

**Separación de una mezcla binaria etanol-
agua en columna de destilación de platos
UDCC por densimetría**

*Separation of an ethanol-water binary
mixture in a UDCC plate distillation
column by densitometry*

*Séparation par densimétrie de mélange
binaire eau-éthanol dans une colonne de
distillation UDCC*

*Separação de uma mistura binária de
etanol-água em uma coluna de destilação
de pratos UDCC por densitometria*

Aidé Suárez Cerquera*
Camilo Andrés Castillo Acosta**

Fecha de recepción: 17 de septiembre
Fecha de aprobación: 6 de octubre
Pp. 161 - 174

* Magister en Gestión y Auditorías Ambientales, Universidad Internacional Iberoamericana y Miguel de Cervantes. Especialista en Gestión de la Seguridad y Salud en el Trabajo, Universidad EAN. Profesional en Química Industrial, Universidad Tecnológica de Pereira.

** Especialista en Gerencia Proyectos, Universidad EAN.

RESUMEN

Durante esta investigación se logró separar una mezcla binaria Etanol-Agua al 50% en volumen en el equipo <<columna de destilación de platos EDIBON UDCC 0014/07>>. Durante el proceso se realizaron varias tomas de muestra en el calderín y en el depósito de recogida del producto destilado; la columna de destilación se encuentra controlada desde un computador con sistema SCADA y control PID, desde donde se controlaron las variables de vacío, caudal y temperatura de la máquina para así obtener varias concentraciones de la muestra a través de un tiempo determinado; en el proceso fue de vital importancia que el sistema se encontrara presurizado, debido a que al no haber la presión suficiente la destilación pudiera tardar más tiempo de lo esperado. Se pudo realizar una recuperación del etanol hasta en un 76.6% en volumen lo cual indicó que fue un proceso muy satisfactorio ya que esta concentración es la alcanzada por un alcohol etílico comercial de uso farmacéutico.

PALABRAS CLAVE

Etanol, destilación, densidad, fracción molar, columna de platos.

ABSTRACT

It was possible to separate an ethanol-water binary mixture of 50% by volume in the "EDIBON UDCC plate distillation column 0014/07". During the process, several samplings were taken from the boiler and the distillation collecting container; the distillation column was controlled from a computer with SCADA system and PID control, which allowed the control of variables for emptiness, flow, and machine temperature in order to obtain various sample concentrations through a set time. It is vital for the process that the system is pressurized inasmuch as lack or not enough pressure will result in a distillation process that may take longer than expected.

It was also possible to perform an ethanol recovery of up to 76.6% by volume, which indicates that it was a very successful process since this concentration is the one achieved by commercial ethyl alcohol for pharmaceutical use.

KEYWORDS

Ethanol distillation, density, molar fraction, plate column.

RÉSUMÉ

Un mélange binaire eau-éthanol à 50% de volume a réussi à être séparé dans une « colonne de distillation de plateaux EDIBON UDCC 0014/07 ». Des échantillons du produit distillé ont été prélevés lors du processus. La colonne de distillation est contrôlée depuis un ordinateur muni d'un système SCADA et d'un système de contrôle PID permettant de contrôler les variables de débit, de température de la machine et de vide pour obtenir plusieurs concentrations des échantillons en un temps déterminé. Lors de ce processus il est primordial que le système soit pressurisé et la pression suffisante pour que la distillation puisse se réaliser dans les délais impartis.

Une récupération de l'éthanol à hauteur de 76.6 % de volume a pu être réalisée démontrant que le processus est satisfaisant puisque cette concentration est celle atteinte pour un alcool éthylique de type commercial à usage pharmaceutique.

MOTS CLEFS

Ethanol, distillation, densité, fraction molaire, colonne de plateaux Co-traitement

RESUMO

Foi possível separar uma mistura binária de etanol-água de 50% em volume utilizando uma "coluna de destilação de pratos EDIBON UDCC 0014/07". Durante o processo se realizaram várias amostragens no interior da caldeira e do recipiente de recolha do destilado, a coluna de destilação se encontra controlada por computador com sistema SCADA e controle PID, através de este sistema se controlam as variáveis do vácuo, caudal e a temperatura da máquina para assim obter várias concentrações na amostra em um tempo determinado, neste processo é fundamental que o sistema se encontre pressurizado, porque se não existe pressão suficiente o processo de destilação pode levar mais tempo do que o esperado.

Se realizou uma recuperação de etanol de até 76,6% em volume, o que indica que foi um processo muito bem sucedido e que esta concentração é alcançada por um álcool etílico comercial para uso farmacêutico.

PALAVRAS-CHAVE

Destilação do etanol, densidade, fração molar, coluna de pratos.

1. Introducción

La separación de mezclas binarias se realiza a nivel industrial en diferentes procesos. Actualmente la Universidad EAN cuenta con equipo de destilación UDCC, con el cual el estudiante puede desarrollar sus competencias teórico-prácticas de carácter educativo e investigativo en las diferentes unidades de estudio de las carreras profesionales como, son la Ingeniería química y de producción.

A continuación se presenta un marco teórico sobre el proceso de destilación, sus principales métodos usados en los procesos industriales, y además, se hace referencia al equipo utilizado para el desarrollo de este experimento investigativo.

2. Antecedentes

La destilación binaria es una operación unitaria que consiste en la separación de una mezcla líquida mediante la fase de evaporación y condensación sucesivamente; esta separación se basa en una diferencia térmica de los compuestos mezclados, en donde el compuesto con menor punto de ebullición se separa del elemento con el mayor punto mediante la evaporación (Marcilla, 2008).

En la industria química, farmacéutica, alimenticia y petroquímica, el proceso de destilación es uno de los métodos más utilizados para realizar la separación de mezclas binarias -sustancias químicas-, mediante la formación de dos fases -líquido-vapor-. Hay varios tipos de procesos de destilación, dependiendo de lo que se desee destilar de la mezcla original (s.a, 2002).

El principal método de destilación se conoce como destilación continua, el cual como su nombre lo indica, es un proceso continuo y se considera el método tradicional. Hay otros tres tipos de destilación principales usados en la industria de alimentos y bebidas: por vapor, vacío y por tandas. La destilación por tandas es la forma más simple de destilación, donde los líquidos hierven y el vapor resultante se condensa para ser usado posteriormente. La destilación por vapor introduce vapor de agua dentro del proceso; esto permite realizar la destilación a una temperatura más baja que la temperatura a la que hierve el líquido que podría producir una separación de sustancias no deseada. La destilación por vacío es una versión avanzada de la destilación por vapor. En esta, se reduce la presión del ambiente y por consiguiente disminuye aún más el punto de ebullición del líquido (NZIFST, 1983).

La densidad es una medida fisicoquímica que permite calcular la concentración de una solución, por lo tanto las muestras de líquido y vapor condensado se puede medir por densidad, utilizando para ello un densímetro. Esta información es fundamental para la elaboración de una curva de calibración de densidad frente a la concentración expresada de cualquier forma (Resa, Gonzalez, Ruiz, & Lanz, 1998).

Para el proceso de destilación utilizado en esta investigación, se usó una columna de destilación UDCC que está compuesta por un calderín sobre el cual se adapta la columna de platos, un sistema de reflujo, un depósito para la recepción del destilado, una bomba de vacío y una bomba para efectuar la alimentación en continuo.

El vapor que llega a la cabeza de columna es enviado a un condensador total. El caudal de agua de refrigeración que atraviesa el condensador se regula e indica en un sensor

de caudal. La destilación puede llevarse a cabo a presiones reducidas con ayuda de una bomba de vacío regulable. La pérdida de carga en la columna puede medirse con ayuda de un sensor de presión y puede trabajar en continuo o en discontinuo. Para efectuar la alimentación en continuo se dispone de una bomba que puede inyectar el alimento directamente en el calderín o en cualquiera de los platos. Las temperaturas del sistema se miden mediante sensores situados en posiciones estratégicas.

3. Metodología y resultados

La metodología empleada en esta investigación es de tipo experimental y cuantitativa.

Para la separación de la mezcla binaria se utilizó la columna de destilación UDCC controlada desde computador con sistema SCADA y control PID, este equipo permite el estudio de diferentes variables que afectan el proceso de la destilación. Así, el estudiante puede desarrollar los principios que rigen la transferencia de materia y energía, como también determinar el punto óptimo de funcionamiento para la realización de una gran cantidad de separaciones.

La columna de platos se trabajó a reflujo total, en la cual se colocó 1000 ml de la mezcla binaria al 50% en volumen en el calderín. El equipo se operó con vacío para lograr la destilación en una hora. Después de que comenzó a ebullición la mezcla y que el vapor fue condensado, se tomaron seis muestras cada 10 minutos tanto del calderín como del depósito para la recogida del producto destilado, las cuales fueron guardadas en tubos de ensayo con tapa, para luego

medir la densidad con un picnómetro de 5 ml usando una balanza analítica de precisión.

Para obtener los datos de la curva de calibración fracción molar vs. densidad, se prepararon nueve muestras de soluciones de etanol agua, cada una de 10 ml a las cuales se le midió la densidad con picnómetro de 5 ml. La densidad se realizó por densimetría, la cual se obtuvo por diferencia entre el peso del picnómetro más la muestra y el peso del picnómetro vacío, dividido entre el volumen del picnómetro.

A partir de la fracción molar, también se calculó la concentración molar y porcentaje en volumen respectivamente (Tabla 1). Con los datos obtenidos se realizaron las gráficas correspondientes (Figura 1; Figura 2). En cada caso se obtuvo una ecuación las cuales fueron utilizadas para encontrar las respectivas concentraciones de las muestras obtenidas durante el proceso de destilación para la separación de la mezcla binaria etanol-agua.

Los datos obtenidos de densidad se tabularon en Excel para obtener las respectivas concentraciones de las soluciones y luego se realizaron sus figuras correspondientes con el fin de facilitar el análisis de la información.

Para los cálculos se emplearon los pesos moleculares de las sustancias, 46.07 g/mol para el etanol y 18 g/mol para el agua.

Se muestran los datos de densidad obtenidos tanto para el calderín como para el producto destilado (Tabla 2) y a partir de las ecuaciones encontradas, se calculan las concentraciones molares y en volumen con respecto al etanol (Figura 1; Figura 2).

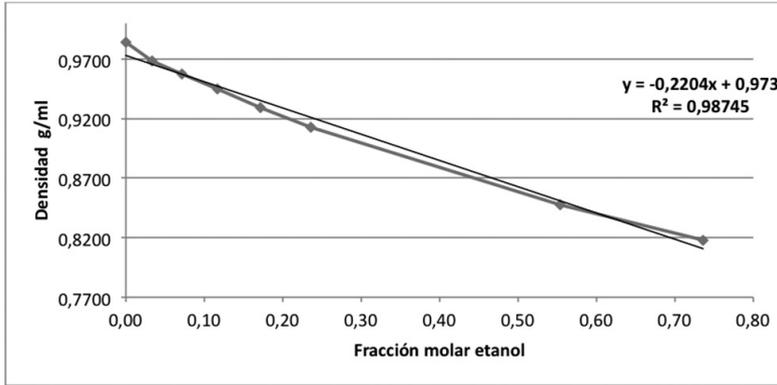
El 50% en volumen de la mezcla binaria inicial a destilar, equivale al 0.24 molar de etanol (Tabla 1), esta concentración durante el proceso de la destilación estará cambiando tanto en el calderín como en el depósito de recolección del producto destilado.

Tabla 1. Datos para curva de calibración fracción molar vs. densidad.

Muestra	Etanol ml	Agua ml	%v Etanol	X Etanol	X agua	Densidad (g/ml)
1	0	10	0	0,00	1,00	0,9839
2	1	9	10	0,03	0,97	0,9682
3	2	8	20	0,07	0,93	0,9572
4	3	7	30	0,12	0,88	0,9447
5	4	6	40	0,17	0,83	0,9295
6	5	5	50	0,24	0,76	0,9123
7	8	2	80	0,55	0,45	0,8474
8	9	1	90	0,74	0,26	0,8180
9	10	0	100	1,00	0,00	0,7793

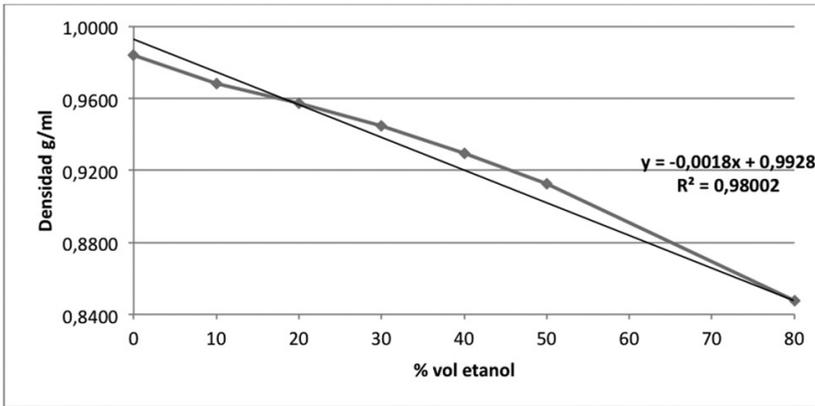
Fuente. Elaboración propia de los autores.

Figura 1. Curva de calibración etanol-agua fracción molar etanol vs. densidad.



Fuente. Elaboración propia de los autores.

Figura 2. Curva de calibración etanol/agua %v etanol vs. densidad.



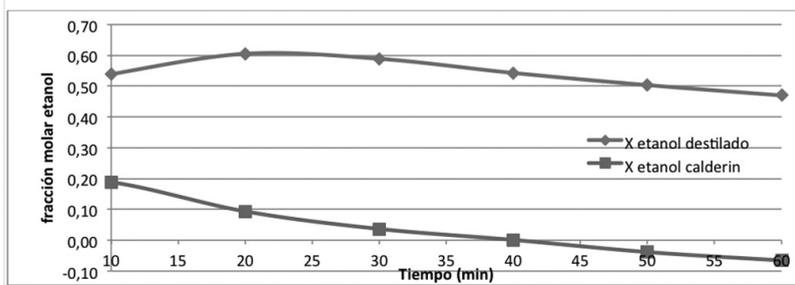
Fuente. Elaboración propia de los autores.

Tabla 2. Datos de las muestras obtenidas cada 10 minutos del destilado y calderín.

Muestra cada 10 min	Densidad destilado	Densidad calderín	X Etanol calderín	X Etanol destilado	% Vol Etanol calderín	% Vol etanol destilado
10	0,8579	0,9292	0,19	0,54	34,17	69,80
20	0,8443	0,9485	0,09	0,61	24,50	76,60
30	0,8477	0,9601	0,04	0,59	18,69	74,92
40	0,8570	0,9674	0,00	0,54	15,06	70,24
50	0,8650	0,9754	-0,04	0,50	11,04	66,23
60	0,8719	0,9810	-0,07	0,47	8,27	62,81

Fuente. Elaboración propia de los autores.

Figura 3. Variación de la concentración de etanol con respecto al tiempo.



Fuente. Elaboración propia de los autores.

4. Análisis de resultados

Para la curva de calibración etanol-agua fracción molar etanol vs. densidad (Figura 1), se obtuvo la siguiente ecuación $Y = -0.2204X + 0.973$ con un coeficiente de correlación de 0.9874; y para la curva de calibración etanol/agua %v etanol vs densidad (Figura 2), se logró la ecuación $Y = -0.0018X + 0.9928$ con un coeficiente de correlación de 0.9800. Los dos coeficientes de correlación son positivos y muestran que existe relación entre la densidad y la concentración expresada en fracción molar y porcentaje en volumen.

Después de transcurridos 10 minutos de destilación (Figura 3) se observó que la concentración en el calderín para el etanol disminuyó a 0.19 molar y a medida que progresa la misma, a los 40 minutos la concentración del etanol se agotó en el calderín.

Con respecto a la curva obtenida para el producto destilado (Figura 3), se observa que la concentración de etanol al pasar 10 minutos de destilación, aumentó a 0.54 molar; este incremento representa un 125% más que la concentración inicial. Entre los 20 y 30 minutos se obtiene la mayor concentración de etanol en el destilado (76.6 %v = 0.61 molar) y después de pasados los 30 minutos hasta los 60 minutos, la concentración disminuyó hasta 0.47 molar en etanol.

A medida que avanzó la destilación, la concentración de la mezcla en el calderín disminuyó, esto significa que se hace más pobre en el componente más volátil como es el caso el etanol. Para el caso del destilado obtenido, ocurrió lo contrario, es decir, se hizo más rico en el componente más volátil (etanol).

Al terminar la destilación se obtuvo un producto más concentrado en alcohol, esto representó un 95.8% en comparación con la concentración inicial, por lo tanto el sistema de destilación continua por platos, hace que sea más eficiente dicho proceso logrando una mejor rectificación del mismo.

5. Conclusiones

La columna de destilación UDCC, funciona correctamente después de haber sido instalada y verificada con una mezcla binaria de etanol/agua al 50% en volumen. Produce un destilado del 76.6%, lo que significa que se enriquece un 154% más que la concentración inicial en etanol a los 20 minutos y transcurridos los 60 minutos con el 95.8% la concentración comienza a disminuir.

La columna de platos UDCC, es un equipo eficiente para el proceso de destilación ya que tiene 10 platos en donde se dan las dos fases de equilibrio líquido/vapor, permitiendo la concentración del producto destilado. La máxima concentración de etanol en el destilado fue de (76.6 %v = 0.61 molar) a los 20 minutos de destilación. Por lo tanto, la destilación resulta ser eficiente a los 20 minutos y si se quiere agotar todo el alcohol del calderín se puede destilar hasta los 40 minutos.

El equipo controla las variables de temperatura y presión en el sistema, esto garantiza que el proceso de destilación se realice en condiciones estables y en el menor tiempo posible.

La densimetría permitió conocer las concentraciones de las muestras obtenidas durante la destilación de la mezcla binaria; además, las rectas de calibración que se obtuvieron con su respectiva ecuación, serán de gran utilidad para futuras destilaciones que se realicen de carácter académico en el equipo UDCC de la Universidad EAN.

6. Recomendaciones

- Realizar el proceso de destilación con diferentes porcentajes de reflujo para determinar la variación de la concentración en función de la misma y mejorar el proceso de rectificación, debido a que en esta prueba solo se trabajó al 100% de reflujo total en la cual todo el vapor paso directamente al condensador, mientras que al sugerir otros porcentajes, pasaría una parte del vapor y el resto se devuelve a los platos permaneciendo más tiempo y así concentrando mejor el destilado.
- Realizar las mediciones para la concentración de un refractómetro para comparar con los valores obtenidos por densimetría. En el refractómetro se utiliza menos cantidad de muestra y el resultado es inmediato, mientras que por densidad se requiere de mayor cantidad de muestra y por lo tanto existe mayor probabilidad de error.
- Con el fin de mejorar la linealidad de las curva de calibración de densidad vs. fracción molar y porcentaje en volumen con respecto al alcohol, se sugiere estandarizarlas usando equipos de mayor precisión. Además, esto resulta muy importante si el equipo se utiliza para trabajos de investigación de alto nivel.

7. Referencias bibliográficas

- Nzifst. (1983). *Unit Operations in Food Processing. CONTACT-EQUILIBRIUM PROCESSES - APPLICATIONS* (cont'd). Recuperado de: <http://www.nzifst.org.nz/unitoperations/conteqseparation12.htm#steam>
- Marcilla, A. (2008). *Rectificación discontinua en columna de relleno*. Recuperado de: <http://w3.ua.es/ite/proyectos/proyectoRDCR/introduccion/index.html>
- Resa, J. M., Gonzalez, C., Ruiz, A., & Lanz, J. (1998). *Equilibrio líquido-vapor a 101.3 Ka de los sistemas binarios eter isopropílico+butanol y eter isopropílico + butil vinil eter. Información tecnológica, 394.*
- s.a. (2002) *Distillation*. Recuperado de: <http://www.distillationgroup.com/distill.htm>