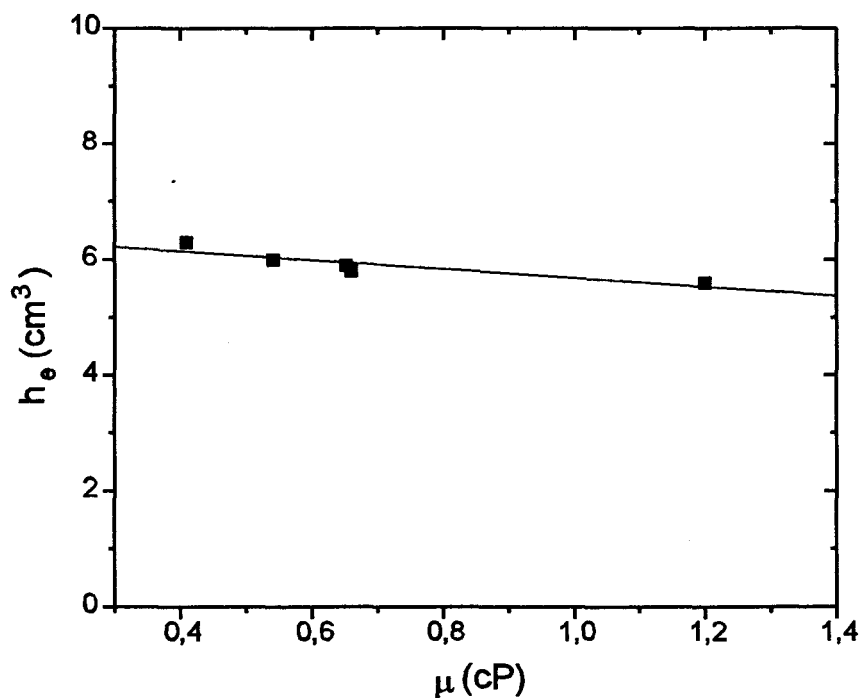


Fig. V.21: Representación de la relación entre la retención estática y la viscosidad dinámica en una columna de relleno estructurado Sulzer BX de 22 cm de altura y 2,5 cm de diámetro.

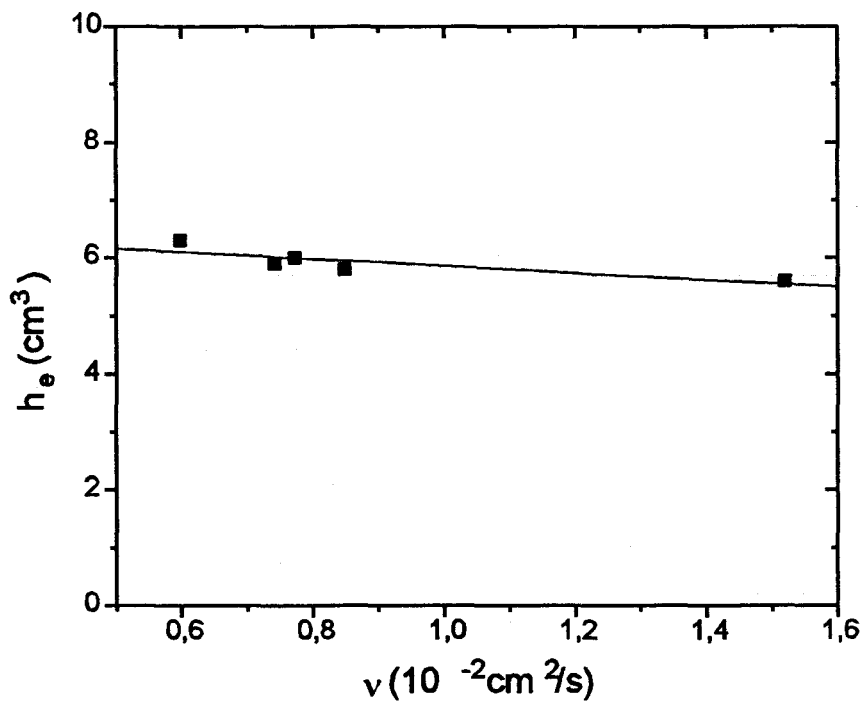


Fig. V.22: Representación de la relación entre la retención estática y la viscosidad cinemática en una columna de relleno estructurado Sulzer BX de 22 cm de altura y 2,5 cm de diámetro.

Las correlaciones que aparecen en las figuras V.21 y V.22 son respectivamente:

$$h_e \text{ (cm}^3\text{)} = 6,605 - 0,972 \mu \quad (\mu \text{ en cP}); \quad c.r.: 0,9571 \quad [V.39]$$

$$h_e \text{ (cm}^3\text{)} = 6,639 - 0,788 v \quad \left(v \text{ en } 10^{-2} \frac{\text{cm}^2}{\text{s}} \right); \quad c.r.: 0,9120 \quad [V.40]$$

Como se observa no existe prácticamente diferencia entre ambas y por tanto continuaremos con la expresión de la viscosidad dinámica por su mayor sencillez.

Para generalizarla expresamos la retención estática en forma de tanto por ciento en volumen y la viscosidad en unidades del sistema internacional:

$$h_e = 6,202 - 912 \mu \quad \left(\mu \text{ en } \frac{\text{Kg}}{\text{m s}} \right) \quad [V.41]$$

Aunque las diferencias de retención estática son pequeñas, aún entre los diferentes compuestos estudiados, puede utilizarse la correlación para deducir una retención estática en el punto de ebullición:

Tabla V.5: Retención estática en el punto de ebullición de distintos compuestos para una columna con relleno Sulzer BX y 22 cm de altura.

Compuesto	$\mu \cdot 10^3$ (S.I.)	h_e (%)	h_e (cm ³)
n-Heptano	0,209	6,0	6,4
Ciclohexano	0,516	5,7	6,1
Etanol	0,445	5,8	6,2

V.3.2.2. Medida de la retención total.

Los datos experimentales con dos alturas de columna, medidos entre $F = 0$ y el punto de carga se presentan en las gráficas siguientes:

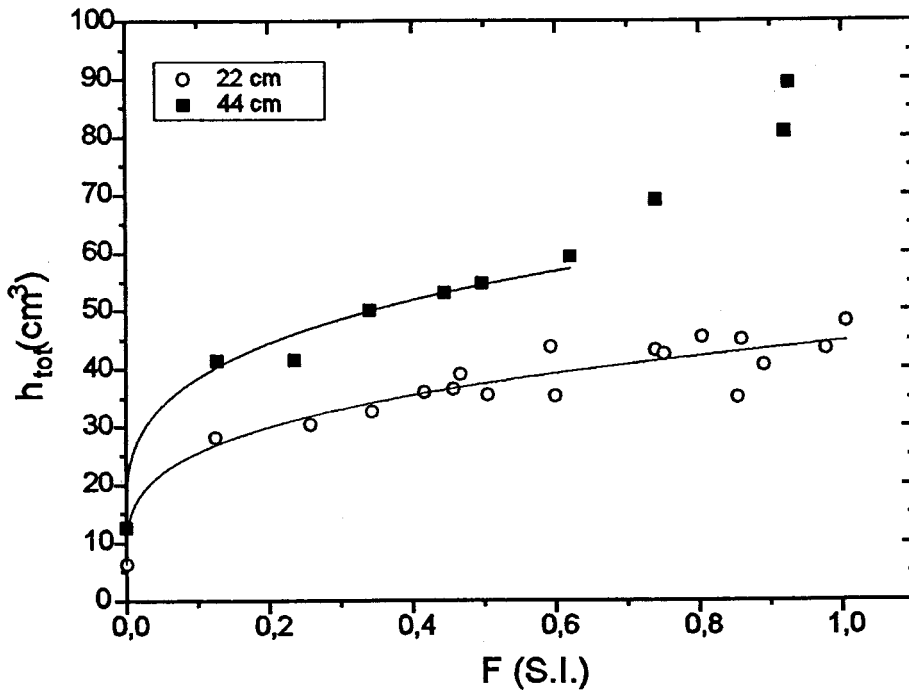


Fig. V.23: Datos experimentales y ajuste de la retención total en columnas de relleno Sulzer BX de 22 y 44 cm de altura para la mezcla n-Heptano-Tetralina.

Los ajustes de los datos experimentales representados en la figura V.23 son los siguientes:

Columna de 22 cm de altura:

$$h_{tot} \text{ (cm}^3\text{)} = 6,4 + 38,10 F^{0,3} \quad [V.42]$$

Columna de 44 cm de altura:

$$h_{tot} \text{ (cm}^3\text{)} = 12,8 + 51,23 F^{0,3} \quad [V.43]$$

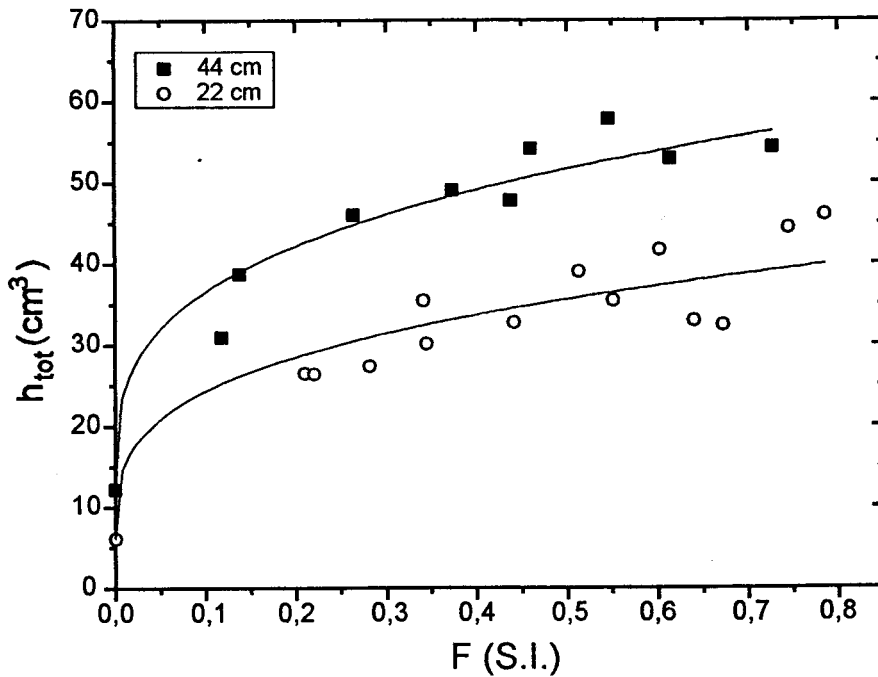


Fig. V.24: Datos experimentales y ajuste de la retención total en columnas de relleno Sulzer BX de 22 y 44 cm de altura para la mezcla Ciclohexano-Benzoato de Metilo.

Los ajustes de los datos experimentales representados en la figura V.24 son los siguientes:

Columna de 22 cm de altura:

$$h_{tot} \text{ (cm}^3\text{)} = 6,1 + 36,30 F^{0,3} \quad [V.44]$$

Columna de 44 cm de altura:

$$h_{tot} \text{ (cm}^3\text{)} = 12,2 + 48,60 F^{0,3} \quad [V.45]$$

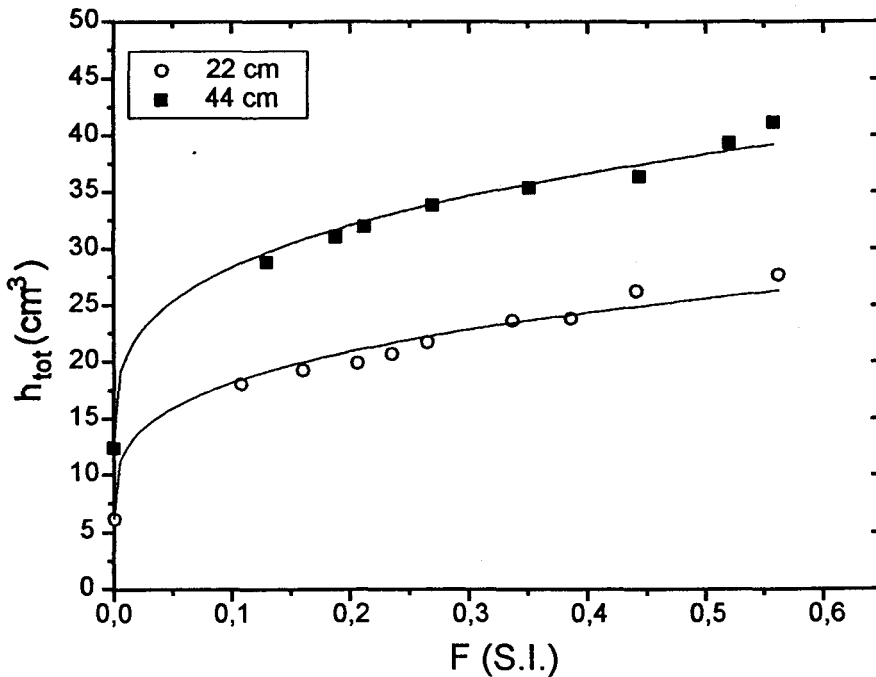


Fig. V.25: Datos experimentales y ajuste de la retención total en columnas de relleno Sulzer BX de 22 y 44 cm de altura para la mezcla Etanol-Benzoato de Metilo.

Los ajustes de los datos experimentales representados en la figura V.25 son los siguientes:

Columna de 22 cm de altura:

$$h_{tot} (cm^3) = 6,2 + 23,87 F^{0,3} \quad [V.46]$$

Columna de 44 cm de altura:

$$h_{tot} (cm^3) = 12,4 + 31,92 F^{0,3} \quad [V.47]$$

V.3.2.3. Retención operativa.

La retención operativa se deduce de la total en la forma indicada en el apartado II.6 y desarrollada en las tablas siguientes:

Tabla V.6: Determinación de las retenciones operativa y líquida en una columna de relleno estructurado Sulzer DX para la mezcla n-Heptano-Tetralina.

F	$(h_{tot} - h_e)_{22}$	$(h_{tot} - h_e)_{44}$	$(h_{op})_{22}$	% h_{op}	$(h_l)_{22}$	% h_l
0	0	0	0	0	6,4	6,01
0,1	19,09	25,69	6,60	6,19	13,00	12,20
0,2	23,51	31,63	8,12	7,63	14,52	13,64
0,3	26,55	35,72	9,17	8,61	15,57	14,62
0,4	28,94	38,94	10,00	9,39	16,40	15,40
0,5	30,94	41,64	10,69	10,04	17,09	16,05
0,6	32,68	43,98	11,30	10,60	17,70	16,61
0,7	34,23	46,06	11,83	11,11	18,23	17,12

Tabla V.7: Determinación de las retenciones operativa y líquida en una columna de relleno estructurado Sulzer DX para la mezcla Ciclohexano-Benzoato de Metilo.

F	$(h_{tot} - h_e)_{22}$	$(h_{tot} - h_e)_{44}$	$(h_{op})_{22}$	% h_{op}	$(h_l)_{22}$	% h_l
0	0	0	0	0	6,10	5,62
0,1	18,19	24,36	6,17	5,69	12,27	11,31
0,2	22,40	29,99	7,59	7,00	13,69	12,62
0,3	25,29	33,87	8,57	7,90	14,67	13,53
0,4	27,57	36,92	9,35	8,62	15,45	14,24
0,5	29,48	39,48	10,00	9,21	16,10	14,84
0,6	31,14	41,70	10,56	9,73	16,67	15,36
0,7	32,61	43,67	11,06	10,19	17,16	15,82

Tabla V.8: Determinación de las retenciones operativa y líquida en una columna de relleno estructurado Sulzer DX para la mezcla Etanol-Benzoato de Metilo.

F	$(h_{tot} - h_e)_{22}$	$(h_{tot} - h_e)_{44}$	$(h_{op})_{22}$	% h_{op}	$(h_l)_{22}$	% h_l
0	0	0	0	0	6,2	5,71
0,1	11,965	16,00	4,03	3,72	10,23	9,43
0,2	14,731	19,69	4,96	4,57	11,16	10,29
0,3	16,64	22,24	5,60	5,17	11,80	10,88
0,4	18,14	24,25	6,11	5,63	12,31	11,35
0,5	19,39	25,92	6,53	6,02	12,73	11,74
0,6	20,48	27,38	6,90	6,36	13,10	12,08
0,7	21,45	28,68	7,23	6,66	13,43	12,38

Para obtener una ecuación que permita calcular la retención operativa en el relleno DX de laboratorio y a la vez para establecer una comparación entre escalas presentamos las variaciones de h_{op} que se deducirían aplicando expresiones de la bibliografía, obtenidas a partir de datos a escalas mayores. Los resultados están en las gráficas V.26, V.27 y V.28. No se han representado los resultados que se obtendrían con las correlaciones de Billet y Mackowiak porque las retenciones que proponen son muy bajas y el exponente del factor F bastante mayor que el encontrado en nuestra experimentación. (Billet, 2/3; Mackowiak, 1/2).

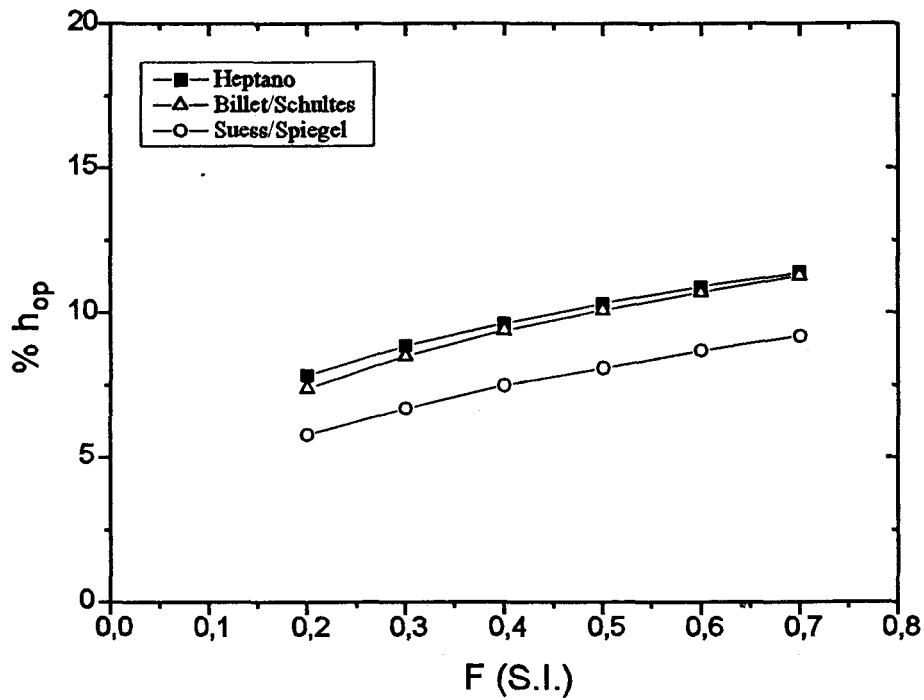


Fig. V.26: Comparación de los resultados experimentales de retención operativa con resultados obtenidos a partir de las expresiones bibliográficas para la mezcla n-Heptano-Tetralina.

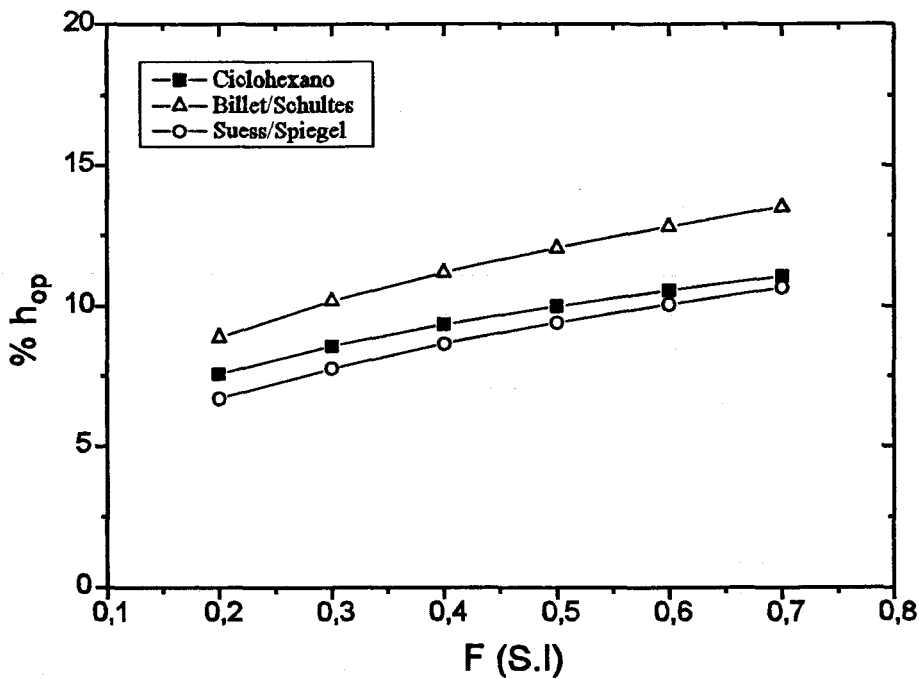


Fig. V.27: Comparación de los resultados experimentales de retención operativa con resultados obtenidos a partir de las expresiones bibliográficas para la mezcla Ciclohexano-Benzoato de Metilo.

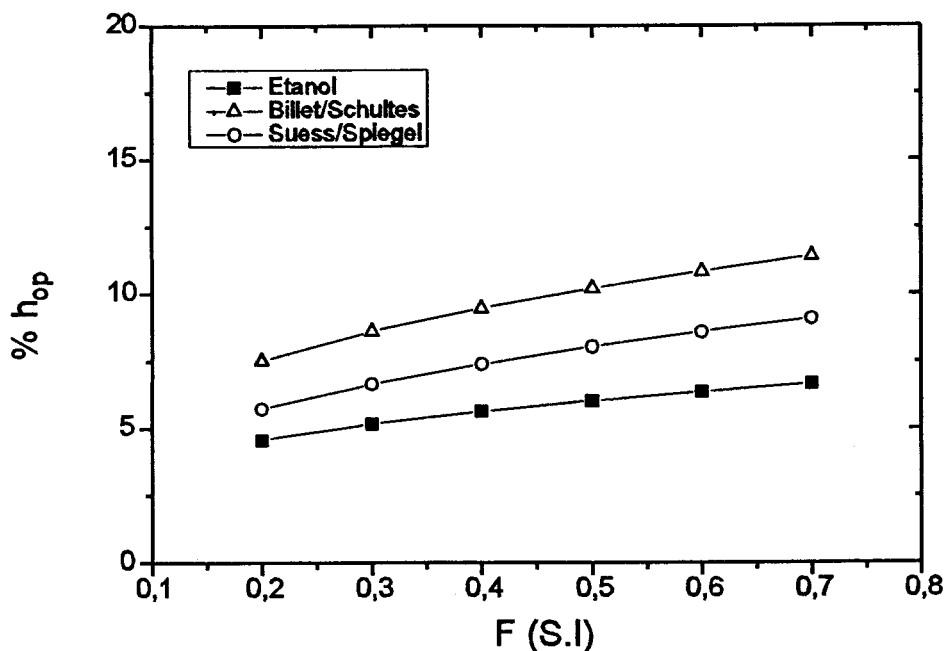


Fig. V.28: Comparación de los resultados experimentales de retención operativa con resultados obtenidos a partir de las expresiones bibliográficas para la mezcla Etanol-Benzoato de Metilo.

Las correlaciones de Suess-Spiegel y Billet-Schultes dan una dependencia similar a la obtenida en la escala laboratorio. Así que cualquiera de las dos formas podría transformarse para acomodarla a nuestros datos. Así:

Suess-Spiegel

$$\begin{aligned} \text{Expresión original } h_{op} &= 0.0169 a^{0.83} (3600 \mu_l)^{0.37} \left(\frac{\mu_l}{\mu_w} \right)^{0.25} \Rightarrow \\ &\Rightarrow h_{op} = C u^{0.37} \mu_l^{0.25} \quad [V.48] \end{aligned}$$

$$\text{Expresión modificada } h_{op} = C_1 \left[v_l^{0.25} \left(\frac{\rho_v}{\rho_l} \right)^{0.20} \right] F^{0.3} \quad [V.49]$$

Billet-Schultes

$$\text{Expresión original } h_{op} = 126.82 v_l^{\frac{1}{3}} u_l^{\frac{1}{3}} \quad [V.50]$$

$$\text{Expresión modificada } h_{op} = C_2 \left[\frac{\mu_l \rho_v^{\frac{1}{2}}}{\rho_l^2} \right]^{\frac{1}{3}} F^{0.3} \quad [V.51]$$

Deducimos las constantes C_1 y C_2 de nuestros datos, y quedan las siguientes ecuaciones para el tanto por ciento de retención líquida:

$$h_l \% = 6.605 - 972 \mu_l + 1100 \left[v_l^{0.25} \left(\frac{\rho_v}{\rho_l} \right)^{0.20} F^{0.30} \right] \quad [V.52]$$

$$h_l \% = 6.605 - 972 \mu_l + 8600 \left[\left(\frac{\mu_l \rho_v^{\frac{1}{2}}}{\rho_l^2} \right)^{\frac{1}{3}} F^{0.3} \right] \quad [V.53]$$

V.3.2.4. Dedución de la variación de la superficie interfacial con F.

Retomando la ec. V.38 y sustituyendo el valor obtenido para h_l , para una composición de un sistema a una presión:

$$a_e = \frac{(P_1 + P_2 F^{0.3})^{1.5}}{P_3 F^{0.5}} \quad [V.54]$$

Estrictamente hablando, según la expresión la superficie interfacial podría reducirse al aumentar el flujo, ya que aún con $P_1 \ll P_2 F^{0.30}$, a_e tendería a una función $P_4 F^{-0.05}$. Pero la situación real no es ésta, obviamente. Al aumentar el flujo líquido, a_e puede, a lo más, permanecer invariable, nunca decrecer. De hecho no

existen grandes diferencias entre el ajuste propuesto para la retención líquida ($h_{op} \propto F^{0,30}$) y otros con un exponente algo mayor. Si $h_{op} \propto F^{0,33}$, $a_e \rightarrow P_4 F^0$. La consecuencia es la misma en ambos casos: la superficie interfacial efectiva de un relleno estructurado de laboratorio es virtualmente independiente del flujo líquido.

V.4.- RESISTENCIAS EN EL EQUIPO DE LABORATORIO.

La asunción de resistencia vapor preponderante que se suele suponer para destilación en equipos industriales permite soslayar el sumatorio de resistencias que tanto dificulta el manejo de los datos de eficacia. Discutiremos ahora si es posible extender ese cómodo supuesto a los datos de eficacia de los equipos de laboratorio. Y si no lo es, trataremos de obtener una expresión alternativa para la eficacia del relleno estructurado de malla a pequeña.

Puesto que, como se acaba de comprobar, la interfase efectiva de la columna de laboratorio es virtualmente constante y puede igualarse a la nominal del relleno, si la resistencia vapor es preponderante:

$$AUT = \frac{V}{K a_e} \approx \frac{V}{s} \left(\frac{1}{k_v a} \right) = \frac{V}{s a} \left(\frac{1}{\alpha Re_v^m Sc_v^n \left(\frac{D}{d_{eq}} \right)} \right) \quad [V.55]$$

Para un equipo dado y una composición constante en el sistema la única variable independiente que queda es el flujo. Puesto que V es proporcional a F y k_v a F^m , se deduce que la AUT debe ser proporcional a F^{1-m} . En todo el intervalo de operación de la destilación, "m" debe ser un valor único, ya que no parece razonable que haya un cambio en la fluidodinámica de la fase vapor. Por consiguiente, es fácil contrastar la hipótesis de resistencia vapor controlante, estableciendo experimentalmente la relación entre AUT y F: si existe una relación potencial, con exponente de F entre 0 y 1, para todos los sistemas la hipótesis quedaría confirmada.

El tratamiento sería extendible sin dificultades a los datos de AEPT, ya que:

$$AEPT = \Lambda AUT$$

$$\Lambda = f(\text{sistema, relación de reflujo, composición})$$

Si la relación de reflujo es la misma para todos los sistemas estudiados (y lo es en nuestro caso y en la inmensa mayoría de estos estudios: reflujo total) no hay

cambio en la proporcionalidad de la AEPT y la AUT con F .

Sin embargo, sí pueden encontrarse dificultades en la forma de la función de eficacia. Hemos correlacionado los datos experimentales de AUT o AEPT mediante una función polinómica. Se trataba de un ajuste matemático para un intervalo de flujos, ni demasiado altos ni demasiado bajos. Fuera del intervalo la eficacia se reducirá: habrá un aumento más agudo de la AUT cuando la inundación se acerque, al alterarse la transferencia de materia; y también cuando al reducirse el flujo se reduzca notoriamente la interfase, por la escasez de líquido en la columna.

De ese polinomio empírico hay que pasar a la función potencial que pide la teoría, haciendo $1-m = \Omega$ ($1 > \Omega > 0$). No vale la expresión $AUT = \Pi F^\Omega$, porque $AUT \neq 0$ cuando $F \rightarrow 0$. Y la expresión $AUT = \Pi_0 + \Pi F^\Omega$ es tan artificial como la fórmula polinómica, ya que cuando F tiende a 0 la AUT debe ser mucho mayor que Π_0 . Ahora bien, como de lo que se trata es de averiguar si son un único exponente para el módulo de Reynolds del vapor puede explicarse la dependencia experimental de la AUT con F nos bastará con una representación doblemente logarítmica de AUT de los distintos sistemas frente a F para un intervalo práctico del factor de flujo en destilación de laboratorio (0,1-1,7).

Los exponentes en la función $AUT = f(F^\Omega)$ para el relleno de laboratorio Sulzer DX puede verse en la tabla V.9.

De la tabla se deduce que no existe un único exponente para los distintos sistemas, sino que Ω se encuentra en la mayoría de los casos entre 0,4 y 0,6. Sólo en alguno (sistema trans-Decalina-cis-Decalina) Ω se aproxima al valor de 0,2 que haría el comportamiento de la columna de laboratorio similar al propuesto por Bravo y Fair (con exponente 0,8 para el Re_v , como en una columna de pared mojada).

Dada la dispersión de los datos experimentales, el intervalo relativamente estrecho en el que se encuentran casi todos los exponentes de F hace que no descartemos el uso de un $\bar{\Omega}$, que desde luego no puede ser el valor 0,2 encontrado en equipos mayores. Manteniendo la preponderancia de la fase vapor, puede buscarse una correlación con un $\Omega = 0,50$, que correspondería aproximadamente al valor medio en el intervalo experimental y al exponente del Re_v en un régimen laminar. Se ha indicado que un Re_v elevado a 0,8 podría ser excesivo en columnas mayores. Ya que el régimen puede no ser turbulento.

Tabla V.9.- Datos de la función $AUT = \Pi F^\Omega$ para relleno de laboratorio Sulzer DX.

Sistema	P (mmHg)	Ω	F (S.I.)
n-Heptano- Metilciclohexano	760	0,41	0,08-1,70
Ciclohexano-n-Heptano	760	0,53	0,25-1,35
Metanol-Etanol	760	0,58	0,40-0,90
Metanol-Agua	760	0,61	0,25-0,70
Acetona-Agua	760	0,40	0,40-1,50
Etilbenceno-Estireno	50,100	0,54	0,40-1,20
trans-Decalina-cis-Decalina	20-100		
Decano-trans-Decalina	10,20,50	0,52	0,5-2,6
Clorobenceno-Etilbenceno	78	0,46	0,2-0,9
	40	0,50	
	750	0,60	
	300	0,56	
	78	0,49	
	40	0,50	

Si $m = 0,5$, queda:

$$k_v = \alpha_v \left(\frac{u_v d_{eq} \rho_v}{\mu_v} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{\mu_v}{\rho_v D_v} \right)^n \left(\frac{D_v}{d_{eq}} \right) = c_1 \left(\frac{F \sqrt{\rho_v}}{\mu_v} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{\mu_v}{\rho_v D_v} \right)^n D_v \quad [V.56]$$

siendo c_1 independiente del sistema, al ser igual a $\alpha_v (d_{eq})^{-\frac{1}{2}}$.

Y en cuanto a la altura de la unidad de transferencia:

$$AUT = \frac{\rho_v u_v}{K_v a} = \frac{F \sqrt{\rho_v}}{M a} \left[\frac{1}{c_1} \frac{1}{Sc_v^n} \left(\frac{\mu_v}{F \sqrt{\rho_v} D_v^2} \right)^{\frac{1}{2}} \right] \quad [V.57]$$

como:

$$\left(\frac{\mu_v}{F \sqrt{\rho_v} D_v^2} \right)^{\frac{1}{2}} = Sc_v^{\frac{1}{2}} \frac{\rho_v^{\frac{1}{4}}}{\sqrt{F} D_v} \quad [V.58]$$

$$AUT = \left[\frac{1}{c_1 a} \left(\frac{\rho_v^{\frac{3}{2}}}{M^2 D_v} \right)^{\frac{1}{2}} Sc_v^{\frac{1}{2} - n} \right] \sqrt{F} \quad [V.59]$$

la superficie interfacial es igual a la nominal en este relleno de laboratorio, y tan constante como c_1 . Así que pasando al primer miembro las variables distintas del flujo, se tiene:

$$\frac{AUT}{\left(\frac{\rho_v^{\frac{3}{4}}}{M \sqrt{D_v}} \right) Sc_v^{\frac{1}{2} - n}} = \left(\frac{\sqrt{d_{eq}}}{\alpha_v a} \right) \sqrt{F} \quad [V.60]$$

El supuesto de resistencia vapor controlante se refutaría si representando el primer miembro frente a $F^{1/2}$ no se llegara a una única función para todos los sistemas. Naturalmente, hay que contar con una inevitable dispersión, ya que $\bar{\Omega} = 0,5$ puede ser bastante diferente del exponente de un sistema en concreto.

Para hacer la representación hay que dar un valor a "n", que puede ser $\frac{1}{2}$ o $\frac{1}{3}$, si tomamos los exponentes tradicionales del número de Schmidt. En el primer caso no habría intervención del Sc_v , y la función a utilizar se simplifica. Puesto que el tratamiento es aproximado, esa función puede ser suficiente. Sobre todo porque el otro extremo ($Sc_v^{0,17}$) no es muy diferente a la unidad.

La representación de $\frac{AUT M \sqrt{D_v}}{\rho_v^{3/4}} = f(\sqrt{F})$ puede verse en la figura V.29.

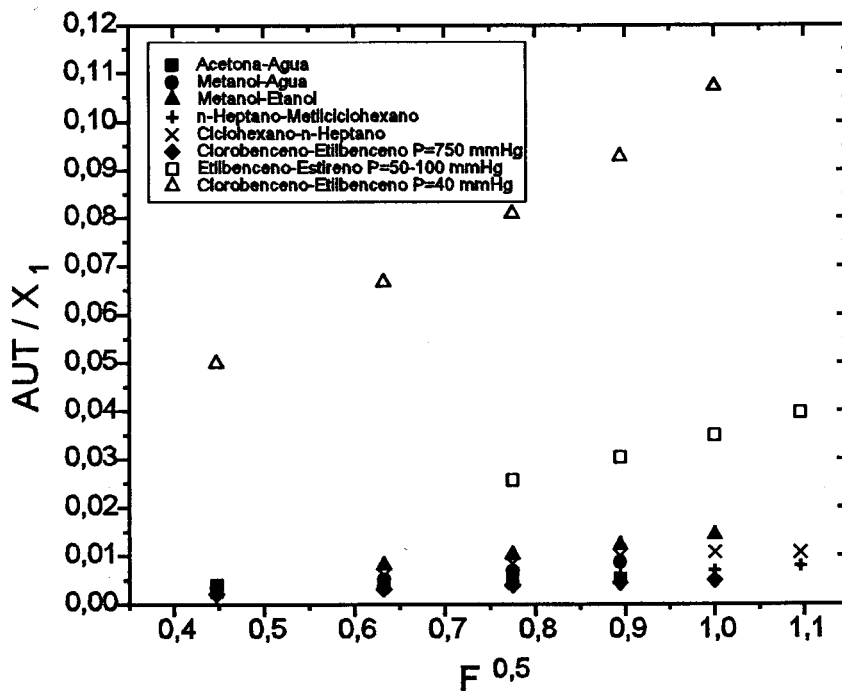


Fig. V.29: Representación gráfica para la comprobación del supuesto de resistencia líquida despreciable.

Es evidente que no existe una única recta para todos los sistemas, sino que hay clara diferencias de pendientes entre ellos. De hecho en la gráfica se distingue claramente entre las mezclas rectificadas a presión atmosférica y a vacío. Es fácil ver por qué: no variando mucho la AUT, el factor $(\rho^{3/4} / M D_v^{1/2})$ es mucho menor a presiones bajas, de manera que la ordenada crece.

Las consecuencias es que los datos experimentales de la columna de laboratorio no pueden correlacionarse con sólo la resistencia vapor. La intervención de las dos resistencias no es necesariamente contradictoria con el exponente único dado a F. Habría compatibilidad si se cumple la condición $m_v = m_l = 1 - \bar{\Omega}$.

Asumimos que $m_v = m_l = 0,50$, y que los exponentes de los números de

Schmidt son los típicos valores ya utilizados por Fair: $n_v = 1/3$, $n_l = 1/2$. La ecuación para la altura de la unidad de transferencia es:

$$AUT = \frac{F_v \sqrt{d_{eq}} \sqrt{\rho_v}}{M a} \left[\frac{1}{\alpha_v} \frac{\mu_v^{\frac{1}{2}}}{F_v^{\frac{1}{2}} \rho_v^{\frac{1}{4}} D_v Sc_v^{\frac{1}{3}}} + m \left(\frac{V}{L} \right) \frac{1}{\alpha_l} \frac{\mu_l^{\frac{1}{2}}}{F_l^{\frac{1}{2}} \rho_l^{\frac{1}{4}} D_l Sc_l^{\frac{1}{2}}} \right] \quad [V.61]$$

Puesto que $u_v \rho_v = u_l \rho_l$, $F_v (\rho_v)^{\frac{1}{2}} = F_l (\rho_l)^{\frac{1}{2}}$; y a reflujo total:

$$\begin{aligned} AUT &= \frac{\sqrt{d_{eq}}}{M a} \sqrt{F_v} \rho_v^{\frac{1}{4}} \left[\frac{1}{\alpha_v} \frac{\mu_v^{\frac{1}{2}}}{D_v Sc_v^{\frac{1}{3}}} + m \frac{1}{\alpha_l} \frac{\mu_l^{\frac{1}{2}}}{D_l Sc_l^{\frac{1}{2}}} \right] = \\ &= \left[\left(\frac{\sqrt{d_{eq}}}{M a} \rho_v^{\frac{1}{4}} \right) \left(\frac{\mu_v^{\frac{1}{2}}}{D_v Sc_v^{\frac{1}{3}}} \right) \frac{1}{\alpha_v} \left(1 + m \frac{\alpha_v}{\alpha_l} \sqrt{\frac{\mu_l}{\mu_v}} \frac{D_v}{D_l} \frac{Sc_v^{\frac{1}{3}}}{Sc_l^{\frac{1}{2}}} \right) \right] \sqrt{F} = \\ &= \left(\frac{\sqrt{d_{eq}}}{\alpha_v a} \right) \left(\frac{\rho_v^{\frac{3}{4}}}{M \sqrt{D_v}} \right) Sc_v^{0,17} \left(1 + m \frac{\alpha_v}{\alpha_l} \sqrt{\frac{\mu_l}{\mu_v}} \frac{D_v}{D_l} \frac{Sc_v^{\frac{1}{3}}}{Sc_l^{\frac{1}{2}}} \right) \sqrt{F} \quad [V.62] \end{aligned}$$

El contraste de este modelo se hace representando frente a $(F)^{\frac{1}{2}}$ el término

$$\frac{AUT}{\left(\frac{\rho_v^{\frac{3}{4}}}{M \sqrt{D_v}} \right) Sc_v^{0,17} \left(1 + m \frac{\alpha_v}{\alpha_l} \sqrt{\frac{\mu_l}{\mu_v}} \frac{D_v}{D_l} \frac{Sc_v^{\frac{1}{3}}}{Sc_l^{\frac{1}{2}}} \right)} \quad \text{. Para ello hay que suponer una}$$

relación de coeficientes adimensionales, α_v / α_l , parámetro que da una indicación de la importancia relativa de las resistencias individuales: a mayor valor, más

importancia de la resistencia líquida.

El ajuste de los datos a la función propuesta para distintos valores del parámetro puede verse en las figuras V.30, V.31, V.32 y V.33.

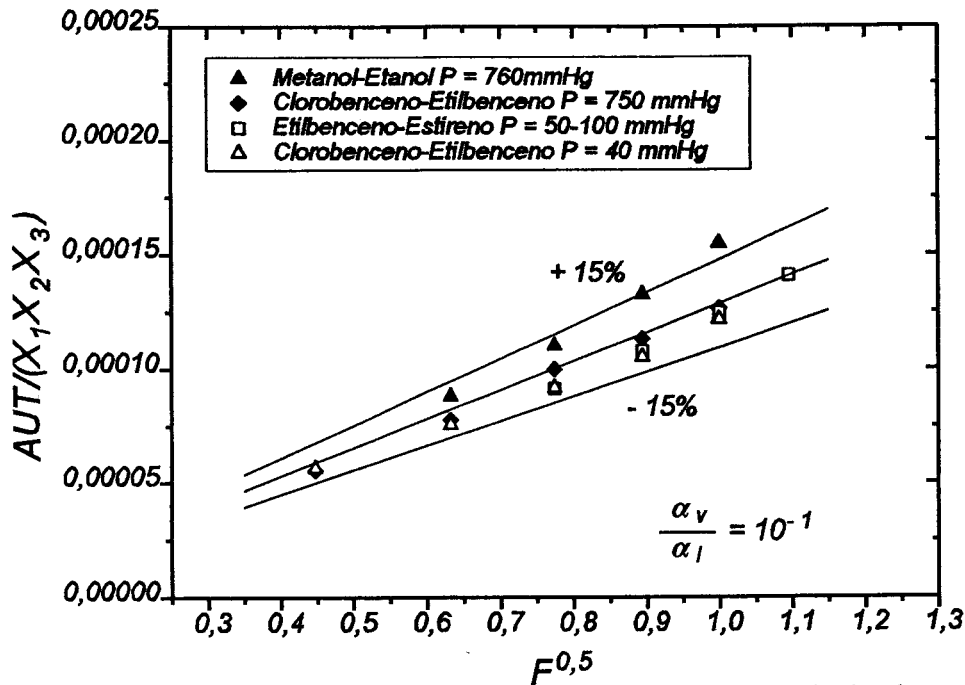


Fig. V.30: Representación gráfica de distintos sistemas a distintas presiones suponiendo relevantes ambas resistencias con una relación $\alpha_v/\alpha_l = 10^{-1}$.

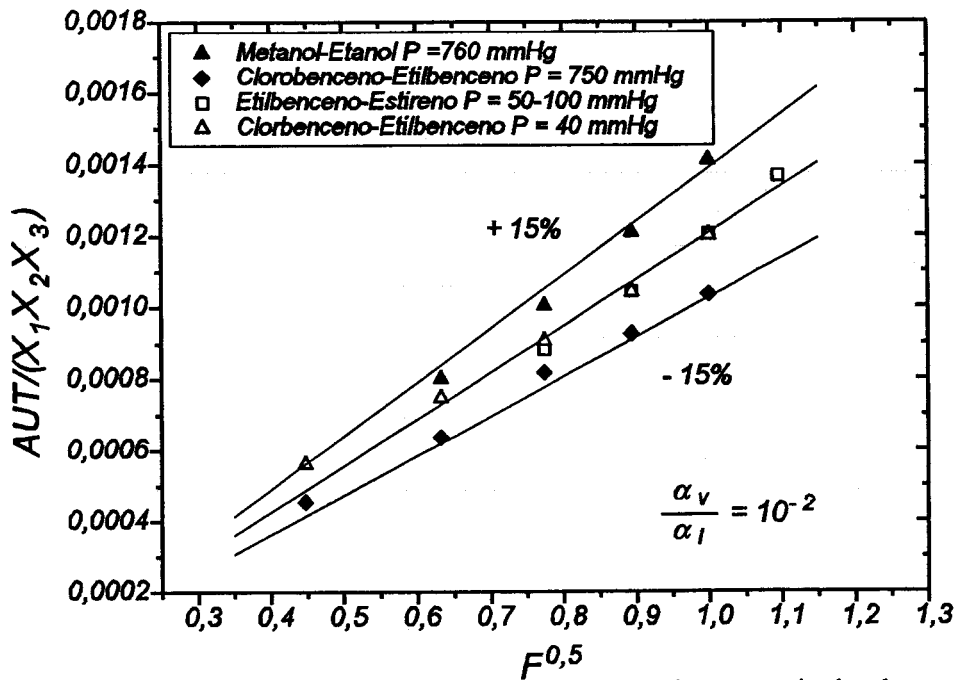


Fig. V.31: Representación gráfica de distintos sistemas a distintas presiones suponiendo relevantes ambas resistencias con una relación $\alpha_v/\alpha_l = 10^{-2}$.

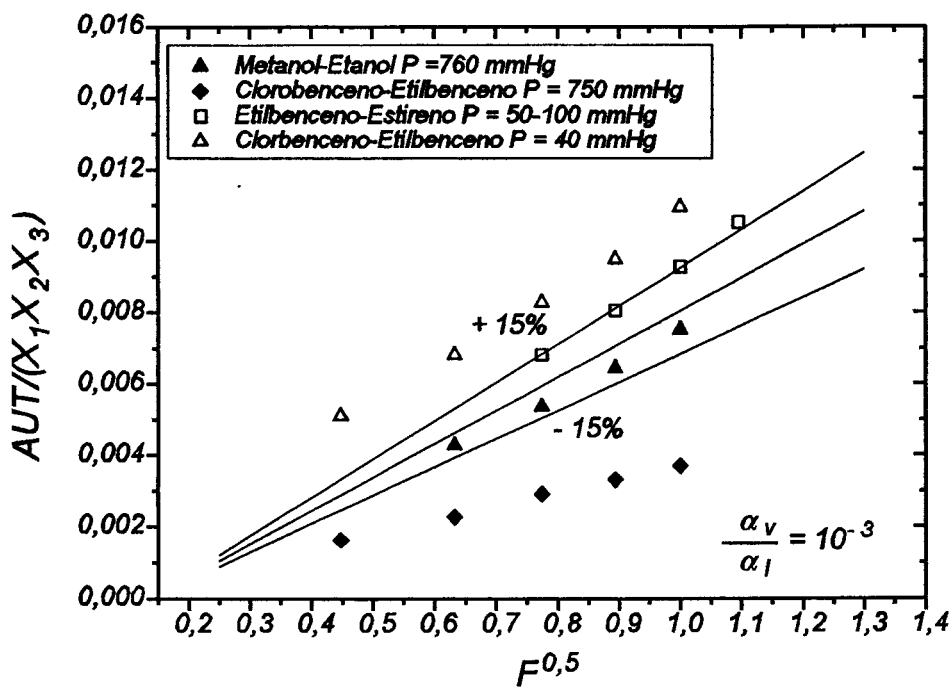


Fig. V.32: Representación gráfica de distintos sistemas a distintas presiones suponiendo relevantes ambas resistencias con una relación $\alpha_v/\alpha_l = 10^{-3}$.

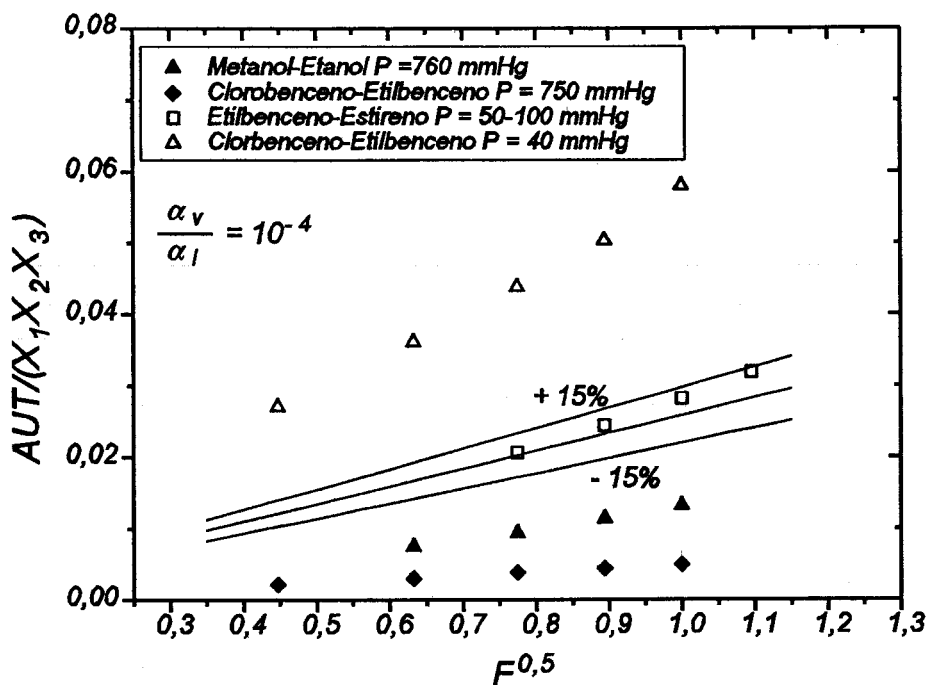


Fig. V.33: Representación gráfica de distintos sistemas a distintas presiones suponiendo relevantes ambas resistencias con una relación $\alpha_v/\alpha_l = 10^{-4}$.

Claro está que al imponer determinadas relaciones entre los coeficientes adimensionales para facilitar el cálculo, limitamos la solución. Pero, aparte de que este puede mejorarse con nuevos valores del parámetro, de lo que se trata es de conseguir un modelo para cuantificar la variación de eficacia del relleno DX.

Escogida la correlación, los coeficientes se deducen de inmediato:

$$Pendiente = \frac{\sqrt{d_{eq}}}{\alpha_v a} \Rightarrow \alpha_v = \frac{\sqrt{d_{eq}}}{Pendiente \cdot a} \quad y \quad \alpha_l = \frac{\alpha_v}{\left(\frac{\alpha_v}{\alpha_l} \right)_{elegida}} \quad [V.63]$$

Con lo cual se pueden determinar los coeficientes individuales de transferencia de materia una vez conocidas las propiedades de la mezcla vapor y líquida en el punto de ebullición.

V.5.- UN MÉTODO PARA EL CAMBIO DE ESCALA.

Para estimar la eficacia de un equipo piloto a partir de la escala de laboratorio necesitamos la relación de eficacia entre escalas, R , y la eficacia del equipo menor. Lo más conveniente es expresar ésta en alturas de la unidad de transferencia y aquélla en altura equivalente a un plato teórico. El factor de transformación entre ambas, Λ , se deduce directamente de las líneas de operación y de equilibrio. No merece la pena trabajar con la simplificación usual de que ambas son rectas (cuando la de equilibrio frecuentemente no lo será).

V.5.1.- Obtención de la eficacia del equipo de laboratorio.

De los dos problemas, éste es el menor. Si se quiere una aproximación afinada, la determinación experimental es desde luego lo más aconsejable. Se sugiere el siguiente procedimiento:

La experimentación de laboratorio se dirige a conseguir una AUT para un sistema a separar en una escala mayor a una presión dada. Se supone una composición media para esa separación a mayor escala. La AUT se determina para un intervalo de flujo a esa P y \bar{x} . En principio se trabaja a reflujo total. Se realiza una experimentación inicial con cuatro-ocho elementos de relleno Sulzer DX para conseguir el punto de inundación y una indicación sobre el salto de concentración en la columna por altura del relleno. Esta última se puede obtener aplicando la correlación propuesta en V.4, que dará una estimación mucho mejor que la muy general encontrada en los folletos del fabricante.

A partir de aquí puede fijarse una composición inicial en el hervidor y una altura de relleno para que la composición media de la columna sea aproximadamente la supuesta para la escala piloto. Como el flujo será variable (de hecho se intenta obtener $AUT = f(F)$ para un sistema, presión y composición media) la eficacia también lo será, por lo que la composición del calderín debe irse modificando.

Es conveniente hacer una experimentación complementaria a reflujo parcial, ya que la AUT es función de la relación de reflujo.

V.5.2.- Obtención de la relación entre escalas.

Experimentalmente se ha comprobado que esta relación no sólo depende del relleno industrial y del sistema a rectificar, sino también del flujo. Esto no es sorprendente a la vista de su expresión rigurosa:

$$R = \frac{(\Lambda \text{ AUT})_{pil}}{(\Lambda \text{ AUT})_{lab}} = \frac{\Lambda_{pil}}{\Lambda_{lab}} \frac{\left(\frac{V}{S}\right)_{pil}}{\left(\frac{V}{S}\right)_{lab}} \frac{K_{lab}}{K_{pil}} \frac{(a_e)_{lab}}{(a_e)_{pil}} \quad [V.64]$$

A unas \bar{x} y P iguales, y a reflujo total:

$$\Lambda_{lab} = \Lambda_{pil}$$

$$\frac{\left(\frac{V}{S}\right)_{pil} (a_e)_{lab}}{\left(\frac{V}{S}\right)_{lab} (a_e)_{pil}} = \frac{F_{pil} a_{lab}}{F_{lab} (a_e)_{pil}} \quad [V.65]$$

(ya que ρ_v y M son iguales y $(a_e)_{lab} = a_{lab}$).

Aunque se trabaje a la misma F, existe influencia posible del flujo, puesto que éste puede modificar la fracción efectiva en la planta piloto. Claro que para avanzar hay que estimar esa dependencia. También puede haber dependencia de la razón de coeficientes globales frente al flujo, porque las condiciones hidrodinámicas sean distintas para ambas escalas.

Caben dos aproximaciones: obtener R para un determinado valor de F y aplicar después una correlación de escala piloto para ver la variación de $AEPT_{pil}$ con F; o definir a la vez toda la variación de R con F. Lo primero parece más adecuado, dado que los intervalos prácticos de F pueden ser muy distintos a escalas diferentes y coincidir sólo en un margen muy estrecho.

V.5.2.1.- Utilización de un flujo de referencia.

El método de escalado de Hufton, Bravo y Fair es una aproximación del primer tipo, ya que la ecuación propuesta:

$$R = \frac{AEPT_{pil}}{AEPT_{lab}} = \left(\frac{(\alpha_e)_{lab}}{(\alpha_e)_{pil}} \right) \left(\frac{(d_{eq})_{pil}}{(d_{eq})_{lab}} \right)^{0,2} \left(\frac{e_{pil} (\text{sen } \theta)_{ind}}{e_{lab} (\text{sen } \theta)_{lab}} \right)^{0,8} \left(\frac{F_{pil}}{F_{lab}} \right)^{0,2} \quad [V.66]$$

debe aplicarse a un F para el relleno de laboratorio ($F_{lab} = 1,0$ siempre que sea posible). Así que:

$$AEPT_{pil} = [AEPT_{lab}]_{F=1,0} \left(\frac{(\alpha_e)_{lab}}{(\alpha_e)_{pil}} \right) \left(\frac{(d_{eq})_{pil}}{(d_{eq})_{lab}} \right)^{0,2} \left(\frac{e_{pil} (\text{sen } \theta)_{ind}}{e_{lab} (\text{sen } \theta)_{lab}} \right)^{0,8} F_{pil}^{0,2} \quad [V.67]$$

Para nuestro equipo:

$$\begin{aligned} a_{lab} &= 1300 \text{ m}^{-1} & (d_{eq})_{lab} &= S_{lab} = 1,85 \cdot 10^{-3} \text{ m} \\ e_{lab} &= 0,96 & (\text{sen } \theta)_{lab} &= 0,8660 \end{aligned}$$

Y para el valor del factor de descuento (f_e) se emplean las ecuaciones V.22 para rellenos de láminas corrugadas y V.24 en el caso de los de malla.

Empleando nuestros datos de $AEPT_{lab}$ hemos resuelto la ecuación para $F_{pil}=1$. La comparación entre las $(AEPT)_{pil}$ calculadas y las experimentales se encuentran en los diagramas de paridad representados en las figuras 34 y 35.

Como puede observarse, las AEPT calculadas son siempre mayores que las experimentales, lo que sería una estimación conservativa. Pero los desacuerdos cuantitativos son evidentes. Mientras la variación de las AEPT experimentales es pequeña de un sistema a otro, las calculadas pueden ser muy diferentes, al serlo a escala laboratorio.

En realidad no era esperable un buen acuerdo, ya que la relación de Hufton parte de que la función de eficacia tiene la misma forma para ambas escalas, aceptando que la resistencia vapor es preponderante en las dos. Sin embargo, la correlación que hemos propuesto para AUT de laboratorio incluye también la resistencia del líquido.

Además de esa discrepancia esencial pueden venir diferencias del diverso ajuste de los datos experimentales en ambas escalas a las correlaciones. El desacuerdo podría ser especialmente significativo si la fracción efectiva del relleno industrial se estima mal por las ecuaciones de Rocha, Bravo y Fair.

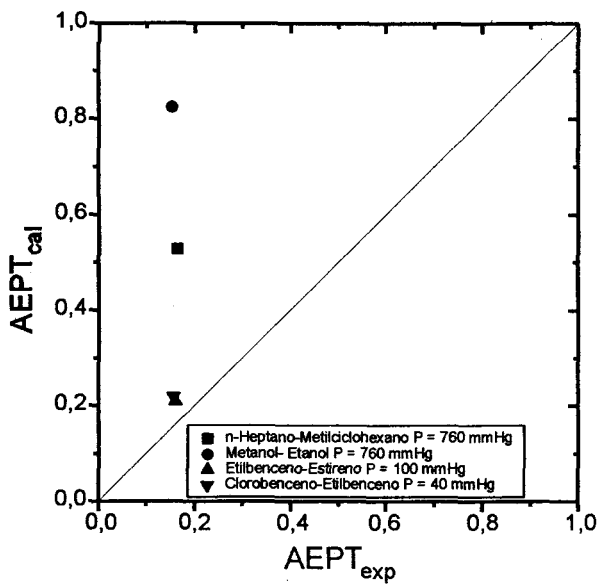


Fig. V.34: Comparación de las eficacias experimentales y calculadas por el método de Hufton, Bravo y Fair para rellenos de malla

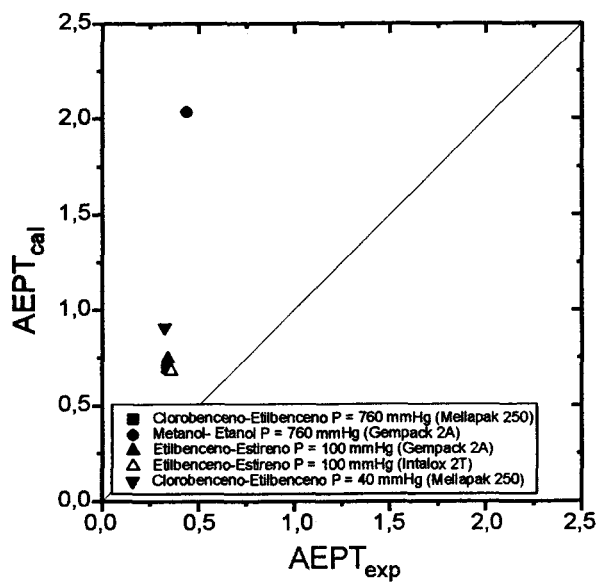


Fig. V.35: Comparación de las eficacias experimentales y calculadas por el método de Hufton, Bravo y Fair para rellenos de laminas corrugadas.

V.5.2.2.- Una nueva aproximación.

Puesto que en la correlación de los datos de laboratorio no puede despreciarse la resistencia de la fase líquida es obligado modificar la ecuación para calcular R. Así que la relación entre escalas ha de ser algo más que una simple relación geométrica con intervención de las propiedades del sistema sólo en la fracción efectiva de la escala piloto.

El alejamiento entre la correlación de laboratorio y algunos datos experimentales también puede subsanarse fácilmente, estableciendo el cálculo de la relación con sistemas en los que los datos experimentales a pequeña escala se calculen afinadamente mediante la ecuación propuesta.

Queda entonces aislada la adecuación de la correlación con los datos experimentales a escala piloto. Si existe un desacuerdo, éste debe provenir más bien de la interfase efectiva que de los exponentes del Re y Sc, ya que las variaciones en estos factores no pueden ser muy grandes. Otra causa de desajuste puede encontrarse en separaciones en las que la resistencia líquida, despreciada, sea considerable.

Procederemos de la manera siguiente. Tenemos un R experimental que es una referencia sólida, ya que sale directamente de AEPT empíricas de la bibliografía para plantas piloto y de nuestra correlación para AEPT de laboratorio. Esa razón de escalado sería:

$$R = \frac{\Lambda_{pil}}{\Lambda_{lab}} = \frac{AUT_{pil}}{AUT_{lab}} = \frac{a_{lab}}{a_{pil} (f_e)_{pil}} \frac{K_{pil}}{K_{lab}} \frac{F_{pil}}{F_{lab}} \quad [V.68]$$

donde:

$$K_{pil} = \frac{(\alpha_v)_{pil}}{S_{pil}} F^{0,80} \left(\frac{\sqrt{\rho_v}}{\mu_v} \right)^{0,8} D_v Sc_v^{\frac{1}{3}} \quad [V.69]$$

$$\frac{1}{K_{lab}} = \frac{\sqrt{S_{lab}}}{\rho_v^{\frac{1}{4}} \sqrt{F}} \left[\frac{\sqrt{\mu_v}}{(\alpha_v)_{lab} D_v Sc_v^{\frac{1}{3}}} + \frac{m \sqrt{\mu_l}}{(\alpha_l)_{lab} D_l Sc_l^{\frac{1}{3}}} \right] \quad [V.70]$$

Para cada F:

$$R = \frac{a_{lab}}{a_{pil}} \frac{S_{pil}^{0,20}}{S_{lab}^{0,50}} \left[\frac{\frac{\mu_v^{0,8}}{Sc_v^{\frac{1}{3}} D_v}}{\rho_v^{0,40} \left(\frac{\sqrt{\mu_v}}{(\alpha_v)_{lab} D_v Sc_v^{\frac{1}{3}}} + \frac{m \sqrt{\mu_l}}{(\alpha_l)_{lab} D_l Sc_l^{\frac{1}{3}}} \right)} \right] \left(\frac{1}{(f_e)_{pil}} \frac{1}{\alpha_v} \right) \frac{1}{F^{0,30}} \quad [V.71]$$

Todos los factores de R pueden ser cuestionados, con la excepción de la razón entre las superficies específicas nominales, ya que dependen de la ecuación propuesta para planta piloto. Pero, como ya se ha dicho, lo razonable es que el desajuste provenga del producto $[(f_e)_{pil} \cdot \alpha_v]$. Por consiguiente compararemos los productos que con la ecuación anterior se pueden deducir de las R experimentales y las que se deducirían de las correlaciones de Fair y colaboradores. Hay que distinguir entre rellenos de malla y de láminas, ya que la expresión para (f_e) es

diferente.

En la tabla siguiente se presentan los productos deducidos de los datos experimentales para los sistemas escogidos y $F = 1,0$.

Tabla V.10: Productos ($\alpha_v \cdot f_e$) para los distintos sistemas y rellenos tratados.

SISTEMAS	RELLENOS DE MALLA	RELLENOS DE LÁMINAS
Clorobenceno-Etilbenceno P = 760 mmHg	—	Mellapak 250
	—	$\alpha_v \cdot f_e = 0,0323$
Metanol-Etanol P = 760 mmHg	Sulzer BX	Gempack 2A
	$\alpha_v \cdot f_e = 0,0405$	$\alpha_v \cdot f_e = 0,0305$
n-Heptano-Metilciclohexano P = 760 mmHg	Sulzer BX	—
	$\alpha_v \cdot f_e = 0,0296$	—
Etilbenceno-Estireno P = 100 mmHg	Sulzer BX	Gempack 2A
	$\alpha_v \cdot f_e = 0,0286$	$\alpha_v \cdot f_e = 0,0292$
Clorobenceno-Etilbenceno P = 40 mmHg	Sulzer BX	Mellapak 250
	$\alpha_v \cdot f_e = 0,0275$	$\alpha_v \cdot f_e = 0,0265$

El cálculo de f_e por las ecuaciones de Bravo, Rocha y Fair daría:

Tabla V.11: Valores de fracción efectiva de los distintos rellenos con distintos sistemas según las ecuaciones de Rocha, Bravo y Fair.

SISTEMAS	R. DE MALLA	R. DE LÁMINAS
Clorobenceno-Etilbenceno P = 760 mmHg	—	0,557
Metanol-Etanol P = 760 mmHg	0,626	0,546
n-Heptano-Metilciclohexano P = 760 mmHg	0,580	—
Etilbenceno-Estireno P = 100 mmHg	0,672	0,406
Clorobenceno-Etilbenceno P = 40 mmHg	0,710	0,339

* * *

Si se aplica el factor α_v propuesto por Bravo, Rocha y Fair tendríamos las siguientes diferencias entre los valores calculados y experimentales:

Tabla V.12: Comparación entre los valores experimentales y calculados del producto ($\alpha_v \cdot f_o$) para los distintos sistemas y rellenos tratados.

SISTEMAS	R. DE MALLA			R. DE LÁMINAS		
	exp.	cal.	%	exp.	cal.	%
Clorobenceno-Etilbenceno (760)	—	—	—	0,0323	0,0301	-6%
Metanol-Etanol (760)	0,0405	0,0338	-16%	0,0305	0,0295	-3%
n-Heptano-Metilciclohexano (760)	0,0296	0,0313	+5%	—	—	—
Etilbenceno-Estireno (100)	0,0286	0,0363	+27%	0,0292	0,0219	-25%
Clorobenceno-Etilbenceno (40)	0,0275	0,0383	+39%	0,0265	0,0183	-31%

Para ambos tipos de relleno la diferencia entre los resultados experimentales y los calculados aumenta al disminuir la presión. Pero mientras en los rellenos de malla la diferencia es positiva (la estimación es conservativa, ya que la eficacia experimental es mayor que la calculada), en los rellenos estructurados ocurre lo contrario.

* * *

Si para definir una ecuación de eficacia consideramos que la diferencia en ($\alpha_v \cdot f_o$) es achacable sólo a f_o , tendríamos:

Tabla V.13: Valores de los factores de descuentos a partir de los resultados experimentales.

SISTEMAS	R. DE MALLA	R. DE LÁMINAS
Clorobenceno-Etilbenceno P = 760 mmHg	—	0,598
Metanol-Etanol P = 760 mmHg	0,750	0,565
n-Heptano-Metilciclohexano P = 760 mmHg	0,548	—
Etilbenceno-Estireno P = 100 mmHg	0,530	0,541
Clorobenceno-Etilbenceno P = 40 mmHg	0,509	0,491

Como puede observarse las diferencias entre los factores de descuento son muy pequeñas (y, como es lógico, descendentes al disminuir la presión). Esta, es la misma tendencia que encontrábamos en las ecuaciones de Rocha, Bravo y Fair para fracciones efectivas de rellenos de láminas. No así para rellenos de malla; ya

se comentó la discutible consecuencia que provocaba la forma de esa ecuación por la que al aumentar el flujo líquido (porque, por ejemplo, la presión sea mayor) disminuiría la interase efectiva.

Dada la relativa pequeña diferencia entre los distintos f_e cabría conseguir un valor medio para cada uno de los dos tipos de rellenos, que podría valer como aproximación grosera para $F = 1,0$:

- Rellenos de malla: $f_e = 0,528 \pm 0,02$
- Rellenos de láminas: $f_e = 0,544 \pm 0,055$

- Sin embargo, deben intentarse aproximaciones más precisas. Una posibilidad es cuantificar el aumento de f_e con la presión (lo que en el fondo es una consecuencia del menor flujo líquido a vacío). Se sugieren ecuaciones como las siguientes:

- Rellenos de malla: $\ln(f_e) = -0,755 + 0,024 \ln P \text{ (mmHg)}$
- Rellenos de láminas: $\ln(f_e) = -0,932 - 0,064 \ln P \text{ (mmHg)}$

- Con cualquiera de las anteriores soluciones se determina el factor de descuento para $F = 1$. La determinación de los valores de f_e a otros F ha de realizarse mediante alguna ecuación que relacione ambas variables. Se proponen unas ecuaciones como las anteriormente aplicadas (Rocha y col.) introduciendo un factor para mejorar el ajuste entre los f_e estimados por esas correlaciones y los experimentales:

- Rellenos de malla (Sulzer BX):

$$f_e = 1 - 1,203 \left(\frac{u_l^2}{S g} \right)^{0,111} (0,513 P^{0,093}) \quad [V.72]$$

- Rellenos de láminas:

$$f_e = F_{SE} \frac{29,12 (We_l Fr_l)^{0,15} S^{0,359}}{Re_l^{0,2} e^{0,6} (1 - 0,93 \cos \gamma) (\text{sen } \theta)^{0,3}} (2,141 P^{-0,104}) \quad [V.73]$$

V.5.2.3.- La variación con el flujo.

El paso de los datos de eficacia desde un flujo de referencia, F^* , otro problema, F , es directo si aplicamos el desarrollo de Rocha, Bravo y Fair:

$$\frac{AUT_F}{AUT_{F^*}} = \frac{\left| \frac{u_v}{K a_e} \right|_F}{\left| \frac{u_v^*}{K^* a_e^*} \right|} = \frac{\left| \frac{u_v}{K_v f_e} \right|_F}{\left| \frac{u_v^*}{K_v^* f_e^*} \right|} = \frac{F}{F^*} \frac{K_v^* f_e^*}{K_v f_e} \frac{1}{\sqrt{\rho_v^*}} \quad [V.74]$$

Hay que distinguir entre fracciones efectivas para rellenos de malla y de láminas. La dependencia con el flujo es:

- R. de malla: $1 - f_e \propto F^{0,222}$

- R. de láminas: $f_e \propto \frac{(We_l Fr_l)^{0,15}}{(Re_l)^{0,20}} \propto F^{0,4}$

En cuanto al coeficiente de transferencia de materia:

$$K_v \propto (u_{ve} + u_{ve})^{0,8} = \left(\frac{u_v}{e(1-h_t) \sin\theta} + \frac{u_l}{e h_t \sin\theta} \right)^{0,8} = \left[\left(\frac{u_v}{e \sin\theta} \right) \frac{1}{h_t} \right]^{0,80} \left(\frac{h_t}{1-h_t} + \frac{\rho_v}{\rho_l} \right)^{0,80} \propto \left(\frac{u_v}{h_t} \right)^{0,80} \left(\frac{h_t}{1-h_t} + \frac{\rho_v}{\rho_l} \right)^{0,80} \quad [V.75]$$

El cálculo de la retención líquida en el tratamiento de Rocha, Bravo y Fair es complicado y poco fiable. Como se ha visto (Cap. I), la retención depende de una "gravedad efectiva" que es función del gradiente de pérdida de presión en el relleno y de un factor característico del tipo de relleno. La obtención de este factor incluye determinar el gradiente de pérdida de presión en el punto de inundación, una variable nada accesible. Al final los autores deben recurrir a un valor de compromiso

para $(\Delta P/\Delta Z)_{in}$ entre 900 y 1200 Pa/m, intervalo que conceden para los rellenos estructurados de láminas. La base empírica se refiere al sistema aire-agua, desde luego muy diferente a los encontrados en destilación. De hecho, la dependencia de la retención con el flujo a la que se llega

$$h_t \propto u_l^{\frac{1}{3}} F_t^{\frac{2}{3}} \propto u_v^{\frac{1}{3}} \left(\frac{(We_l Fr_l)^{0,15}}{Re_l^{0,2}} \right)^{\frac{2}{3}} \propto u_v^{\frac{1}{3}} u_l^{0,267} \propto F^{0,60} \quad [V.76]$$

es muy distinta a lo que se encuentra normalmente en la bibliografía ($h_t \propto F^{0,30-0,33}$). En consecuencia hemos preferido calcular h_t de forma diferente, por la ecuación de Billet y Schultes:

$$h_t = 1,26 v_l^{\frac{1}{3}} u_l^{\frac{1}{3}} \Rightarrow h_t \propto F^{0,30} \quad [V.77]$$

y

$$K_V \propto F^{0,534} \left(\frac{h_t}{1 - h_t} + \frac{\rho_v}{\rho_l} \right)^{0,8} \approx F^{0,534} \left(\frac{h_t}{1 - h_t} \right)^{0,8} \quad [V.78]$$

Tomando la F^* , de referencia, igual a 1 m/s $(Kg/m)^{\frac{1}{2}}$, tendríamos las relaciones siguientes:

- Para rellenos de malla:

$$\frac{AUT_F}{AUT_{F^*}} = F^{0,68} \left(\frac{1 - C_1}{1 - C_1 F^{0,222}} \right) \quad [V.79]$$

- Para rellenos de láminas:

$$\frac{AUT_F}{AUT_{F^*}} = \frac{F}{F^*} \left(\frac{F^*}{F} \right)^{0,40} \left(\frac{F^*}{F} \right)^{0,534} \left(\frac{\frac{h_t^*}{1 - h_t^*}}{\frac{h_t}{1 - h_t}} \right)^{0,8} = F^{0,066} \left(\frac{\frac{h_t^*}{1 - h_t^*}}{\frac{h_t}{1 - h_t}} \right)^{0,8} \quad [V.80]$$

* * *

Esos factores dependen del sistema rectificado en la medida en que pueda variar la retención de uno a otro. A partir de los factores y los datos de AUT para $F=1,0$ se deducen las AUT para $F \neq 1,0$. Las variaciones con F de las eficacias calculadas de esa forma y las experimentales se presentan en las figuras siguientes, tras convertir las AUT_{cal} en $AEPT_{cal}$.

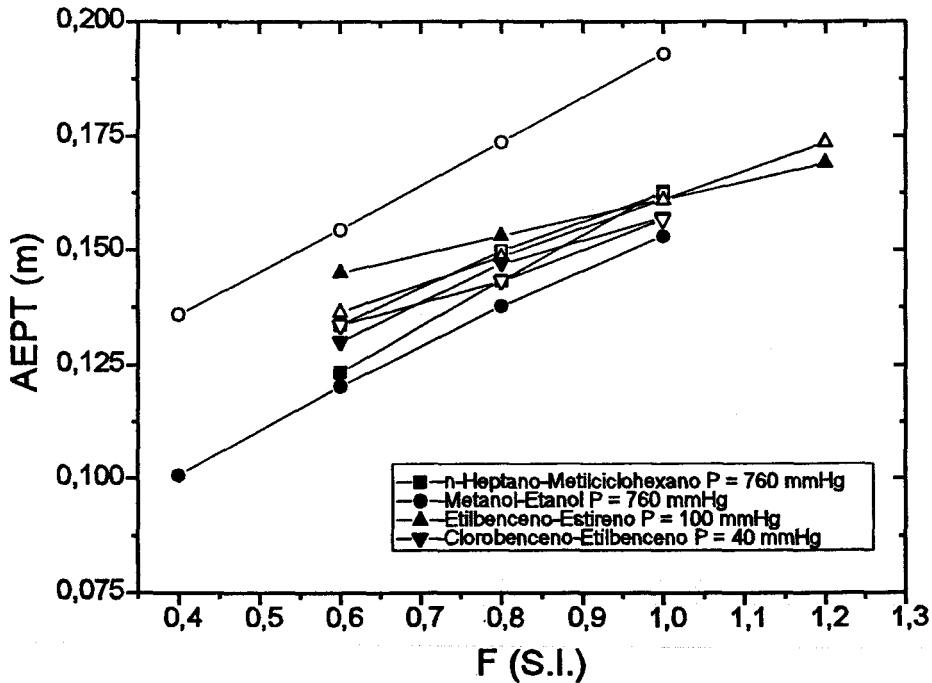


Fig. V.36: Comparación de las variaciones con el flujo de los datos experimentales a escala piloto (símbolos macizos) y los calculados (símbolos huecos) para rellenos de malla.

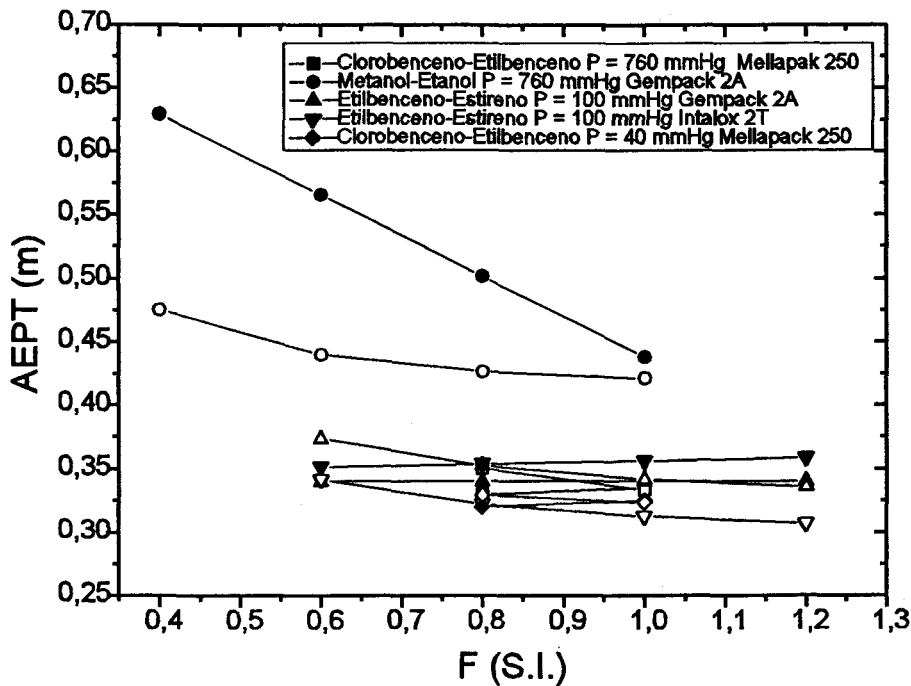


Fig. V.37: Comparación de las variaciones con el flujo de los datos experimentales a escala piloto (símbolos macizos) y los calculados (símbolos huecos) para rellenos de láminas.

V.5.3.- Escalado desde los datos de laboratorio.

El método que se propone para pasar de las eficacias de laboratorio a las de planta piloto es el siguiente:

a) Calcular la AUT de laboratorio para un sistema, composición y presión con los que se quiere estimar al eficacia a escala piloto para F=1,0 mediante la expresión

$$AUT = \left(\frac{\sqrt{a_{eq}}}{0,254} \right) \left(\frac{\rho_v^{\frac{3}{4}}}{M \sqrt{D_v}} \right) Sc_v^{0,17} \left(1 + m \frac{1}{10} \sqrt{\frac{\mu_l}{\mu_v}} \frac{D_v}{D_l} \frac{Sc_v^{\frac{1}{3}}}{Sc_l^{\frac{1}{2}}} \right) \quad [V.81]$$

y posteriormente transformar AUT em AEPT.

b) Calcular los factores de escalado a $F = 1$ mediante la ecuación

$$AEPT_{pil} = AEPT_{lab} \frac{a_{lab}}{a_{pil}} \frac{S_{pil}^{0,20}}{S_{lab}^{0,50}} \left[\frac{\frac{\mu_v^{0,8}}{Sc_v^{\frac{1}{3}} D_v}}{\rho_v^{0,40} \left(\frac{\sqrt{\mu_v}}{0,254 D_v Sc_v^{\frac{1}{3}}} + \frac{m \sqrt{\mu_l}}{2,545 D_l Sc_l^{\frac{1}{3}}} \right)} \right] \left(\frac{1}{(f_e)_{pil}} \frac{1}{0,054} \right) \quad [V.82]$$

teniendo en cuenta que $(f_e)_{pil}$ esta definida de distinto modo según se trate de rellenos de malla o láminas, mediante las ecuaciones V.72 y V.73.

c) Calcular la AEPT al F requerido en el problema aplicando los factores

$$F^{0,68} \left(\frac{1 - C_1}{1 - C_1 F^{0,222}} \right) \quad \text{para rellenos de malla y} \quad F^{0,066} \left(\frac{\frac{h_t^*}{1 - h_t^*}}{\frac{h_t}{1 - h_t}} \right)^{0,8} \quad \text{para láminas}$$

según el caso. El cálculo de h_t se haría pr la ecuación de Billet y Schultes, mientras que C_1 , sería:

$$C_1 = 1,203 \left(\frac{1}{\rho_l S g} \right)^{0,111} \quad [V.83]$$

* * *

La aplicación del método a los sistemas estudiados dan los resultados que pueden verse en las siguientes figuras:

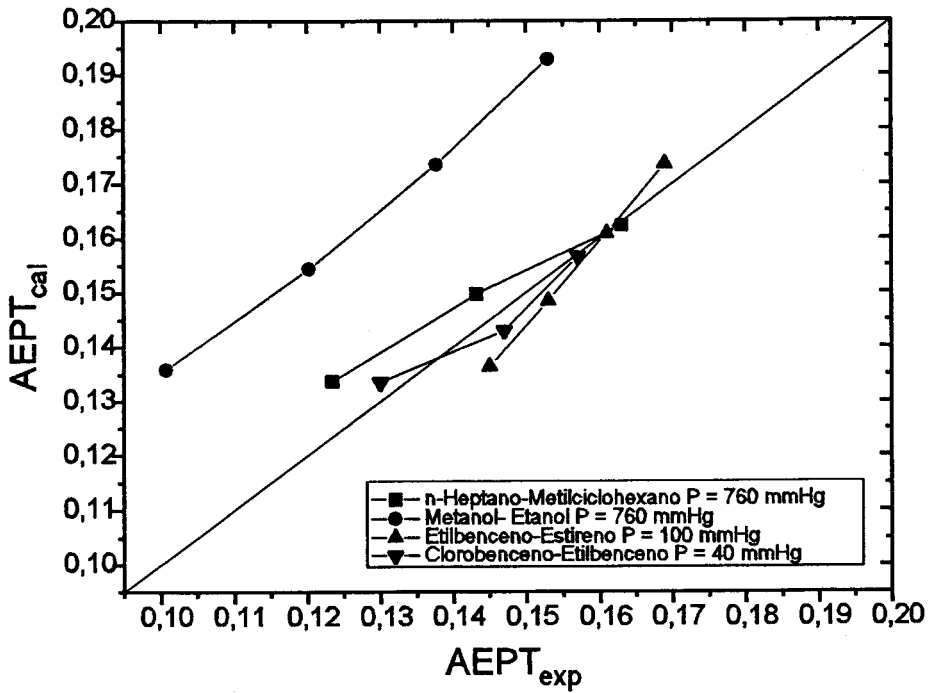


Fig. V.38: Comparación de las AEPT experimentales y calculadas a distintos flujos para rellenos de malla.

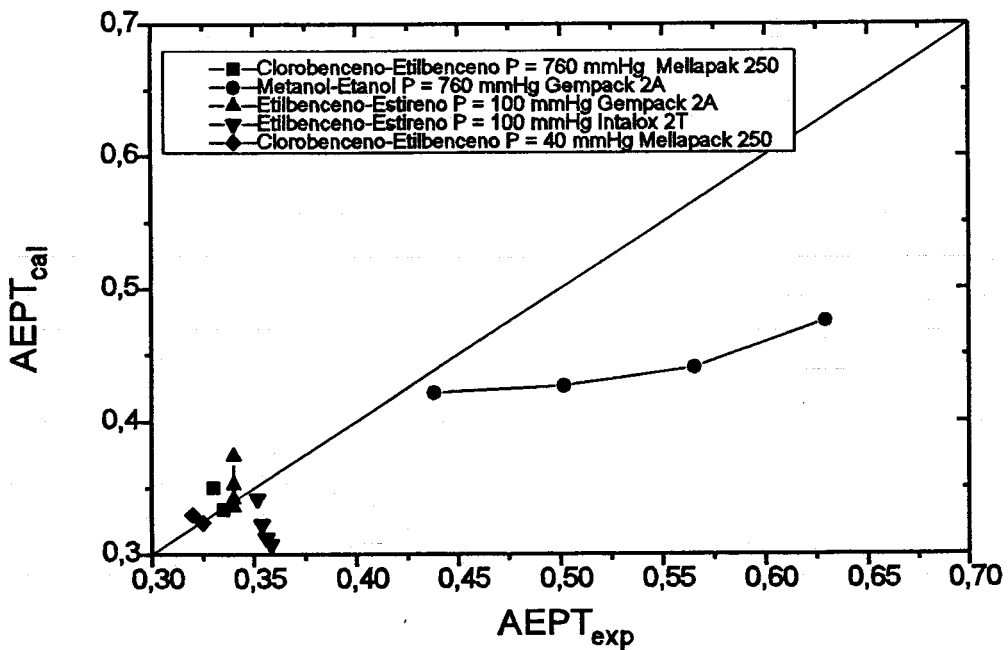


Fig. V.39: Comparación de las AEPT experimentales y calculadas a distintos flujos para rellenos de láminas.

Como puede comprobarse las diferencias entre los valores de AEPT estimados y los experimentales son menores del 15%. Es excepción el sistema Metanol-Etanol, en el que las diferencias pueden ser superiores al 30%, lo que tal vez es una consecuencia de las elevadas AEPT encontrados en escala de laboratorio.

V.6.- LIMITACIONES DE LA SOLUCIÓN Y DESARROLLOS FUTUROS.

El método propuesto se basa en soluciones empíricas para el tratamiento tradicional de la destilación en columnas de relleno. Las limitaciones son bien conocidas: posibilidad de que la línea de operación deje de ser recta, incumplimiento importante del supuesto de flujo en pistón. Sin embargo, los desajustes entre los datos estimados y los experimentales no deben atribuirse a la simplicidad del modelo. De hecho, la ecuación resultante es muy flexible, y permitiría un refinamiento de la solución más que suficiente para una estimación válida de la eficacia de equipos industriales. De modo que no se necesita un modelo más complicado, sino una aplicación más eficaz del existente.

Para un mejor ajuste de los parámetros del modelo hay que contar con nuevos datos a escala piloto, ya que en la bibliografía no se encuentran tantos ni tan variados como requiere una buena solución empírica. Una carencia típica de esta información, y también del presente trabajo, es la dependencia de la eficacia con la relación de reflujo, sistemáticamente ignorada.

Es evidente que las soluciones mejorarán contando con datos más fiables para las propiedades de las mezclas en el punto de ebullición. No se trata sólo de que los valores puedan ser incorrectos, sino que desconocemos con frecuencia la magnitud del error cometido, especialmente cuando de la fase líquida se trata. Ese problema se soslaya parcialmente con el supuesto de que la resistencia líquida es despreciable en rectificación. Pero, aparte de lo cuestionable de esa simplificación, permanece la necesidad de propiedades del líquido para la que es, probablemente, la cuestión clave: la determinación de la interfase efectiva en la columna. Sin duda se habrá avanzado mucho cuando pueda caracterizarse correctamente la distribución del líquido sobre el relleno y su relación con el flujo, la retención del líquido, la geometría del lecho fijo y las propiedades de las fases.

Aún con tantas incertidumbres, se cuenta con buenas posibilidades de estimar la altura de la unidad de transferencia para los rellenos estructurados. La de la columna de laboratorio puede calcularse con la ecuación propuesta. Cabe una mejora de esta correlación en los aspectos siguientes:

- La solución alcanzada se deducirá por el mejor ajuste de la expresión de

eficacia para varias relaciones de los coeficientes de α_v y α_l , arbitrariamente elegidos. Debe considerarse una mayor variación de este parámetro en las proximidades de la opción propuesta.

- La hipótesis de que la interfase efectiva y la nominal del relleno son iguales debe matizarse. En realidad sabemos que esto no es siempre así, ya que si se trabaja con sistemas superficialmente negativos ha de haber reducción de la interfase. De manera que, al menos, debe considerarse un factor de rotura de la interfase en función de los gradientes desfavorables de tensión superficial.

Al tratar los datos de escala piloto se ha distinguido entre rellenos de malla y de láminas, considerando que la diferencia entre ambos tipos no es cuestión simplemente de la distinta superficie específica. Sin embargo se ha mantenido, de acuerdo con el tratamiento al uso, la misma influencia de los Re y Sc en las dos clases. Esto debe contrastarse. También debe reconsiderarse el sistemático desprecio de la resistencia líquida en los grandes equipos de rectificación. De hecho si se aplica la correlación de Rocha, Bravo y Fair para AUT_l , encontramos en muchos casos una participación considerable del líquido en la eficacia global. De considerar esa participación, la diferencia entre la AUT experimental y la calculada por la correlación aumentaría, por lo que los autores no la incluyen. Pero la solución correcta debe ser redefinir ambas resistencias. Otro motivo de distinción entre ambos tipos de relleno es la distinta variación de la interfase con el flujo. En cuanto a la de los rellenos de malla se necesita una expresión más coherente que la disponible hasta ahora, en la que la interfase no disminuya con el aumento del flujo.

Para conseguir relaciones de cambio de escala fiables hay que contar, obviamente, con datos consistentes en las escalas implicadas. Como se ha indicado en la introducción, la información sobre eficacia en planta piloto que aparece en la bibliografía está lejos de sustentar unos criterios claros sobre la influencia del flujo o la presión. Es esencial fijar esos criterios, dado que a escala de laboratorio una solución coherente sí parece accesible.

CAPÍTULO VI :

CONCLUSIONES.

Como consecuencia de la experimentación realizada en equipos de laboratorio con rellenos estructurados de malla para obtener la retención líquida y la eficacia de destilación con diferentes mezclas binarias, y comparando los resultados con la información bibliográfica a escala piloto, se concluye lo siguiente:

- La altura de la unidad de transferencia del relleno utilizado aumenta constantemente con el flujo. La dependencia sigue aproximadamente una función potencial con exponente $\frac{1}{2}$.

- Las medidas de eficacia y retención líquida prueban que la interfase efectiva en la columna de laboratorio es virtualmente constante en todo el intervalo de operación, pudiendo igualarse a la nominal del relleno.

- No existe una diferencia de eficacia apreciable por una disposición más o menos constreñida del relleno en la columna.

- Se propone para la retención total de líquido en un lecho fijo de relleno Sulzer DX la ecuación:

$$h_l (\%) = 6,605 - 972 \mu_l + 8600 \left[\left(\frac{\mu_l \sqrt{\rho_v}}{\rho_l^2} \right)^{\frac{1}{3}} F^{0,3} \right]$$

- Para cuantificar la resistencia global en el equipo de laboratorio no es adecuado el tratamiento propuesto para equipos mayores, ya que el coeficiente de transporte de la fase vapor presenta una variación diferente al de una columna de pared mojada y la resistencia líquida no es despreciable.

- Se propone una ecuación para la altura de la unidad de transferencia en columnas de relleno Sulzer DX donde se rectifican mezclas binaria:

$$AUT = \frac{\left(\frac{V}{s} \right)}{K a_e}$$

donde:

- $a_e = a_n$
- $Sh_v = 0,254 Re_v^{1/2} Sc_v^{1/3}$
- $Sh_l = 2,545 Re_l^{1/2} Sc_l^{1/2}$

aplicable a sistemas acuosos y orgánicos siempre que no exista rotura de la película líquida por gradientes desfavorables de tensión superficial, a presión atmosférica y a vacío.

- El factor de descuento o fracción efectiva de interfase para rellenos estructurados industriales de malla puede obtenerse mediante la ecuación:

$$f_e = 1 - 1,203 \left(\frac{u_l^2}{S g} \right)^{0,111} (0,513 P^{0,093})$$

- Comparando las eficacias a distintas escalas se ha deducido la expresión siguiente para la fracción efectiva de interfase de rellenos de láminas corrugadas:

$$f_e = F_{SE} \frac{29,12 (We_l Fr_l)^{0,15} S^{0,359}}{Re_l^{0,2} e^{0,6} (1 - 0,93 \cos \gamma) (\text{sen } \theta)^{0,3}} (2,141 P^{-0,104})$$

- En el método propuesto para el cambio de escala desde rellenos estructurados de laboratorio se emplea una correlación de eficacia propia, la forma de la correlación de Rocha, Bravo y Fair, y la ecuación de Billet y Schultes para calcular la retención líquida. El escalado es diferente para los rellenos de malla y los de láminas. La introducción de la presión como parámetro permite un tratamiento único para la destilación a presión atmosférica y a vacío.

FOU 17/713



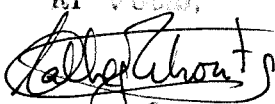
FRANCISCO CARRILLO DE LA FUENTE
EFICACIA DE LA DESTILACION EN COLUMNAS DE
RELLENOS ESTRUCTURADOS EN RELACION CON EL CAMBIO
DE ESCALA

APTO CUM LAUDE

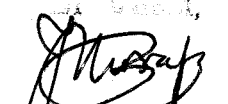
29

Junio

98

El Veedo,

El Doctorado,



El Veedo,

El Doctorado,



El Veedo,

El Doctorado,

