



CONTRIBUCION AL ESTUDIO DE LA OPERACION

DE DESTILACION DISCONTINUA MEDIANTE

SIMULACION

T 01150
1400354341

BIBLIOTECA DEPARTAMENT D'ENGINYERIA QUÍMICA
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

Memoria de Tesis Doctoral

presentada por

Anna Bonsfills Pedrós

para optar al grado de Doctora en Ciencias (Químicas)

Barcelona, Septiembre de 2001

Director de la Tesis: Dr. Lluís Puigjaner Corbella

Departament d'Enginyeria Química

Escola Tècnica Superior d'Enginyers Industrials de Barcelona

Universitat Politècnica de Catalunya

• POTENCIA DE CALEFACCION 2

• VALIDACION N° 8

En esta validación se comparan los perfiles de concentración en el destilado para las siguientes condiciones iniciales:

Fracción molar inicial de metanol (1): 0.2
 Fracción molar inicial de agua (2): 0.8
 Razón de reflujo: 1

Las experiencias y simulaciones comparadas en esta validación son:

Experiencias

- Experiencia a potencia de calefacción 2, $Re=1$. (apartado 5.2.6.1.2.)

Simulaciones propias

- Simulación a $Re=1$, α constante.
- Simulación a $Re=1$, α variable.

Simulaciones con Batchsim

- Simulación a $Re=1$.

En la figura 5.4.1.8. se comparan los distintos perfiles.

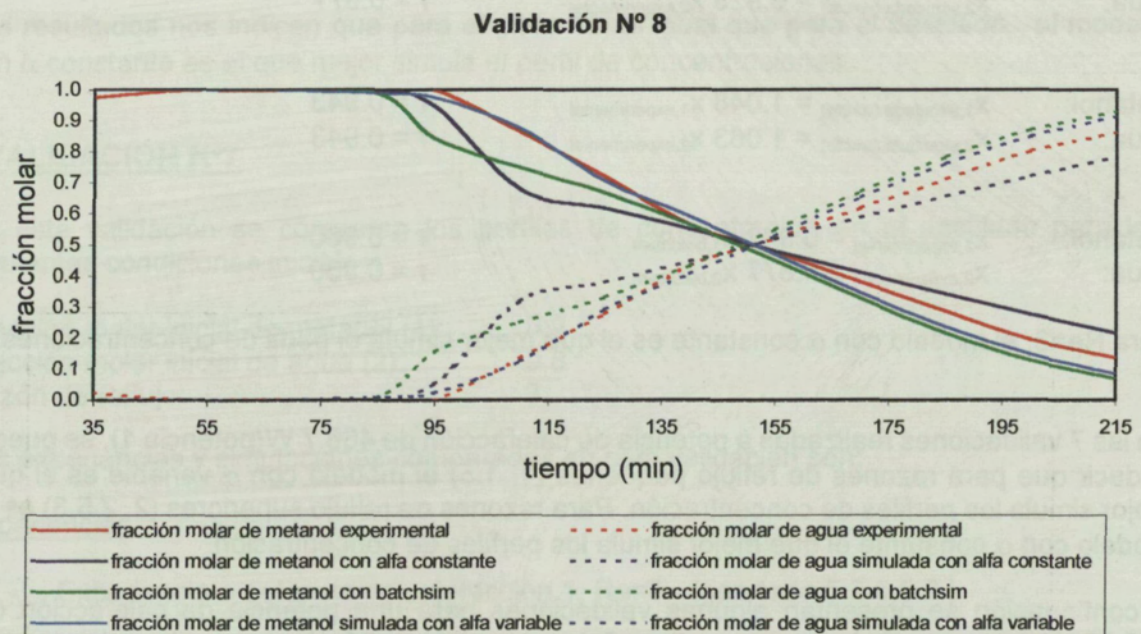


Figura 5.4.1.8. Perfil de concentraciones en el **destilado**. Potencia de calefacción 2, $Re = 1$.

metanol: $X_{1,simulada (\alpha=cte)} = 0.971 X_{1,experimental}$ $r = 0.979$
 agua: $X_{2,simulada (\alpha=cte)} = 0.882 X_{2,experimental}$ $r = 0.979$

metanol: $X_{1,simulada (\alpha \neq cte)} = 0.995 X_{1,experimental}$ $r = 0.998$
 agua: $X_{2,simulada (\alpha \neq cte)} = 1.047 X_{2,experimental}$ $r = 0.998$

metanol:	$X_{1,\text{experimental}} = 1.046 X_{1,\text{batchsim}}$	$r = 0.989$
agua:	$X_{2,\text{experimental}} = 0.910 X_{2,\text{batchsim}}$	$r = 0.989$

Con una potencia de calefacción de 933.33 W (potencia 2), el modelo de α variable es el que mejor simula el perfil de concentraciones en el destilado para una $Re=1$, ya que presenta la mejor correlación ($r= 0.998$), al ser comparado con los resultados experimentales. Estos resultados coinciden con los obtenidos a potencia 1 y $Re=1$.

• VALIDACION N° 9

En esta validación se comparan los perfiles de concentración en el destilado, para una $Re=1.5$, ligeramente superior a la anterior. Las condiciones iniciales son:

Fracción molar inicial de metanol (1):	0.2
Fracción molar inicial de agua (2):	0.8
Razón de reflujo:	1.5

Las experiencias y simulaciones comparadas en esta validación son:

Experiencias

- Experiencia a potencia de calefacción 2, $Re=1.5$. (apartado 5.2.6.2.2.)

Simulaciones propias

- Simulación N° 3a, $Re= 1.5$, α constante. (apartado 5.1.5.)
- Simulación N° 7, $Re= 1.5$, α variable. (apartado 5.1.6.)

Simulaciones con Batchsim

- Simulación N° 11a y N°11b, $Re=1.5$.(apartado 5.3.1.)

En la figura 5.4.1.9. se comparan los distintos perfiles.

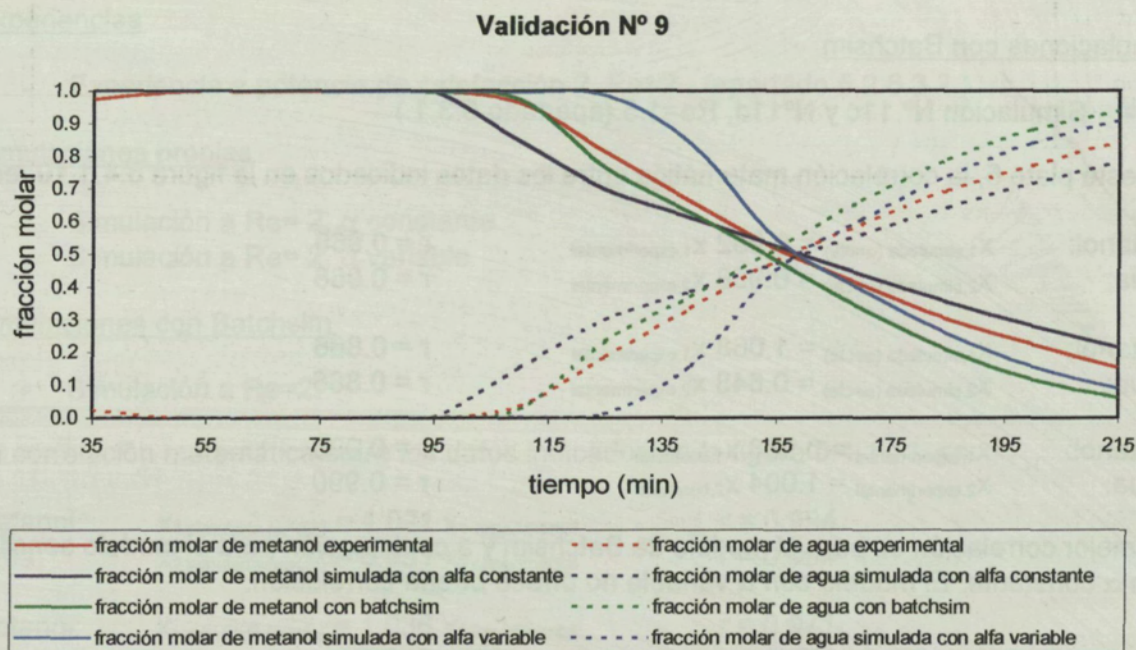


Figura 5.4.1.9. Perfil de concentraciones en el destilado. Potencia de calefacción 2, $Re = 1.5$.

El modelo matemático más completo que utiliza Batchsim ofrece la mejor correlación ($r=0.999$). El modelo matemático más sencillo presentado en este trabajo también ofrece una correlación buena. Para el destilado y a $Re=1.5$, el modelo sencillo con α constante presenta mejor correlación que el de α variable.

metanol:	$X_{1,simulada (\alpha=cte)} = 0.979 X_{1,experimental}$	$r = 0.987$
agua:	$X_{2,simulada (\alpha=cte)} = 0.956 X_{2,experimental}$	$r = 0.987$
metanol:	$X_{1,simulada (\alpha \neq cte)} = 1.038 X_{1,experimental}$	$r = 0.981$
agua:	$X_{2,simulada (\alpha \neq cte)} = 1.015 X_{2,experimental}$	$r = 0.981$
metanol:	$X_{1,experimental} = 1.014 X_{1,batchsim}$	$r = 0.999$
agua:	$X_{2,experimental} = 0.891 X_{2,batchsim}$	$r = 0.999$

• VALIDACION N° 10

En esta validación se comparan los perfiles de concentración en el plato 5 de la columna, para la misma $Re=1.5$ de la validación anterior. Las condiciones iniciales son:

Fración molar inicial de metanol (1):	0.2
Fración molar inicial de agua (2):	0.8
Razón de reflujo:	1.5

Las experiencias y simulaciones comparadas en esta validación son:

Experiencias

- Experiencia a potencia de calefacción 2, $Re=1.5$. (apartado 5.2.6.2.2.)

Simulaciones propias

- Simulación N° 3c, $Re= 1.5$, α constante. (apartado 5.1.5.)
- Simulación a $Re= 1.5$, α variable. (apartado 5.1.6.)

Simulaciones con Batchsim

- Simulación N° 11c y N°11d, $Re=1.5$.(apartado 5.3.1.)

En este plato 5, la correlación matemática entre los datos indicados en la figura 5.4.1.10. es:

metanol:	$X_{1,simulada (\alpha=cte)} = 0.952 X_{1,experimental}$	$r = 0.966$
agua:	$X_{2,simulada (\alpha=cte)} = 0.986 X_{2,experimental}$	$r = 0.966$
metanol:	$X_{1,simulada (\alpha \neq cte)} = 1.068 X_{1,experimental}$	$r = 0.866$
agua:	$X_{2,simulada (\alpha \neq cte)} = 0.848 X_{2,experimental}$	$r = 0.866$
metanol:	$X_{1,experimental} = 0.968 X_{1,batchsim}$	$r = 0.990$
agua:	$X_{2,experimental} = 1.004 X_{2,batchsim}$	$r = 0.990$

La mejor correlación es para el modelo de Batchsim y a continuación para el modelo sencillo con α constante. El modelo con α variable no ofrece buena correlación.

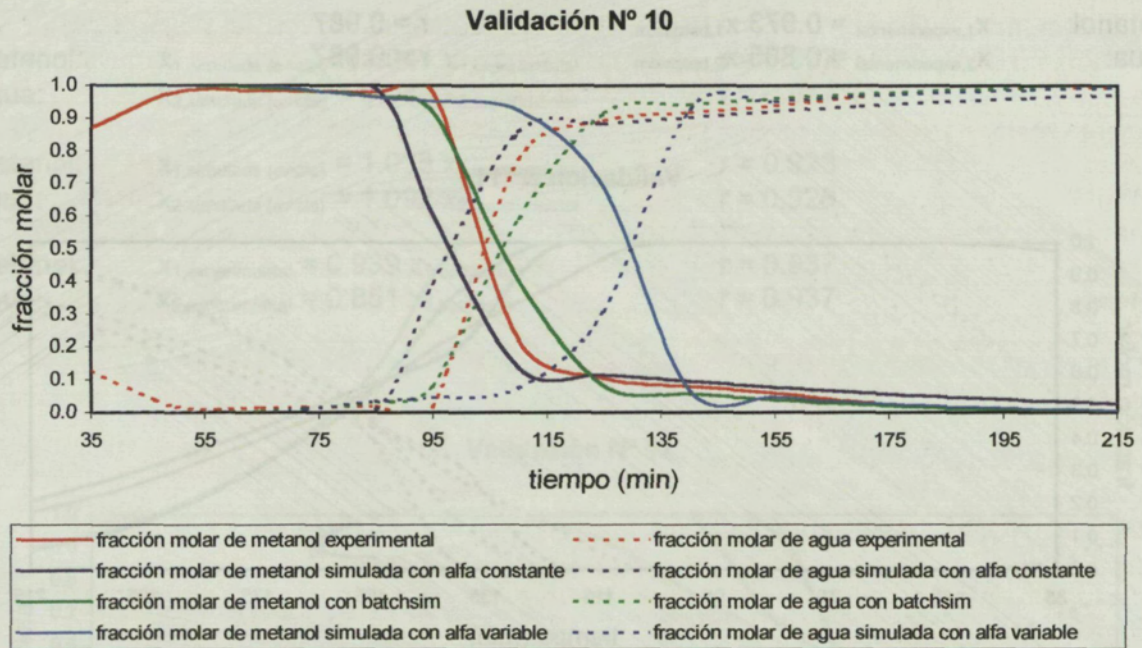


Figura 5.4.1.10. Perfil de concentraciones en el plato 5. Potencia de calefacción 2, $Re = 1.5$.

• VALIDACION N° 11

Vamos ahora a validar los perfiles de concentración en el destilado para $Re=2$. Las condiciones iniciales son:

Fracción molar inicial de metanol (1): 0.2
 Fracción molar inicial de agua (2): 0.8
 Razón de reflujo: 2

Las experiencias y simulaciones comparadas en esta validación son:

Experiencias

- Experiencia a potencia de calefacción 2, $Re=2$. (apartado 5.2.6.3.2.)

Simulaciones propias

- Simulación a $Re=2$, α constante.
- Simulación a $Re=2$, α variable.

Simulaciones con Batchsim

- Simulación a $Re=2$.

La correlación matemática entre los datos indicados en la figura 5.4.1.11. es:

metanol:	$X_{1,simulada (\alpha=cte)} = 1.021 X_{1,experimental}$	$r = 0.994$
agua:	$X_{2,simulada (\alpha=cte)} = 0.951 X_{2,experimental}$	$r = 0.994$
metanol:	$X_{1,simulada (\alpha \neq cte)} = 1.036 X_{1,experimental}$	$r = 0.971$
agua:	$X_{2,simulada (\alpha \neq cte)} = 1.067 X_{2,experimental}$	$r = 0.971$

metanol: $X_{1,\text{experimental}} = 0.973$ $X_{1,\text{batchsim}}$ $r = 0.987$
 agua: $X_{2,\text{experimental}} = 0.885$ $X_{2,\text{batchsim}}$ $r = 0.987$

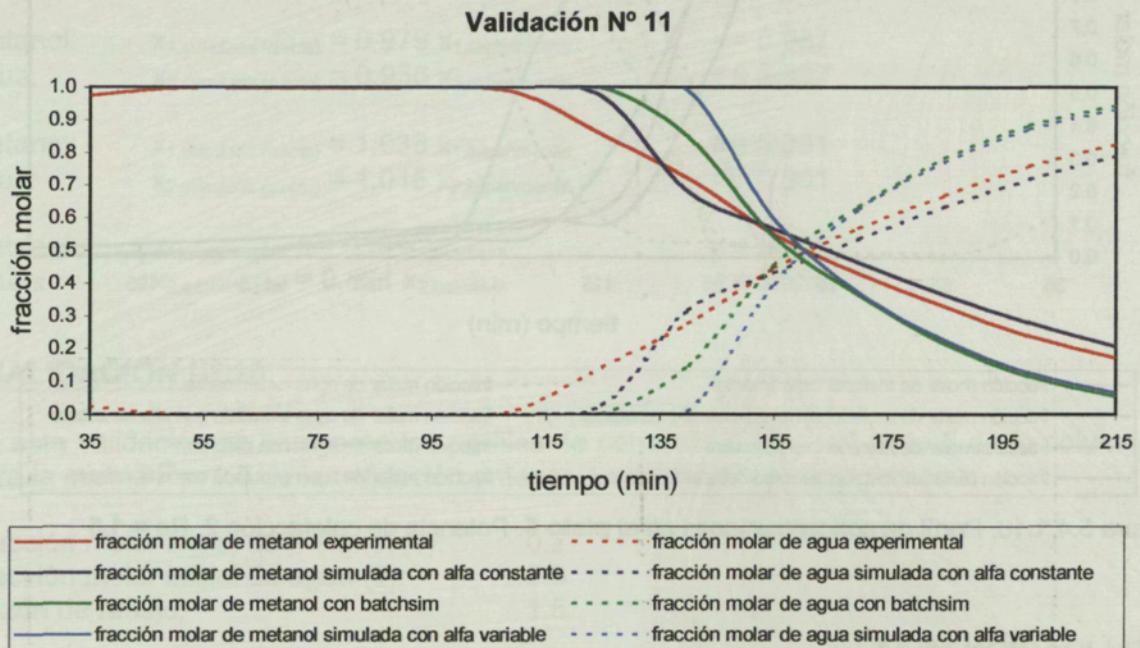


Figura 5.4.1.11. Perfil de concentraciones en el **destilado**. Potencia de calefacción 2, **Re = 2**.

El modelo con α constante es el que mejor simula el perfil de concentraciones en el destilado para $Re=2$.

• VALIDACION N° 12

Vamos ahora a validar los perfiles de concentración en el destilado para $Re=2.5$. Las condiciones iniciales son:

Fracción molar inicial de metanol (1): 0.2
 Fracción molar inicial de agua (2): 0.8
 Razón de reflujo: 2.5

Las experiencias y simulaciones comparadas en esta validación son:

Experiencias

- Experiencia a potencia de calefacción 2, $Re=2.5$. (apartado 5.2.6.4.2.)

Simulaciones propias

- Simulación a $Re= 2.5$, α constante.
- Simulación a $Re= 2.5$, α variable.

Simulaciones con Batchsim

- Simulación a $Re=2.5$.

La correlación matemática entre los datos indicados en la figura 5.4.1.12. es:

metanol:	$X_{1,\text{simulada}} (\alpha=\text{cte}) = 1.041 X_{1,\text{experimental}}$	$r = 0.977$
agua:	$X_{2,\text{simulada}} (\alpha=\text{cte}) = 0.943 X_{2,\text{experimental}}$	$r = 0.977$
metanol:	$X_{1,\text{simulada}} (\alpha \neq \text{cte}) = 1.038 X_{1,\text{experimental}}$	$r = 0.928$
agua:	$X_{2,\text{simulada}} (\alpha \neq \text{cte}) = 1.092 X_{2,\text{experimental}}$	$r = 0.928$
metanol:	$X_{1,\text{experimental}} = 0.939 X_{1,\text{batchsim}}$	$r = 0.937$
agua:	$X_{2,\text{experimental}} = 0.851 X_{2,\text{batchsim}}$	$r = 0.937$

Validación N° 12

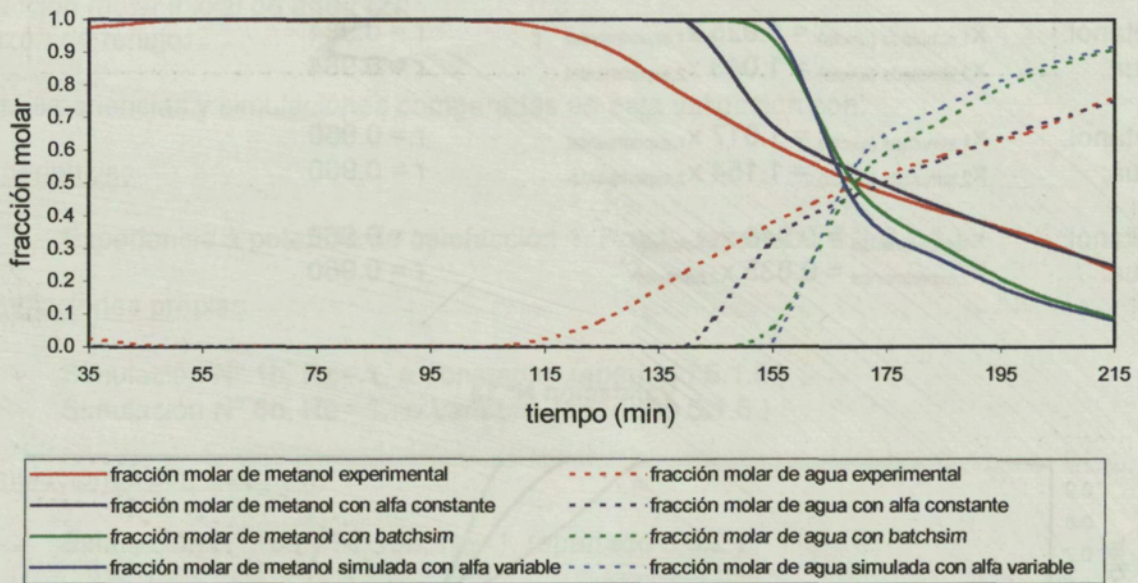


Figura 5.4.1.12. Perfil de concentraciones en el **destilado**. Potencia de calefacción 2, $Re = 2.5$.

También para $Re=2.5$, el perfil de concentraciones en el destilado queda bien simulado con el modelo de α constante.

Para finalizar las validaciones a potencia de calefacción 2, en la siguiente validación se presenta el comportamiento de los perfiles de concentración en el destilado a $Re = 3$.

• VALIDACION N° 13

Las condiciones iniciales son:

Fracción molar inicial de metanol (1):	0.2
Fracción molar inicial de agua (2):	0.8
Razón de reflujo:	3

Las experiencias y simulaciones comparadas en esta validación son:

Experiencias

- Experiencia a potencia de calefacción 2, $Re=3$. (apartado 5.2.6.5.2.)

Simulaciones propias

- Simulación N° 4a, $Re= 3$, α constante. (apartado 5.1.5.)
- Simulación N°8, $Re= 3$, α variable. (apartado 5.1.6.)

Simulaciones con Batchsim

- Simulación N° 12a y N°12b, $Re=3$. (apartado 5.3.1.)

La correlación matemática entre los datos indicados en la figura 5.4.1.13. es:

metanol:	$X_{1,simulada (\alpha=cte)} = 1.025 X_{1,experimental}$	$r = 0.984$
agua:	$X_{2,simulada (\alpha=cte)} = 1.043 X_{2,experimental}$	$r = 0.984$
metanol:	$X_{1,simulada (\alpha \neq cte)} = 1.017 X_{1,experimental}$	$r = 0.960$
agua:	$X_{2,simulada (\alpha \neq cte)} = 1.154 X_{2,experimental}$	$r = 0.960$
metanol:	$X_{1,experimental} = 0.946 X_{1,batchsim}$	$r = 0.960$
agua:	$X_{2,experimental} = 0.835 X_{2,batchsim}$	$r = 0.960$

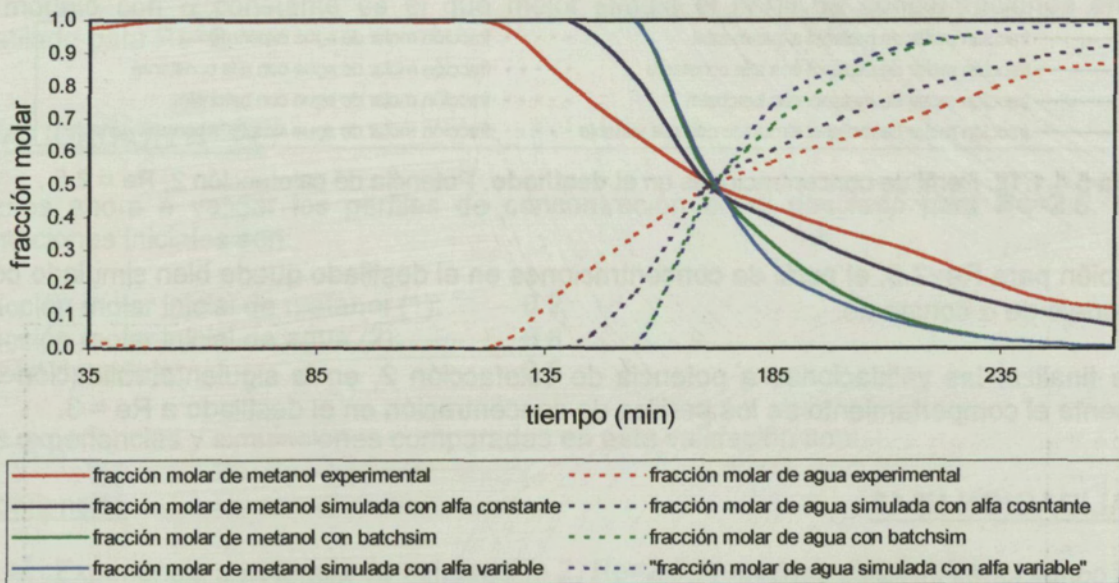
Validación N° 13

Figura 5.4.1.13. Perfil de concentraciones en el **destilado**. Potencia de calefacción 2, $Re = 3$.

La correlación mejor corresponde al modelo con α constante.

Así, a potencia de calefacción 2, el modelo matemático sencillo con α variable simula bien los perfiles de concentración a razones de reflujo pequeñas. A razones de reflujo superiores, el mejor modelo es el de α constante. Los resultados obtenidos a potencia de calefacción 1 son prácticamente los mismos.

5.4.2. PERFILES DE TEMPERATURA

Al validar los perfiles de temperatura se ha podido comprobar que seguían la misma pauta que los perfiles de concentración. De las distintas validaciones realizadas, se presentan dos de ellas a potencia de calefacción 1 y dos más a potencia de calefacción 2.

• POTENCIA DE CALEFACCION 1

• VALIDACION N° 14

En esta validación se comparan los perfiles de temperatura en el destilado para una $Re=1$. Las condiciones iniciales son:

Fracción molar inicial de metanol (1): 0.2
 Fracción molar inicial de agua (2): 0.8
 Razón de reflujo: 1

Las experiencias y simulaciones comparadas en esta validación son:

Experiencias

- Experiencia a potencia de calefacción 1, $Re=1$. (apartado 5.2.5.1.1.)

Simulaciones propias

- Simulación N° 1b, $Re=1$, α constante. (apartado 5.1.5.)
- Simulación N° 5b, $Re=1$, α variable. (apartado 5.1.6.)

Simulaciones con Batchsim

- Simulación N° 13a y N° 13b, $Re=1$. (apartado 5.3.2.)

Los perfiles comparados se indican en la figura 5.4.2.1.

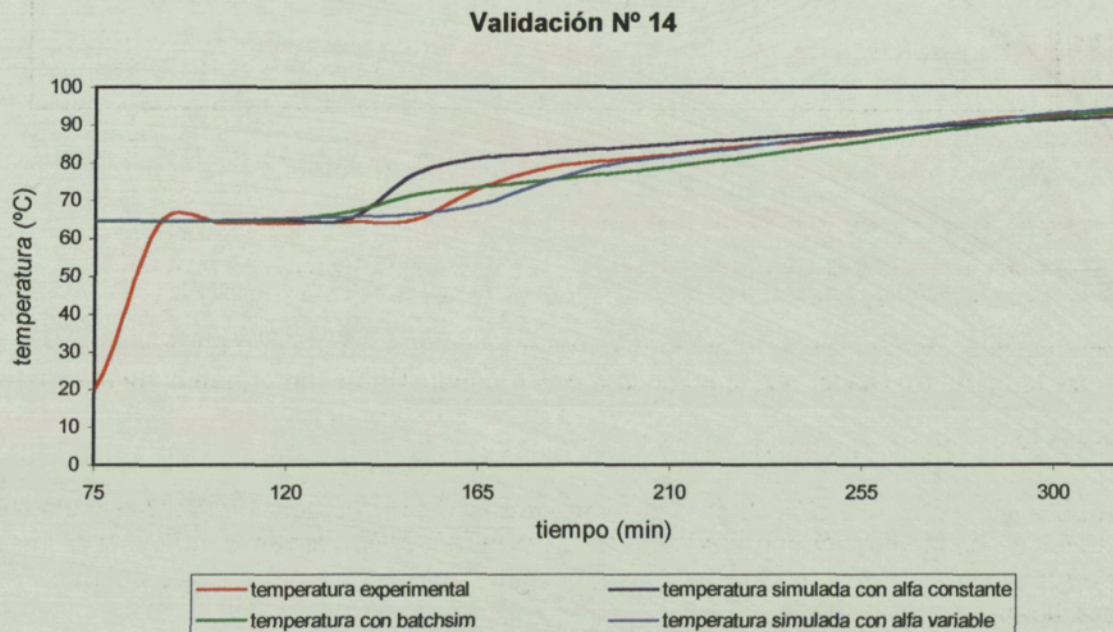


Figura 5.4.2.1. Perfil de temperaturas en el **destilado**. Potencia de calefacción 1, $Re = 1$.

La correlación matemática entre los datos es:

$$\begin{aligned} t_{\text{simulada}} (\alpha=\text{cte}) &= 1.024 t_{\text{experimental}} & r &= 0.951 \\ t_{\text{simulada}} (\alpha\neq\text{cte}) &= 0.998 t_{\text{experimental}} & r &= 0.988 \\ t_{\text{experimental}} &= 1.009 t_{\text{batchsim}} & r &= 0.977 \end{aligned}$$

La mejor correlación corresponde al modelo simulado con α variable.

En la siguiente validación se comparan los perfiles en el destilado para una $Re= 2.5$

• VALIDACION N° 15

Las condiciones iniciales son:

Fracción molar inicial de metanol (1):	0.2
Fracción molar inicial de agua (2):	0.8
Razón de reflujo:	2.5

Las experiencias y simulaciones comparadas en esta validación son:

Experiencias

- Experiencia a potencia de calefacción 1, $Re=2.5$. (apartado 5.2.5.4.1.)

Simulaciones propias

- Simulación N° 2b, $Re= 2.5$, α constante. (apartado 5.1.5.)
- Simulación N° 6b, $Re= 2.5$, α variable. (apartado 5.1.6.)

Simulaciones con Batchsim

- Simulación N° 14a y N° 14b, $Re=2.5$. (apartado 5.3.2.)

La correlación matemática de los datos indicados en la figura 5.4.2.2. es:

$$\begin{aligned} t_{\text{simulada}} (\alpha=\text{cte}) &= 0.997 t_{\text{experimental}} & r &= 0.972 \\ t_{\text{simulada}} (\alpha\neq\text{cte}) &= 0.981 t_{\text{experimental}} & r &= 0.894 \\ t_{\text{experimental}} &= 1.018 t_{\text{batchsim}} & r &= 0.925 \end{aligned}$$

La mejor correlación corresponde al modelo matemático que simula con α constante. Así, al aumentar la razón de reflujo a 2.5, el modelo con α constante es mejor que el de α variable.

Validación N° 15

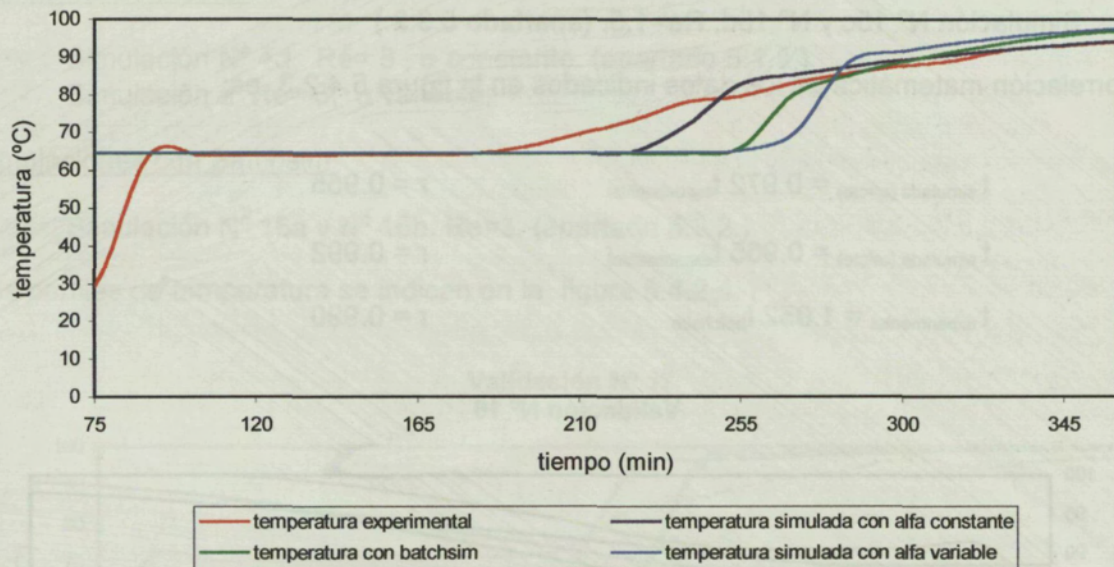


Figura 5.4.2.2. Perfil de temperaturas en el destilado. Potencia de calefacción 1, $Re = 2.5$.

Los resultados obtenidos a potencia de calefacción 1 (466.7 W) indican que a razones de reflujo pequeñas el modelo matemático con α variable es el que mejor simula los perfiles de temperatura. Este modelo también hemos visto que simulaba bien los perfiles de concentración a razones de reflujo pequeñas. A razones de reflujo superiores el mejor modelo es de α constante, tanto para simular los perfiles de temperatura como los perfiles de concentración.

• POTENCIA CALEFACCION 2

Para validar los perfiles de temperatura a potencia de calefacción 2, se han escogido los perfiles en el calderín a una razón de reflujo pequeña de 1.5 (validación 16) y los perfiles de temperatura en el plato 5 a una razón de reflujo superior de 3 (validación 17).

• VALIDACION N° 16

Las condiciones iniciales son:

Fracción molar inicial de metanol (1):	0.2
Fracción molar inicial de agua (2):	0.8
Razón de reflujo:	1.5

Las experiencias y simulaciones comparadas en esta validación son:

Experiencias

- Experiencia a potencia de calefacción 2, $Re=1.5$. (apartado 5.2.6.2.1.)

Simulaciones propias

- Simulación a $Re= 1.5$, α constante.
- Simulación a $Re= 1.5$, α variable.

Simulaciones con Batchsim

- Simulación N° 15c y N° 15d, $Re=1.5$. (apartado 5.3.2.)

La correlación matemática de los datos indicados en la figura 5.4.2.3. es:

$$t_{\text{simulada}} (\alpha=\text{cte}) = 0.972 t_{\text{experimental}} \quad r = 0.955$$

$$t_{\text{simulada}} (\alpha \neq \text{cte}) = 0.965 t_{\text{experimental}} \quad r = 0.992$$

$$t_{\text{experimental}} = 1.052 t_{\text{batchsim}} \quad r = 0.990$$

Validación N° 16

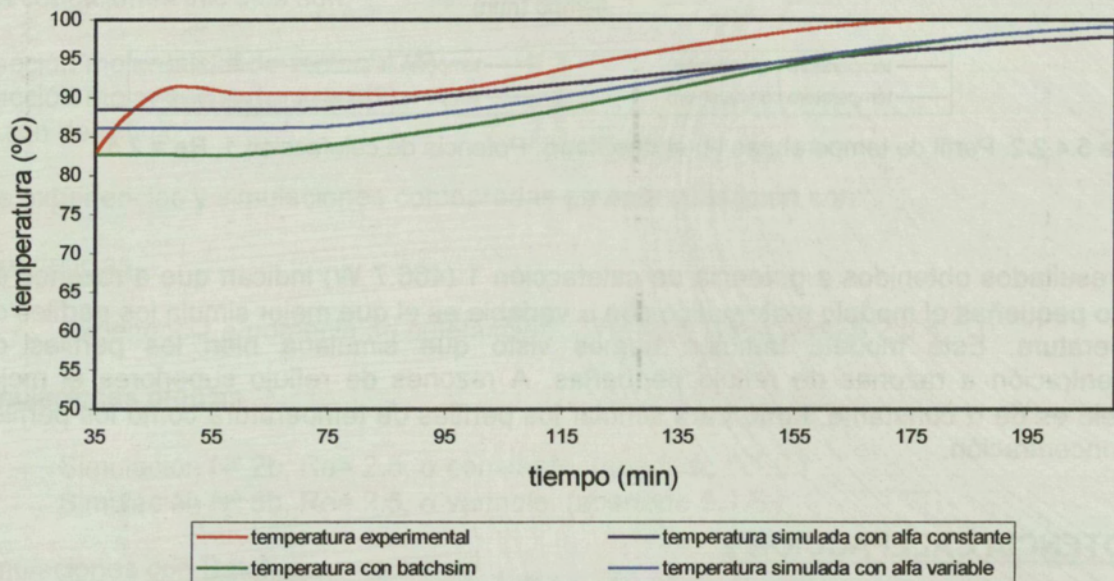


Figura 5.4.2.3. Perfil de temperaturas en el calderín. Potencia de calefacción 2, $Re = 1.5$.

El modelo con α variable presenta una mejor correlación lineal que el modelo con α constante, aunque la pendiente de la recta que relaciona la temperatura simulada y la experimental es ligeramente mejor para el modelo de α constante. Las pequeñas diferencias permiten coger el modelo de α variable como un buen modelo.

• VALIDACION N° 17

Las condiciones iniciales para validar el perfil de temperaturas en el plato 5 son:

Fracción molar inicial de metanol (1): 0.2
 Fracción molar inicial de agua (2): 0.8
 Razón de reflujo: 3

Las experiencias y simulaciones comparadas en esta validación son:

Experiencias

- Experiencia a potencia de calefacción 2, $Re=3$. (apartado 5.2.6.5.1.)

Simulaciones propias

- Simulación N° 4d, $Re = 3$, α constante. (apartado 5.1.5.)
- Simulación a $Re = 3$, α variable.

Simulaciones con Batchsim

- Simulación N° 16a y N° 16b, $Re = 3$. (apartado 5.3.2.)

Los perfiles de temperatura se indican en la figura 5.4.2.4. :

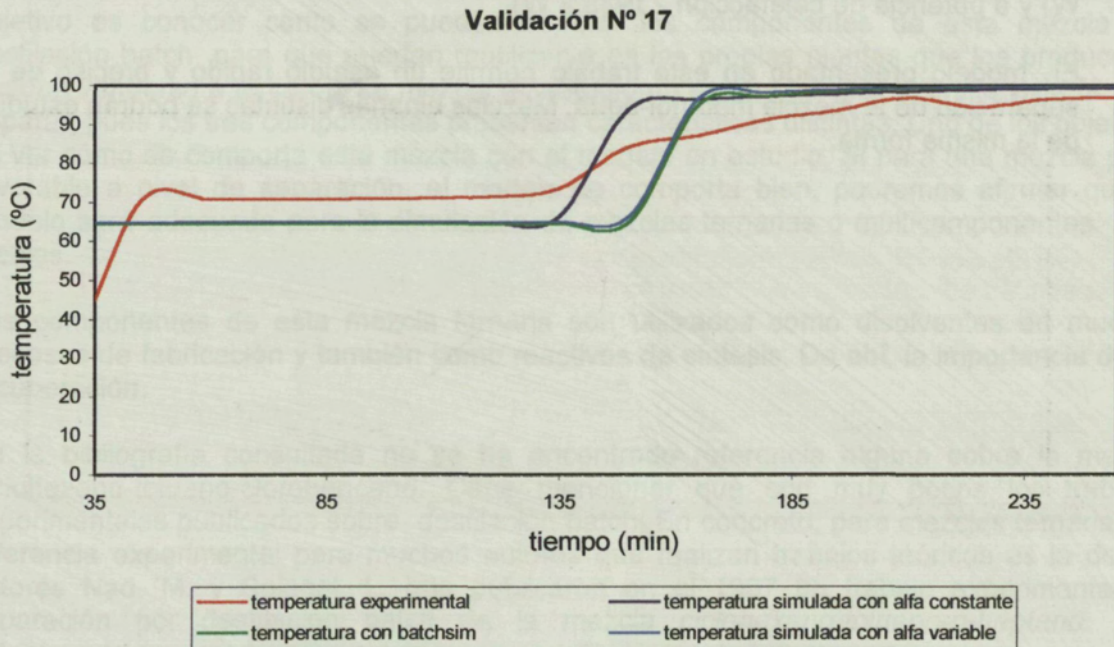


Figura 5.4.2.4. Perfil de temperaturas en el plato 5. Potencia de calefacción 2, $Re = 3$.

La correlación matemática es:

$$t_{\text{simulada } (\alpha=\text{cte})} = 1.005 t_{\text{experimental}} \quad r = 0.974$$

$$t_{\text{simulada } (\alpha \neq \text{cte})} = 0.987 t_{\text{experimental}} \quad r = 0.950$$

$$t_{\text{experimental}} = 1.011 t_{\text{batchsim}} \quad r = 0.949$$

El modelo con α constante es el que mejor simula el perfil de temperaturas en el plato 5 de la columna.

Así, a potencia de calefacción 2 (933.3 W), a razones de reflujo pequeñas el mejor modelo para simular perfiles de temperatura es el de α variable y a razones de reflujo superiores el mejor modelo es el de α constante. Estos resultados coinciden con los obtenidos anteriormente para simular los perfiles de concentración.

5.4.3. CONCLUSIONES

- El modelo matemático basado en los balances de materia y en las relaciones de equilibrio líquido-vapor es un buen modelo para razones de reflujo pequeñas y constantes cuando se trabaja con α variable. Para razones de reflujo superiores el modelo mejor es el de α constante.
- Con los modelos anteriores se pueden estudiar bien por simulación los perfiles de concentración así como los de temperatura.
- El comportamiento del modelo ha sido el mismo a potencia de calefacción 1 (466.7 W) y a potencia de calefacción 2 (933.3 W).
- El modelo presentado en este trabajo permite un estudio rápido y preciso de la separación de la mezcla metanol-agua. Mezclas binarias distintas se podrán estudiar de la misma forma.

6. SEPARACION DE LA MEZCLA TERNARIA CICLOHEXANO-TOLUENO-CLOROBENCENO

El modelo matemático sencillo utilizado en este trabajo se ha validado bien en el apartado anterior para mezclas binarias, utilizando el caso metanol-agua como representación de las mismas. Ahora el siguiente paso es estudiar cómo se comporta el modelo en el caso de mezclas ternarias. Se estudiará en particular la mezcla formada por ciclohexano, tolueno y clorobenceno. La mezcla en estudio está formada por componentes orgánicos volátiles y el objetivo es conocer como se pueden separar los componentes de esta mezcla por destilación batch, para que puedan reutilizarse en las propias plantas que los producen o puedan venderse a terceros. La mezcla en estudio no es una mezcla a simple vista fácil de separar, pues los tres componentes presentan características distintas. Uno de los objetivos es ver cómo se comporta esta mezcla con el modelo en estudio. Si para una mezcla poco favorable a nivel de separación, el modelo se comporta bien, podremos afirmar que el modelo será adecuado para la simulación de mezclas ternarias o multicomponentes más ideales.

Los componentes de esta mezcla ternaria son utilizados como disolventes en muchos procesos de fabricación y también como reactivos de síntesis. De ahí, la importancia de su recuperación.

En la bibliografía consultada no se ha encontrado referencia alguna sobre la mezcla ciclohexano-tolueno-clorobenceno. Cabe mencionar que son muy pocos los trabajos experimentales publicados sobre destilación batch. En concreto, para mezclas ternarias, la referencia experimental para muchos autores que realizan trabajos teóricos es la de los autores Nad, M. y Spiegel, L. que publicaron en el 1987 un trabajo experimental de separación por destilación batch de la mezcla *ciclohexano-tolueno-n-heptano*. Aún actualmente son muchos los autores que se refieren a este trabajo.

El estudio de la mezcla ciclohexano-tolueno-clorobenceno en este trabajo comprende distintas partes. En primer lugar se realiza la simulación de la mezcla ternaria (apartado 6.1.) para ver si el modelo es capaz de predecir la separación de la mezcla ternaria. A continuación se realiza el estudio experimental de separación de la mezcla en la planta piloto, en distintas condiciones (apartado 6.2.). Los resultados obtenidos con el modelo se comparan con los obtenidos con el simulador comercial Batchsim de Pro/II (apartado 6.3.). Finalmente se validan los resultados obtenidos por simulación con el modelo utilizado, utilizando los resultados experimentales y comparando con Batchsim (apartado 6.4.). Este último apartado nos permitirá conocer si el modelo utilizado permite estudiar por simulación mezclas ternarias.

6.1. SIMULACION DE LA MEZCLA

Para simular la mezcla ternaria se seguirán los mismos pasos que en la simulación de la mezcla binaria. En primer lugar se adapta el modelo matemático a la mezcla ternaria. Se estudia el equilibrio líquido-vapor de la mezcla, imprescindible para la destilación batch. Se adaptan los programas realizados en Fortran 77 a la mezcla ternaria y se realizan distintas simulaciones para conocer como se comporta el modelo.

6.1.1. MODELO MATEMATICO

El modelo matemático utilizado para la mezcla ternaria es el mismo que el utilizado para la mezcla binaria (apartado 5.1.1.), a excepción de la ecuación de Antoine que ahora para cada componente adopta la forma siguiente:

$$\log \frac{P_j^s}{P_c} = A_1 - \left(\frac{A_2}{T' + A_3} \right)$$

A_1, A_2, A_3 : constantes de Antoine

P_j^s : presión de vapor

P_c : presión crítica

T' : temperatura (°F)

Así para una mezcla ternaria, el modelo queda definido por las ecuaciones (3.14), (3.15), (3.16), (3.17), y (3.18) que corresponden a los balances de materia en las distintas zonas de la columna. El equilibrio líquido-vapor queda definido por la anterior ecuación de Antoine y las ecuaciones (3.19), (3.20), (3.22) y (3.23).

6.1.2. EQUILIBRIO LIQUIDO-VAPOR

Los datos del equilibrio líquido-vapor para la mezcla ciclohexano-tolueno-clorobenceno a presión atmosférica no se han encontrado en la bibliografía. Sólo se han encontrado los datos del equilibrio para el par binario ciclohexano-tolueno, que se indican en la figura 6.1.2.1.

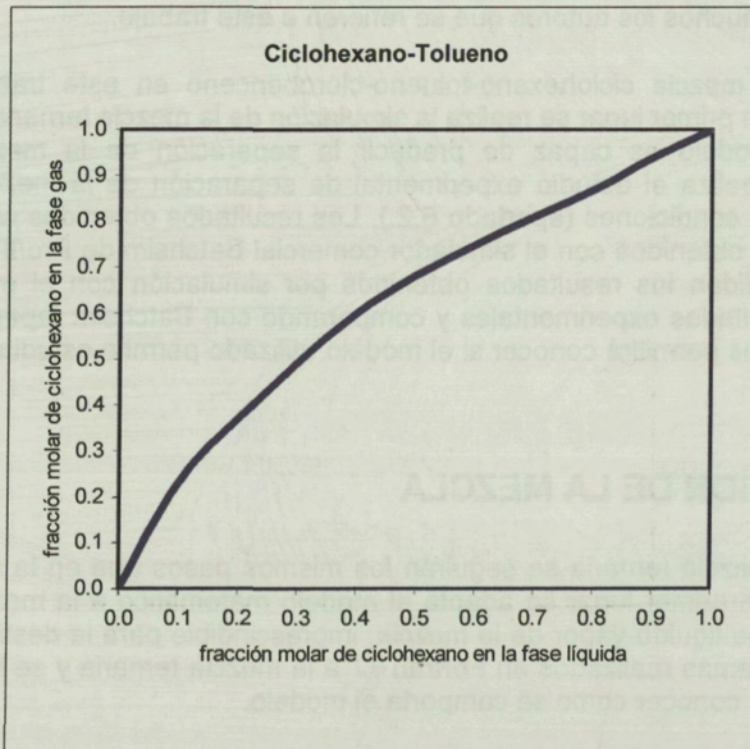


Figura 6.1.2.1. Diagrama de equilibrio líquido-vapor para la mezcla ciclohexano-tolueno a 1 atm. (Hirata, M., et al. *Computer Aided Data Book of Vapor-Liquid Equilibria*, 1975).

Para encontrar los restantes datos referidos a los otros pares se ha recurrido a la simulación, introduciendo la composición de uno de los componentes y mediante destilación flash a 1 atm de presión, se han podido obtener las composiciones en la fase gas y en la fase líquida. Los resultados obtenidos se indican en las figuras 6.1.2.2. y 6.1.2.3. respectivamente para los pares ciclohexano-clorobenceno y tolueno-clorobenceno.

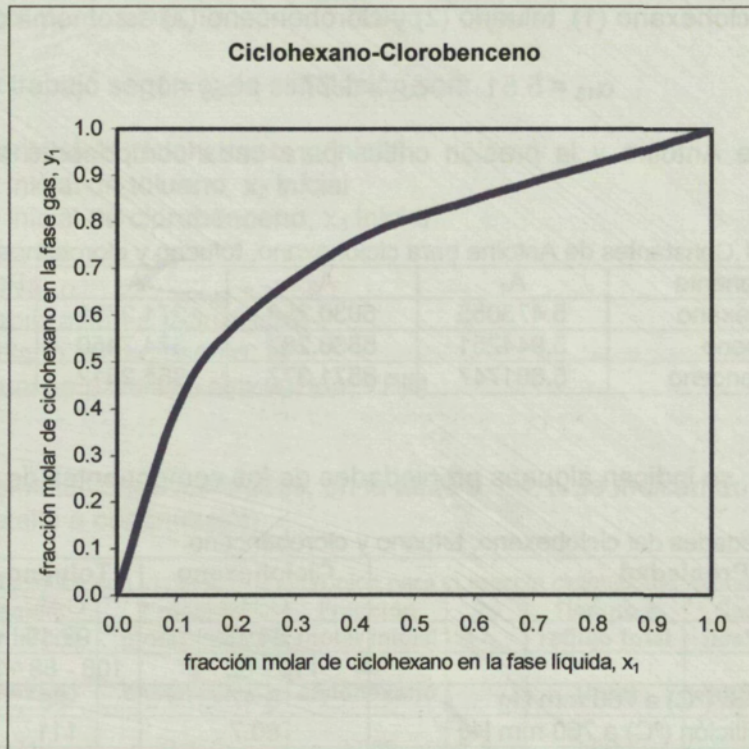


Figura 6.1.2.2. Diagrama de equilibrio líquido-vapor para la mezcla ciclohexano-clorobenceno a 1 atm.

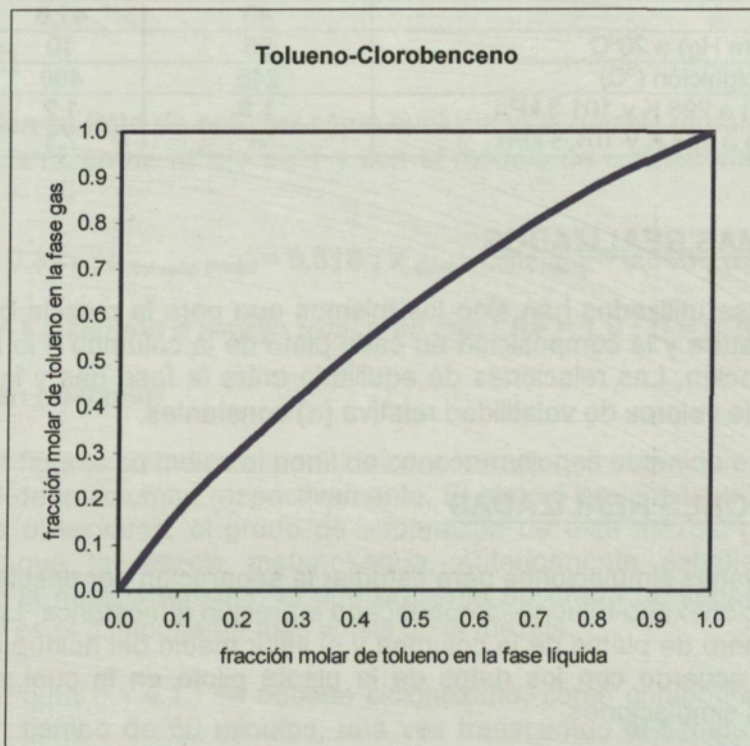


Figura 6.1.2.3. Diagrama de equilibrio líquido-vapor para la mezcla tolueno-clorobenceno a 1 atm.

Los distintos diagramas de equilibrio nos indican que la mezcla ciclohexano-clorobenceno es la que presenta mejor separación y la mezcla tolueno-clorobenceno la que presenta mayor dificultad de separación, tal como era de esperar, pues sus respectivos puntos de ebullición son más próximos que los del ciclohexano y clorobenceno.

A partir de los datos anteriores, la volatilidad relativa media de los componentes de la mezcla ternaria, ciclohexano (1), tolueno (2) y clorobenceno (3) es:

$$\alpha_{13} = 5.51 \quad \alpha_{23} = 1.77 \quad \alpha_{33} = 1$$

Las constantes de Antoine y la presión crítica para cada componente se indican en la siguiente tabla:

Tabla 6.1.2.1. Constantes de Antoine para ciclohexano, tolueno y clorobenceno.

Componente	A ₁	A ₂	A ₃	Presión crítica/mm Hg
Ciclohexano	5.473055	5030.253	371.2755	30525
Tolueno	5.944251	5836.287	374.7450	30780
Clorobenceno	5.881747	6571.377	365.2812	33900

En la tabla 6.1.2.2. se indican algunas propiedades de los componentes de la mezcla.

Tabla 6.1.2.2. Propiedades del ciclohexano, tolueno y clorobenceno.

Propiedad	Ciclohexano	Tolueno	Clorobenceno
Fórmula química	C ₆ H ₁₂	C ₇ H ₈	C ₆ H ₅ Cl
Masa molecular	84.18	92.15	112.56
Nº CAS	110 - 82 - 7	108 - 88 - 3	108 - 90 - 7
Temperatura de fusión (°C) a 760 mm Hg	6.47	-95	-45.6
Temperatura de ebullición (°C) a 760 mm Hg	80.7	111	132
Densidad del líquido (g/ml) a 20°C	0.779	0.867	1.106
Solubilidad en agua (mg/l) a 20°C	55	515	500
Temperatura crítica (°C)	280.4	319	359
Presión crítica (atm)	40	41.6	44.6
Presión de vapor (mm Hg) a 20°C	95	10	8.8
Temperatura de autoignición (°C)	245	480	638
LEL (% en volumen) a 298 K y 101.3 kPa	1.3	1.2	1.8
UEL (% en volumen) a 298 K y 101.3 kPa	8	7.1	9.6

6.1.3. PROGRAMAS REALIZADOS

Los programas base utilizados han sido los mismos que para la mezcla binaria. Permiten calcular la temperatura y la composición en cada plato de la columna a lo largo del tiempo que dura la destilación. Las relaciones de equilibrio entre la fase gas y la fase líquida se calculan a través de valores de volatilidad relativa (α) constantes.

6.1.4. SIMULACIONES REALIZADAS

Se han realizado varias simulaciones para estudiar la separación por destilación batch de la mezcla ternaria ciclohexano-tolueno-clorobenceno a presión atmosférica. La carga inicial en el calderín, el número de platos de la columna y el valor medio del holdup en los platos, se han escogido de acuerdo con los datos de la planta piloto en la cual se van a validar posteriormente las simulaciones.

Los valores de las constantes que en todas las condiciones de trabajo tienen el mismo valor son:

- Carga inicial en el calderín, en moles 57.21 moles
- Número de platos de la columna 15
- Valor medio del holdup, en moles 0.036 moles
- Valor de los incrementos DELTA: 0.005

Las variables de trabajo según cada simulación son:

- Fracción molar inicial de ciclohexano, x_1 inicial
- Fracción molar inicial de tolueno, x_2 inicial
- Fracción molar inicial de clorobenceno, x_3 inicial
- Razón de reflujo, Re
- Volatilidad relativa, α
- Tiempo de estabilización a reflujo total
- Caudal de destilado en moles/min, D
- Tiempo en el cual se parará la simulación, TFIN

De las distintas simulaciones realizadas, en la tabla 6.1.4.1. se indican dos de ellas, que se muestran con detalle a continuación.

Tabla 6.1.4.1. Simulaciones con los programas propios para la mezcla ciclohexano-tolueno-clorobenceno.

Nº simulación	Fracción molar inicial de ciclohexano	Fracción molar inicial de tolueno	Fracción molar inicial de clorobenceno	Re	Tiempo a reflujo total (min)	Caudal de destilado, D (moles/min)	Tiempo total de destilación TFIN (h)
1	0.321	0.316	0.363	1	60	0.30	4.8
2	0.360	0.330	0.310	2.34	60	0.15	7.9

• Simulación N°1

En esta simulación se trata de estudiar cómo evoluciona la mezcla ternaria inicial cuando la columna trabaja a razón de reflujo de 1 y con el modelo de α constante. Los datos de la simulación son:

$$x_{\text{ciclohexano inicial}} = 0.321 ; x_{\text{tolueno inicial}} = 0.316 ; x_{\text{clorobenceno inicial}} = 0.363 ; \alpha_{13} = 5.51 ;$$

$$\alpha_{23} = 1.77 ; \alpha_{33} = 1 ; \text{Tiempo a reflujo total} = 60 \text{ min} ; Re = 1.0 ; D = 0.30 \text{ moles / min} ;$$

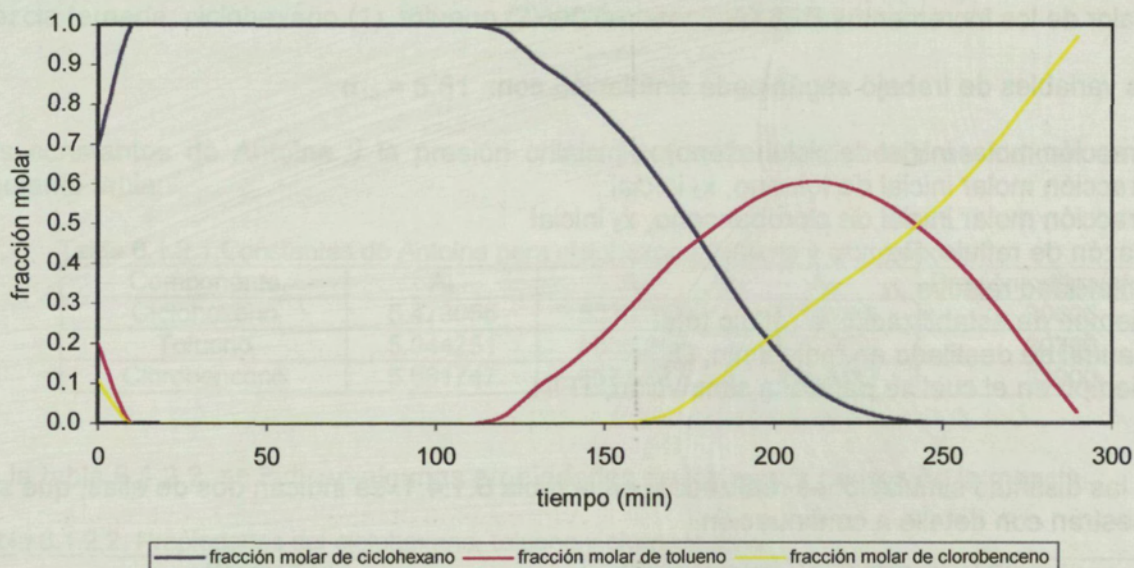
$$T_{FIN} = 4 \text{ h } 50 \text{ min (290 min)}$$

En las siguientes figuras se indica el perfil de concentraciones obtenido en el destilado y en los platos 5 y 10 de la columna respectivamente. El plato 5 es el más próximo al destilado. Tal como puede observarse, el grado de separación de esta mezcla no tiene el mismo comportamiento que la mezcla metanol-agua, anteriormente estudiada. De los tres componentes de la mezcla ternaria, el que presenta un grado de separación mejor es el ciclohexano, que es el componente más volátil de la mezcla.

En el destilado (figura 6.1.4.1.) se obtiene ciclohexano, como componente prácticamente puro, durante un tiempo de 60 minutos, una vez transcurrido el tiempo a reflujo total. El

tolueno no es posible separarlo como componente puro y la concentración máxima que alcanza es alrededor del 60% en moles durante unos 30 minutos. El clorobenceno se obtiene al final de la destilación con una pureza elevada, pero durante muy poco tiempo.

Simulación N°1a

Figura 6.1.4.1. Perfil de concentraciones en el destilado. $Re = 1$.

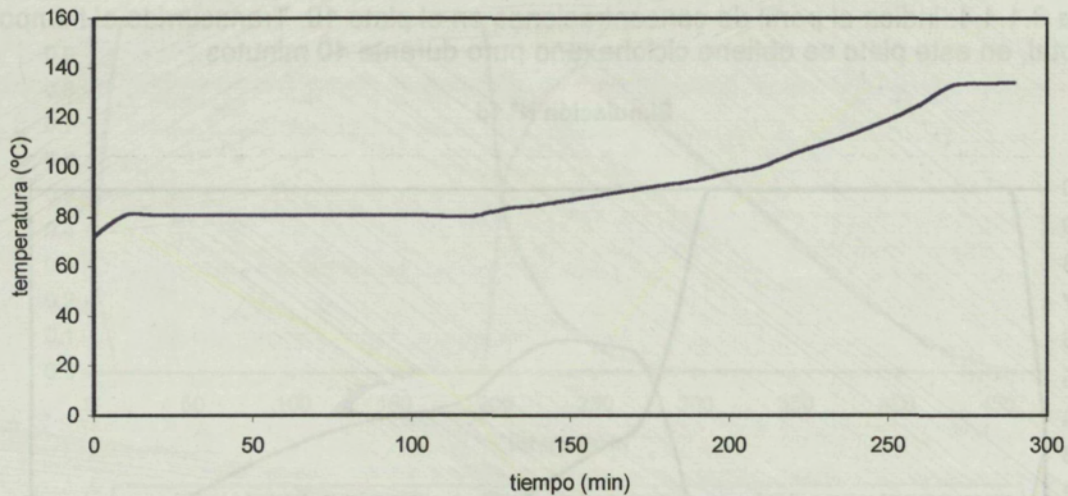
Estos resultados coinciden con los obtenidos en el perfil de temperaturas en el destilado (figura 6.1.4.2.), donde una vez transcurrido el tiempo a reflujo total de 60 minutos, se obtiene hasta el minuto 120 una temperatura prácticamente constante de 80.8 °C, que corresponde a la temperatura de ebullición del ciclohexano puro. A partir del minuto 120, la temperatura aumenta gradualmente hasta alrededor de 132 °C, lo que nos indica que al final de la destilación se está obteniendo clorobenceno prácticamente puro. El perfil de temperaturas para la mezcla ternaria en estudio es menos claro que el obtenido para la mezcla metanol-agua, cuyos componentes presentaban un buen grado de separación. Para la mezcla ternaria, en estas condiciones de simulación, vemos que presenta buena separación para el ciclohexano, pero no para el tolueno y el clorobenceno. Si hubiera sido posible obtener tolueno puro, en el perfil de temperaturas se habría obtenido una zona de temperatura constante alrededor de 111°C, que correspondería a la temperatura de ebullición de tolueno puro. De forma comparable, si se hubiera obtenido clorobenceno puro durante bastante tiempo, se habría obtenido una temperatura constante alrededor de 132 °C durante este tiempo.

Mediante los balances de materia se obtienen los resultados indicados en la tabla 6.1.4.2.

Tabla 6.1.4.2. Balances de materia en el destilado a $Re=1$.

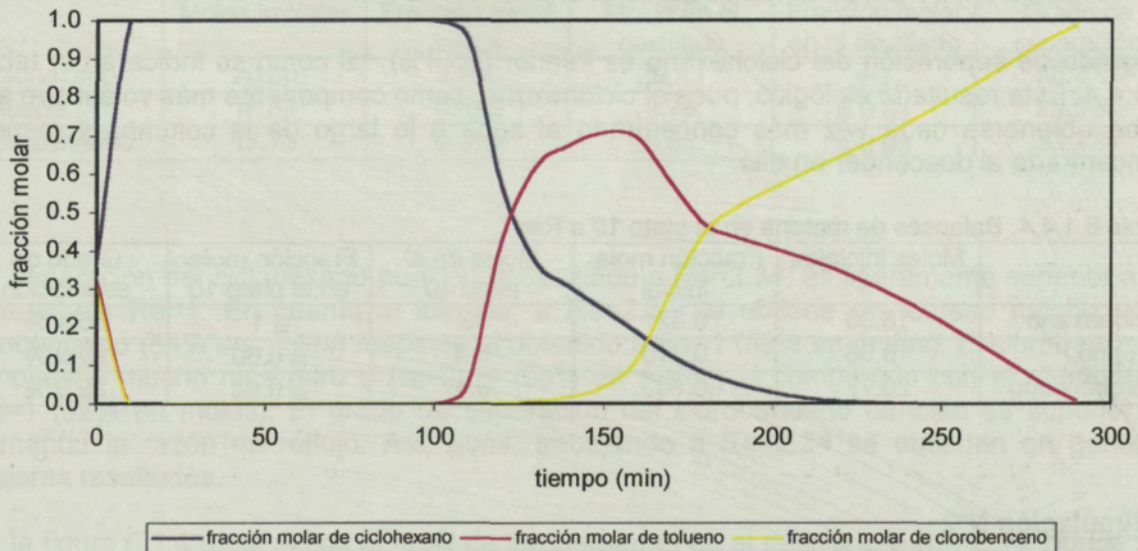
	Moles iniciales	Fracción molar inicial	Moles en el destilado	Fracción molar en el destilado	Grado de separación
Ciclohexano	18.36	0.321	18	$\cong 1$	98.0 %
Tolueno	18.08	0.316	5.31	$\cong 0.59$	29.4 %
Clorobenceno	20.77	0.363	2.76	$\cong 0.92$	13.3 %

Simulación N° 1b

Figura 6.1.4.2. Perfil de temperaturas en el **destilado**. $Re = 1$.

En la figura 6.1.4.3. se indica el perfil de concentraciones en el plato 5 de la columna.

Simulación N°1c

Figura 6.1.4.3. Perfil de concentraciones en el **plato 5**. $Re = 1$.

En este plato se obtiene ciclohexano puro durante 50 minutos, tiempo inferior al destilado. Los balances de materia en este plato nos conducen a los resultados indicados en la tabla 6.1.4.3.

Tabla 6.1.4.3. Balances de materia en el plato 5 a $Re=1$.

	Moles iniciales	Fracción molar inicial	Moles en el plato 5	Fracción molar en el plato 5	Grado de separación
Ciclohexano	18.36	0.321	15	$\cong 1$	81.7 %
Tolueno	18.08	0.316	2.1	$\cong 0.70$	11.6 %
Clorobenceno	20.77	0.363	8.1	$\cong 0.94$	40.8 %

El grado de separación del ciclohexano es inferior al obtenido en el destilado.

La figura 6.1.4.4. indica el perfil de concentraciones en el plato 10. Transcurrido el tiempo a reflujo total, en este plato se obtiene ciclohexano puro durante 40 minutos.

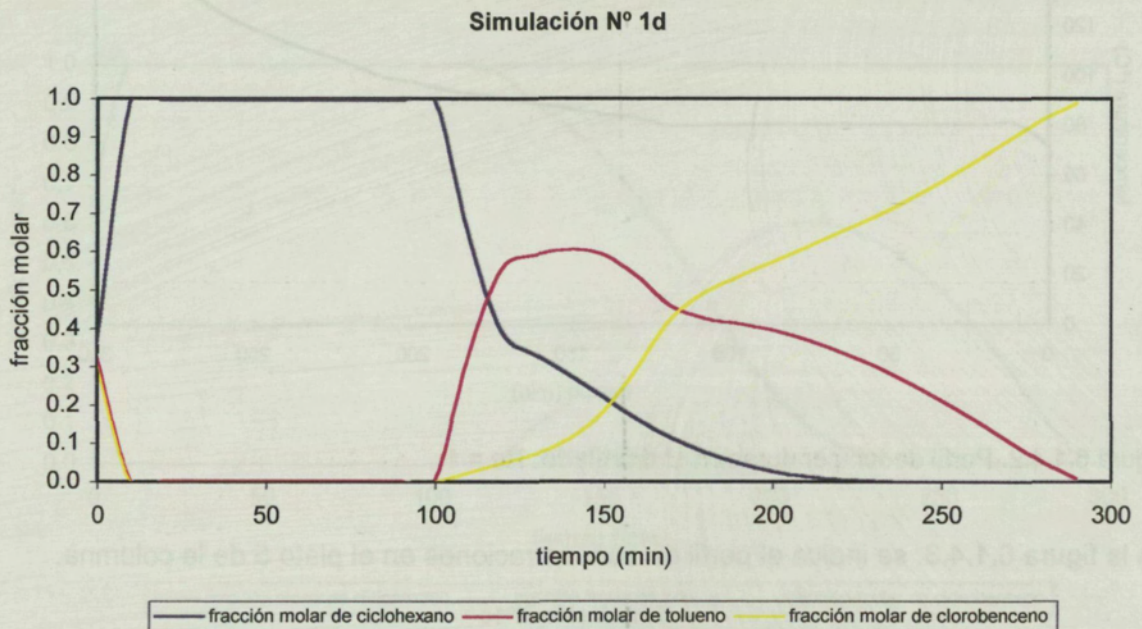


Figura 6.1.4.4. Perfil de concentraciones en el **plato 10**. $Re = 1$.

El grado de separación del ciclohexano es inferior (65.4%), tal como se indica en la tabla 6.1.4.4. Este resultado es lógico, pues el ciclohexano, como componente más volátil que es, debe obtenerse cada vez más concentrado al subir a lo largo de la columna y menos concentrado al descender en ella.

Tabla 6.1.4.4. Balances de materia en el plato 10 a $Re=1$.

	Moles iniciales	Fracción molar inicial	Moles en el plato 10	Fracción molar en el plato 10	Grado de separación
Ciclohexano	18.36	0.321	12	$\cong 1$	65.4 %
Tolueno	18.08	0.316	5.4	$\cong 0.60$	29.9 %
Clorobenceno	20.77	0.363	8.1	$\cong 0.94$	39.0 %

• Simulación N°2

En esta simulación se trata de estudiar cómo evoluciona la separación de la mezcla inicial cuando la columna trabaja a razón de reflujo de 2.34, superior a la anterior y con el modelo de α constante. Los datos de la simulación son:

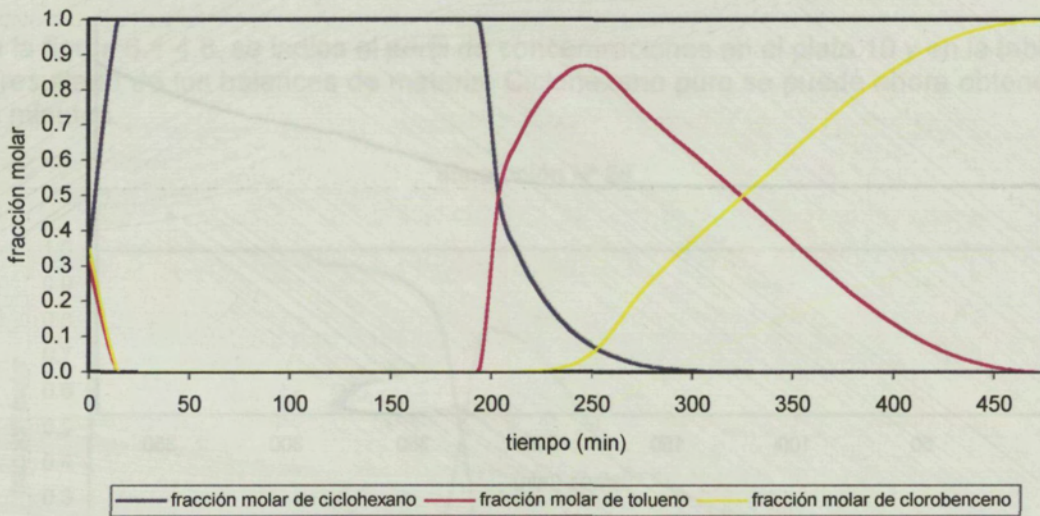
$$x_{\text{ciclohexano inicial}} = 0.360 ; x_{\text{tolueno inicial}} = 0.330 ; x_{\text{clorobenceno inicial}} = 0.310 ; \alpha_{13} = 5.51 ;$$

$$\alpha_{23} = 1.77 ; \alpha_{33} = 1 ; \text{Tiempo a reflujo total} = 60 \text{ min} ; Re = 2.34 ; D = 0.15 \text{ moles / min} ;$$

$$\text{TFIN} = 7 \text{ h } 55 \text{ min (475 min)}$$

En la figura 6.1.4.5. se indica el perfil de concentraciones en el destilado. Para una $Re=2.34$, se obtiene ciclohexano puro durante 135 minutos, después de mantener la columna a reflujo total durante 60 minutos.

Simulación N° 2a

Figura 6.1.4.5. Perfil de concentraciones en el **destilado**. $Re = 2.34$.

Los resultados del balance de materia se indican en la tabla 6.1.4.5.

Tabla 6.1.4.5. Balances de materia en el destilado a $Re=2.34$.

	Moles iniciales	Fracción molar inicial	Moles en el destilado	Fracción molar en el destilado	Grado de separación
Ciclohexano	20.60	0.360	20.25	$\cong 1$	98.3 %
Tolueno	18.88	0.330	3.78	$\cong 0.84$	20.0 %
Clorobenceno	17.73	0.310	5.88	$\cong 0.98$	33.2 %

La separación del ciclohexano puro en el destilado a $Re=2.34$, es ligeramente superior a la obtenida a $Re=1$. En cuanto al tolueno, a $Re=2.34$ se obtiene un tolueno mucho más concentrado (84% en moles) respecto al obtenido a $Re=1$ (59% en moles). El clorobenceno se obtiene mucho más puro a $Re=2.34$ (98% en moles) al compararlo con el obtenido a $Re=1$ (92% en moles). El grado de separación del clorobenceno también es superior al aumentar la razón de reflujo. Así, pues, trabajando a $Re=2.34$ se obtienen en general mejores resultados.

En la figura 6.1.4.6. se indica el perfil de temperaturas en el destilado a $Re=2.34$, donde se aprecia cómo la temperatura se mantiene constante a 80.8°C hasta el minuto 195, lo que corresponde a la obtención de ciclohexano puro, aumentando a continuación progresivamente, lo que nos indica que se están obteniendo mezclas de los restantes componentes.

Simulación N° 2b

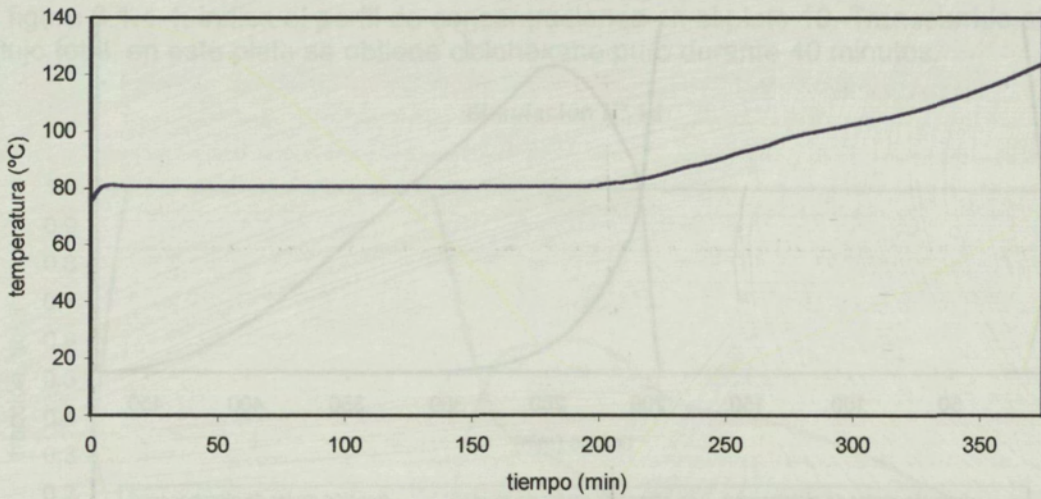


Figura 6.1.4.6. Perfil de temperaturas en el **destilado**. $Re = 2.34$.

En la figura 6.1.4.7. se indica ahora el perfil de concentraciones en el plato 5. Se obtiene ciclohexano puro durante 125 minutos. El resultado de los balances se indica en la tabla 6.1.4.6.

Simulación N° 2c

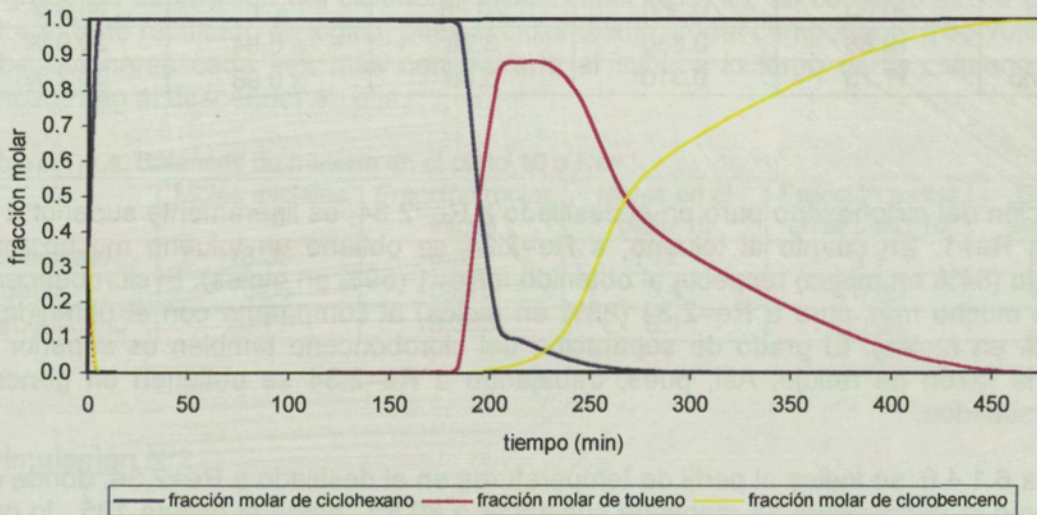


Figura 6.1.4.7. Perfil de concentraciones en el **plato 5**. $Re = 2.34$.

Tabla 6.1.4.6. Balances de materia en el plato 5 a $Re=2.34$.

	Moles iniciales	Fracción molar inicial	Moles en el plato 5	Fracción molar en el plato 5	Grado de separación
Ciclohexano	20.60	0.360	18.75	$\cong 1$	91.0 %
Tolueno	18.88	0.330	3.92	$\cong 0.87$	20.7 %
Clorobenceno	17.73	0.310	7.43	$\cong 0.99$	41.9 %

La separación obtenida en el ciclohexano es inferior a la obtenida en el destilado, tal como era de esperar.

En la figura 6.1.4.8. se indica el perfil de concentraciones en el plato 10 y en la tabla 6.1.4.6. el resultado de los balances de materia. Ciclohexano puro se puede ahora obtener durante 55 minutos.

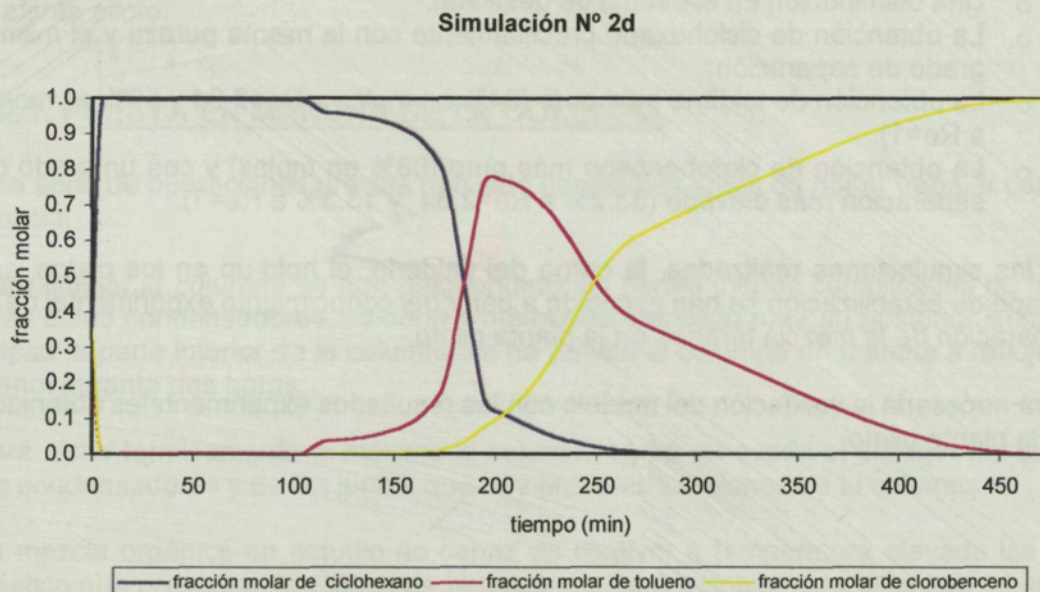


Figura 6.1.4.8. Perfil de concentraciones en el plato 10. $Re = 2.34$.

Tabla 6.1.4.7. Balances de materia en el plato 10 a $Re=2.34$.

	Moles iniciales	Fracción molar inicial	Moles en el plato 10	Fracción molar en el plato 10	Grado de separación
Ciclohexano	20.60	0.360	8.25	$\cong 1$	40.0 %
Tolueno	18.88	0.330	3.42	$\cong 0.76$	18.1 %
Clorobenceno	17.73	0.310	7.43	$\cong 0.99$	41.9 %

El grado de separación del ciclohexano es inferior al del plato 5, tal como era previsible. Así, al subir a lo largo de la columna, aumenta el grado de separación del componente más volátil, ciclohexano.

6.1.5. CONCLUSIONES

- El modelo sencillo basado en los balances de materia y en las relaciones de equilibrio líquido-vapor, utilizando valores de volatilidad relativa constante, permite estudiar de una forma rápida y eficiente la separación de la mezcla ternaria ciclohexano-tolueno-clorobenceno.
- La simulación del modelo permite obtener los perfiles de concentración y de temperatura en los distintos platos de la columna para la mezcla ternaria. En las simulaciones presentadas, se han indicado los perfiles de concentración en el destilado y en dos platos intermedios, así como el perfil de temperaturas en el destilado.

- Trabajando con un tiempo a reflujo total concreto, un aumento en la razón de reflujo implica:
 - Un aumento en el tiempo total de destilación.
 - Una disminución en el caudal de destilado.
 - La obtención de ciclohexano prácticamente con la misma pureza y el mismo grado de separación.
 - La obtención de tolueno más puro (84% en moles a $Re=2.34$ y 59% en moles a $Re=1$).
 - La obtención de clorobenceno más puro (98% en moles) y con un grado de separación más elevado (33.2% a $Re=2.34$ y 13.3% a $Re=1$).

- En las simulaciones realizadas, la carga del calderín, el hold-up en los platos y el tiempo de estabilización se han escogido a partir del conocimiento experimental de la separación de la mezcla ternaria en la planta piloto.

- Será necesaria la validación del modelo con los resultados experimentales obtenidos en la planta piloto.