

ANÁLISIS DE LA SEPARACIÓN DE UNA MEZCLA METANOL-AGUA EN UNA COLUMNA DE DESTILACIÓN POR LOTES DE ESCALA PILOTO

Pescador Morales, Gustavo (1), Rodríguez Ángeles, Mario Alberto (2), Gómez Castro, Fernando Israel (3), Espinoza Zamora, Jesús (2)

1Ingeniería en procesos alimentarios, Universidad Tecnológica del Suroeste de Guanajuato | Dirección de correo electrónico: gpescador6@gmail.com

2 Dirección de procesos alimentarios, Universidad Tecnológica del Suroeste de Guanajuato | Dirección de correo electrónico: mrodrigueza@utsoe.edu.mx

3 Departamento de ingeniería química, División de ciencias naturales y exactas, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato | Dirección de correo electrónico: fgomez@ugto.mx

Resumen

En la obtención de bebidas alcohólicas, la destilación juega un papel especialmente importante debido a que durante la fermentación se generan una gran cantidad de sustancias dañinas para el organismo humano, las cuales deben ser retiradas para que la bebida sea consumible. Para mejorar el proceso de destilación, mejorar la pureza del producto y disminuir el consumo energético del proceso, se debe realizar un estudio exhaustivo del comportamiento del proceso. En el presente trabajo se realizó el estudio experimental de la destilación de una mezcla metanol agua, la destilación se llevó a cabo en una columna por lotes con un rectificador formado por 4 platos perforados. Se obtuvieron muestras de las mezclas líquidas en los platos 1, 2 y 3, además de la cantidad de destilado y las temperaturas de los platos cada 5 minutos. Las muestras fueron analizadas usando un cromatografía de gases para determinar la concentración de cada una de ellas, finalmente se obtuvieron las curvas de temperatura y concentración de la mezcla metanol-agua, para determinar el comportamiento de la destilación de la mezcla alcohólica.

Abstract

In the production of alcoholic beverages, distillation plays a particularly important role because during fermentation a large amount of dangerous substances to the human body are generated, which must be removed so that the beverage is able for human consumption. To improve the distillation process, raise product purity and reduce the process energy consumption, it should make a exhaustive study of the behavior of the process. In this paper the experimental study of the distillation of a methanol-water mixture was made, distillation was carried out in a batch column with a 4 sieve trays rectifier. Samples of liquid mixtures in the plates 1, 2 and 3, and distillate and temperatures of the trays were obtained every 5 minutes. Samples were analyzed using a gas chromatograph to determine the concentration of each one, finally the temperature and concentrations curves of methanol-water mixture is obtained to determine the behavior of the distillation of the alcohol mixture.

Palabras Clave

Destilación; Experimental; Concentración; Perfiles de Temperatura;

INTRODUCCIÓN

Destilación por lotes

La destilación por lotes es la forma más rudimentaria del proceso de destilación y su uso fue muy popular hasta principios del siglo XIX, cuando el aumento en la demanda de diversos productos, hicieron impráctico el uso de estas columnas. Las columnas de destilación por lotes están formadas por un recipiente en donde se realiza la carga de la mezcla de alimentación, el cual es conocido como “pot”; este recipiente contiene un elemento de calefacción el cual puede estar operado por energía eléctrica o vapor, con lo que se realizará la evaporación de la mezcla. La columna puede estar equipada con platos o empaques en la parte superior del pot llamada rectificador, cuya función es incrementar la pureza del producto, por lo cual también se requiere de un sistema de reflujo en estos casos [1].

Hoy en día la mayor parte de las columnas por lote han sido reemplazadas por columnas continuas, sin embargo no han desaparecido, debido a que existen pequeñas empresas que requieren equipos de destilación que manejen cargas de material bajas, para quienes una columna continua sería muy costosa de mantener; además, las columnas por lotes son esencialmente útiles para estudios experimentales en los laboratorios académicos o institutos de investigación, en donde el proceso es más importante que la producción o la pureza [2].

Destilación de alcoholes

Los alcoholes son sustancias líquidas volátiles que tienen especial uso en las actividades humanas actuales. Se sabe que el alcohol más usado es el metanol, pues está presente en muchos de los productos de uso diario, como medicamentos y bebidas, debido a que presenta una baja toxicidad para el organismo humano. Otros alcoholes como el metanol, propanol e isopropanol son usados

como solventes y algunos otros más se usa en el sector energético y como precursores de otras sustancias. La forma más práctica de obtener alcoholes hoy en día es por medio de la fermentación de carbohidratos, el resultado es una mezcla acuosa de diversos alcoholes, además de otras sustancias como aldehídos, cetonas y ácidos carboxílicos [3]. La eliminación de estos compuestos se vuelve de extrema importancia en la elaboración de bebidas alcohólicas, ya que la mayoría de estos compuestos tienen una toxicidad alta en el organismo humano.

La destilación de mezclas alcohólicas es un proceso complicado, sobre todo en presencia de agua. Debido a que el agua es un compuesto polar, la mezcla de alcoholes forma diversos azeótropos los cuales dificultan la separación de estas sustancias. Numerosos autores han propuesto métodos de destilación para mezclas alcohólicas que involucran extracción [4] o reacción [5] sin embargo los métodos se complican cuando se trata de obtener productos para la ingesta humana; además, la gran mayoría de estos trabajos han sido realizados por métodos analíticos o por simulación, faltando mucha experimentación que realizar en este campo.

Justificación

Actualmente se están realizando diversos análisis sobre la producción y separación de mezclas alcohólicas tanto para usar en la producción de bebidas alcohólicas como para su uso en biocombustibles, estos trabajos están enfocados a la simulación numérica y por dinámica computacional de fluidos, sin embargo no se han probado realmente si los resultados son confiables. En este trabajo se realiza la destilación de mezclas metanol-agua a diferentes proporciones, para lo cual se obtienen mediciones de los parámetros térmicos y concentraciones en diferentes puntos de la columna; estos datos fueron utilizados para realizar curvas de operación de la columna, las cuales permitirán hacer un análisis del comportamiento del proceso y crear una base de

datos numéricos para poder probar los resultados obtenidos en simulaciones numéricas para estas mismas mezclas, con lo cual se podrán ajustar los modelos matemáticos.

MATERIALES Y MÉTODOS

Esta investigación se realizó mediante el equipo de destilación que se encuentra ubicado en el taller de frutas y hortalizas en la universidad Tecnológica del Suroeste del estado de Guanajuato. La columna de destilación está conformada por un calderín (evaporador de doble resistencia), y una columna de rectificación de 4 platos perforados. Primero se inició con la estandarización de temperaturas en el pot ya que el equipo no cuenta con una escala de temperaturas establecidas, estos experimentos se llevaron a cabo usando agua pura. Se configuraron las resistencias de la columna y se registraron las temperaturas en la columna cada 5 minutos hasta su estabilización.

Una vez obtenidos los parámetros térmicos, se comenzó con la destilación de las mezclas, para ello se cargaron al pot 10 litros de una solución metanol-agua con una concentración de 20% mol y se calcularon los parámetros térmicos para su separación, incluyendo la temperatura de ebullición de la mezcla, esto como un punto de inicio para la estabilización de la columna. Se inició el funcionamiento de la columna y se mantuvo a reflujo total hasta condiciones estacionarias, como se aprecia en la Imagen 1, después de lo cual se procedió a destilar con una relación de reflujo de 1.5.

La toma de muestras se llevó a cabo extrayendo 3ml de las mezclas líquidas en los platos 1(destilado), 2, 3 y 4, debido a que es una destilación discontinua, se realizaron tomas de muestra cada 5 minutos por un periodo de 20 minutos.



IMAGEN 1: Funcionamiento normal de la columna de destilación

El proceso de destilación fue repetido posteriormente para mezclas iniciales con concentraciones de 10 y 30% mol de metanol. La cuantificación de las concentraciones de metanol en las muestras se llevó a cabo por cromatografía de gases. Se tomaron 20 μL de las muestras tomadas de la columna y se evaporaron completamente, posteriormente se mezcló bien el vapor y se inyectó una mezcla del gas resultante al cromatógrafo. Se caracterizaron muestras de aire por separado para discriminar las curvas resultantes por presencia de aire en las muestras, y finalmente se obtuvieron las cantidades de metanol presente en cada muestra mediante un comparativo con cromatograma patrón.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La configuración de las resistencias de la columna destilación usada para este proyecto se realiza por la posición de una perilla en el tablero de control. Para el funcionamiento de la columna se encontró que su periodo de estabilización es de 30 minutos, sin importar la configuración de las resistencias, las temperaturas finales así como los valores calculados para el calor generado por las resistencias de muestran en la Tabla 1.

Tabla 1: Generación de calor en las resistencias de la columna

Configuración	Temperatura (°C)	Calor generado (W)
1	33.9	160.16
2	39.5	290.14
3	48.6	501.36
4	62.7	828.64
5	80.6	1244.12
6	92.9	1529.61
7	93.7	1548.18

Las temperaturas de la Tabla 1 también corresponden a la temperatura máxima alcanzada en el pot de la columna para esa configuración de la resistencia. Se realizaron los cálculos para determinar la temperatura de ebullición de cada mezcla, como referencia para la operación de la columna, con la cual se determinó la configuración de las resistencias que debía usarse según lo previsto en la Tabla 1.

Tabla 2: Temperaturas de ebullición de las mezclas metanol-agua

%mol de metanol	Temperatura pot (°C)	
	Calculada	Promedio Registrada
10	67.8	69.5
20	71.7	72.4
30	77.4	78.3

Una vez alcanzada la temperatura, se regularon los controles para obtener un funcionamiento estable de la columna, pues como era de esperarse, la temperatura calculada ideal no es la requerida en la realidad. En la Tabla 2 se aprecian las temperaturas calculadas y reales registradas en el pot para cada una de las mezclas estudiadas.

Se consideró que la columna estaba trabajando en estado estacionario en el momento en que se

produjo burbujeo en todos los platos estudiados, el cual fue un tiempo de 40 minutos aproximadamente. Las pruebas se repitieron 3 veces para cada concentración para descartar errores de operación o de tomas de muestra. Para cada toma de muestras se registraron también las temperaturas en 1 de los platos y en el destilado, se debe mencionar que la columna de destilación sólo cuenta con termopares en las etapas 4 y condensado, por lo cual no fue posible registrar la temperatura de operación en las etapas 2 y 3. Estas temperaturas se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3: Temperatura del plato 4 y condensado en condiciones de equilibrio.

Mezcla	Temperatura (°C) del plato 4	Temperatura (°C) del condensado
10%	70.2	68.2
20%	74.6	72.7
30%	78.3	77.5

Para la determinación de la concentración, se obtuvo un cromatograma patrón usando muestras con concentraciones conocidas desde 5 hasta 95% mol de metanol en agua.

El patrón fue utilizado para obtener las concentraciones de metanol en las muestras obtenidas. En la imagen 2 se muestran los resultados de las concentraciones de las muestras tomadas de la columna en operación.

Como se puede ver en las gráficas, existe un comportamiento normal en la columna, ya que la concentración de metanol en las muestras se incrementa hacia el destilado, tal y como se esperaría, también es visible que con el paso del tiempo, se reduce la pureza de la mezcla presente.

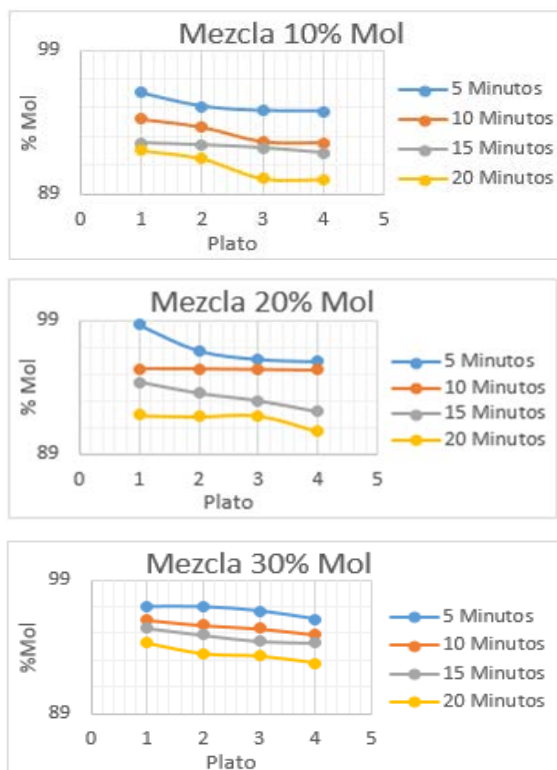


IMAGEN 2: Concentraciones de metanol en los platos registradas para las mezclas de 10, 20 y 30% de metanol

Otro punto a observar es que las gráficas de la pureza con respecto al tiempo aparecen más separadas mientras menor concentración de metanol contiene la mezcla inicial, esto indica que a mayor concentración de la mezcla inicial mayor tiempo de operación estacionaria se tendrá en la columna. Observando las líneas de operación en el mismo periodo de medición entre las distintas soluciones iniciales puede observarse una ligera tendencia ascendente de la composición de la etapa 4, es decir mientras mayor sea la composición del metanol en el pot, mayor es la composición también en la etapa 4; esto sin embargo no parece ocurrir en el destilado, ya que no se aprecia una tendencia, aunque los valores oscilan en 98% de metanol en su punto más alto, esto podría sugerir que éste es el valor máximo de pureza que se podría obtener para esta mezcla, aunque con una cantidad muy baja de destilado,

pues para este punto sólo se obtuvieron 115ml de la mezcla 10%, 150ml de la mezcla 20% y 225.6ml de la mezcla de 30% del destilado final en promedio.

CONCLUSIONES

Al revisar los perfiles de temperatura, se puede observar primeramente que las temperaturas calculadas para el pot son bastante cercanas a las registradas experimentalmente, por lo que se puede decir que el comportamiento de la mezcla tiene semejanza al modelo ideal. La diferencia de temperaturas entre las etapas 1 y 4 fue en promedio de sólo 2°C, lo cual indica que la diferencia de temperatura entre platos para una columna que opere con esta mezcla es de alrededor de 0.5°C. Las gráficas de concentración muestran una variación de 5% de disminución en la pureza del metanol para las mezclas iniciales de 10 y 20%, mientras que en la de 30% sólo disminuyó un 3%, se predice esta diferencia se irá disminuyendo. Con los resultados obtenidos, se espera tener la base de datos necesaria para corroborar posteriormente modelos matemáticos para este proceso, sin embargo, se incrementarán el número de experimentaciones y mezclas a estudiar en un trabajo posterior.

REFERENCIAS

- [1] Ludwig, E. E. (1997). Applied process design for chemical and petrochemical plants. Volumen 2 (3ª ed.) Houston, TX: Gulf Professional Publishing.
- [2] Diwekar, U. (2012). Batch Distillation, simulation, optimal design and control (2ª ed.) Boca raton, FL: CRC Press.
- [3] Repetto, M. (1995) Toxicología del alcohol etílico. En M. Repetto (1ª ed.), Toxicología avanzada (pp. 425-455) Madrid: Ed. Diaz de Santos.
- [4] Meirelles, A., Weiss, S. & Herfurth, H. (1992). Ethanol dehydration by extractive distillation. Journal of Chemical Technology and Biotechnology, 53(2), pp. 181-188. Doi: 10.1002/jctb.280530213
- [5] Kiss, A. A. & Suszwalak, P. C. (2012). Enhanced bioethanol dehydration by extractive and azeotropic distillation in dividing-wall columns. Separation and Purification Technology, 86, pp. 70-78. Doi: 10.1016/j.seppur.2011.10.022.