

Diseño Plantas Para Ingenieros Químicos

Jaime Santillana Soto

Julia Salinas de Santillana

Ing. Químicos, M.S. in Chemical Engineering

Procesos de Separación

Introduccion

- © Los procesos quimicos requieren separacion de especies quimicas para
 - ① Purificar la alimentacion a un reactor.
 - ② Recobrar reactantes para reciclo
 - ③ Separar y purificar los productos del reactor
- © Los mayores costos suelen estar asociados con las separaciones
- © Mezclas multicomponentes suelen requerir complejos sistemas de separacion

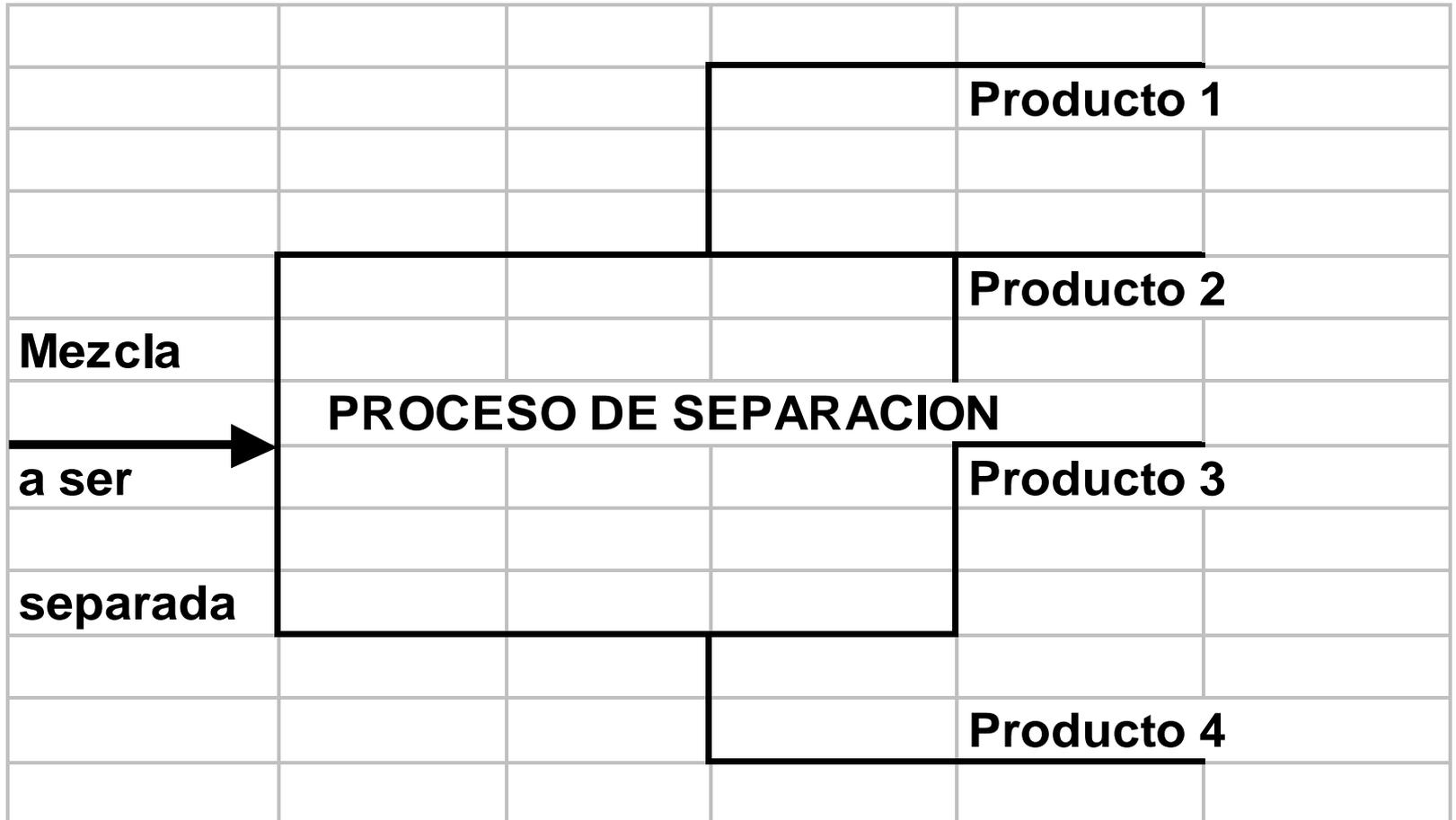
Procesos de Separación

- Los procesos de separación son fundamentales para los ingenieros químicos y los ingenieros de procesos.
- La separación de componentes requiere el gasto de alguna forma de energía

© Formas de Separación:

- ① Creación de fase inmiscible por medio del calor, trabajo mecánico, o reducción de presión (**ESA – Agente Separación Energía**)
- ② Por Adición de Fase (un segundo fluido) (**MSA – mass separating agent**). This must be subsequently removed
- ④ Por medio de membranas o **barreras**
- ④ Por adición de **fase sólida** (adsorción)
- ④ Separación por campo de fuerza o gradiente

Proceso General de Separacion

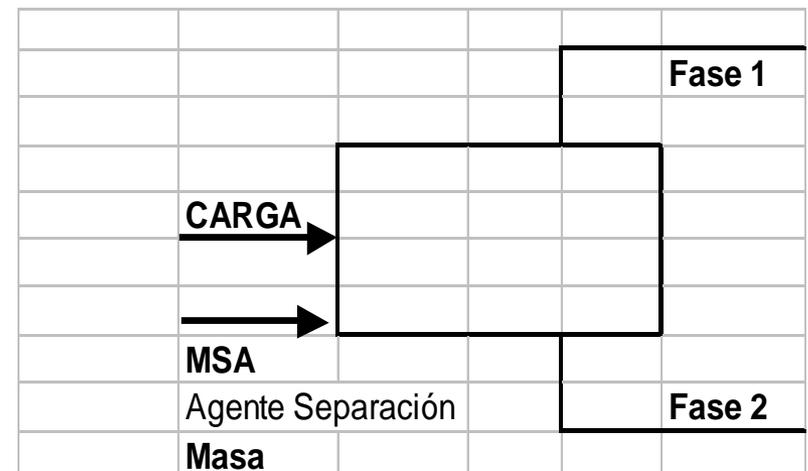
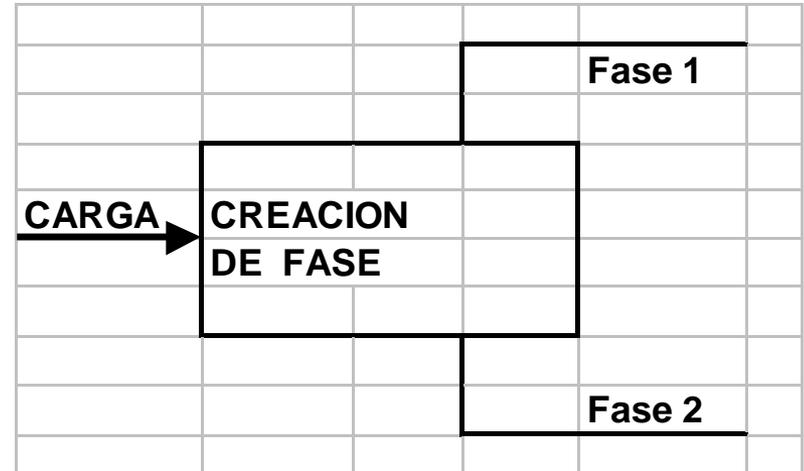


Separación por creación de fase

- Mezcla homogénea, monofásica.
- Se añade 2º Fase.
- Puede ser:

Agente de Separación Energía (intercambio de calor y trabajo) (ESA)

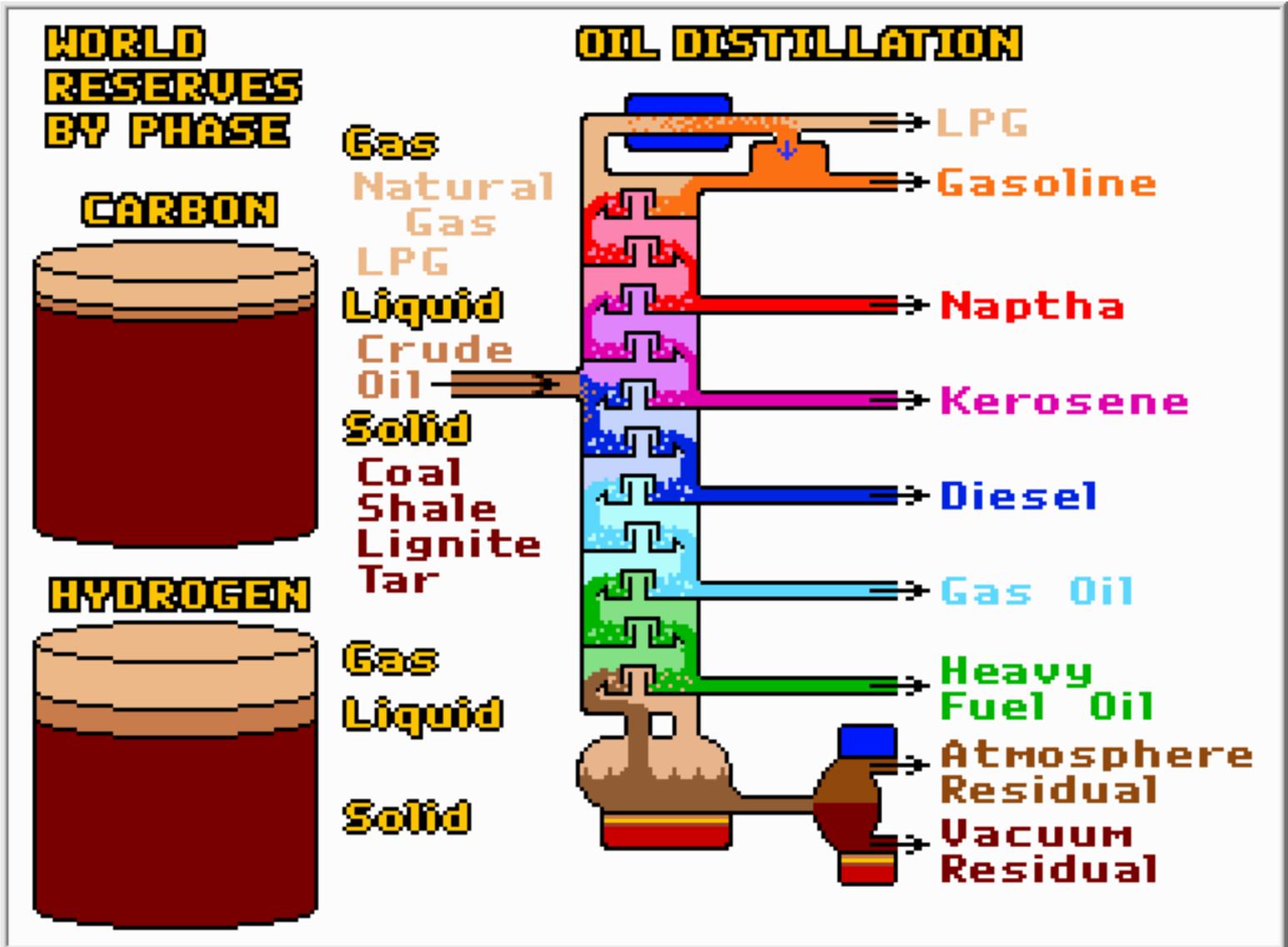
Agente de Separación Masa – MSA (el agente puede ser parcialmente soluble o ser completamente miscible)



Procesos de separación basados en creación o adición de fases

Separación	Fase inicial	Fase creada	Agente separación	Aplicación
Condensación vaporización parcial	Vapor o líquido	Líquido o vapor	Transferencia Calor (ESA)	H ₂ y N ₂ del Amoniaco
Flasheo	Líquido	Vapor	Reduc. Presión	Desalinización
Destilación	Vapor líquido	Vapor Líquido	Transferencia Calor (ESA)	Estireno
Dest. Extractiva	Vapor líquido	Vapor Líquido	Solvente (MSA) y ESA	Acetona metanol
Absorción	Vapor	Líquido	MSA (Absorv.)	CO ₂ combust.
Stripping	Líquido	Vapor	Vapor (MSA)	Kerosene

Separación con creación fase: Destilación





Procesos de separación basados en creación o adición de fases

Separación	Fase inicial	Fase creada	Agente separación	Aplicación
Stripping con reboiler	Líquido	Vapor	Transferencia Calor (ESA)	Recuperación aminas
Destilación azeotrópica	Vapor Líquido	Vapor Líquido	Entrainer Líq. (MSA) y ESA	Acido acético del agua
Extracción Líquido Líquido	Líquido	Líquido	Solvente Líquido (MSA)	Recuperación aromáticos
Secado	Líquido	vapor	Gas (MSA) ESA	Secado

Separación con creación fase: Extracción Líquido Líquido



Separación con creación fase: Extracción Fluido Super Crítico

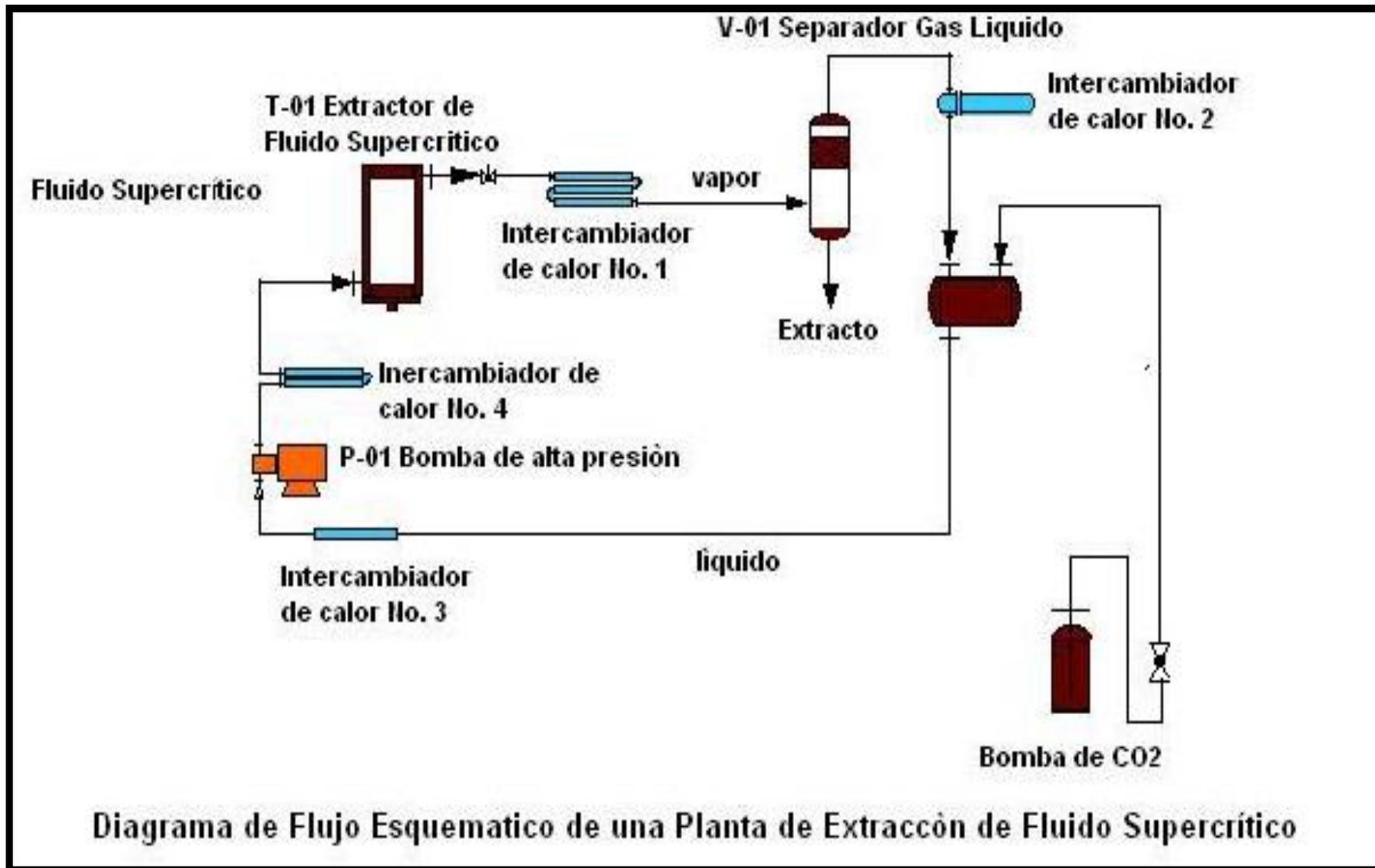
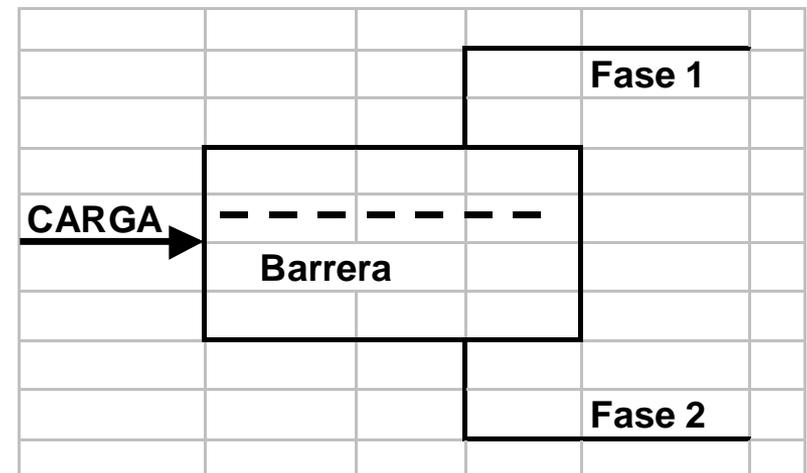


Diagrama de Flujo Esquemático de una Planta de Extracción de Fluido Supercrítico

Separación por Barrera

- Se emplean membranas.
- Se rigen por procesos difusionales.
- Se emplean:
 - Osmosis.
 - Osmosis inversa
 - Diálisis.
 - Microfiltración
 - Ultrafiltración
 - Pervaporación
 - Permeación de gases.



Procesos de separación basados en Barreras

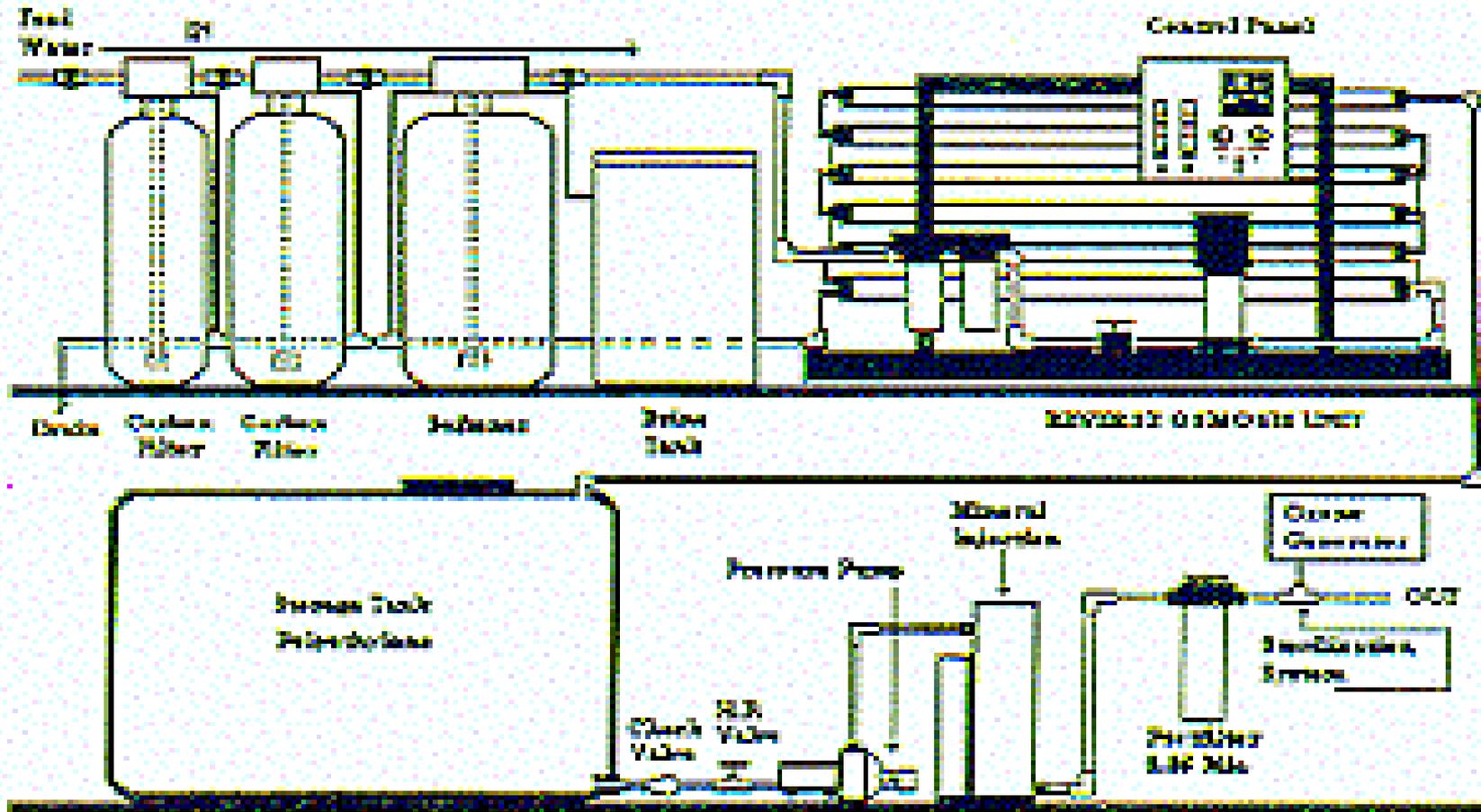
Separación	Fase inicial	Agente separación	Aplicación
Osmosis	Líquido	Membrana no porosa.	
Osmosis Inversa	Líquido	Membrana no porosa con gradiente presión	Desalinización agua mar
Diálisis	Líquido	Membrana porosa con gradiente presión	Recuperación de caústicos de hemicelulosa
Microfiltración	Líquido	Membrana microporosa con gradiente presión	Remoción bacterias del agua potable

Procesos de separación basados en Barreras

Separación	Fase inicial	Agente separación	Aplicación
Ultrafiltración	Líquido	Membrana microporosa con gradiente presión	Separación proteínas del queso
Pervaporación	Líquido	Membrana no porosa con gradiente presión	Separación mezclas azeotrópicas
Permeación de gas	Vapor	Membrana no porosa con gradiente presión	Enriquecimiento de hidrógeno

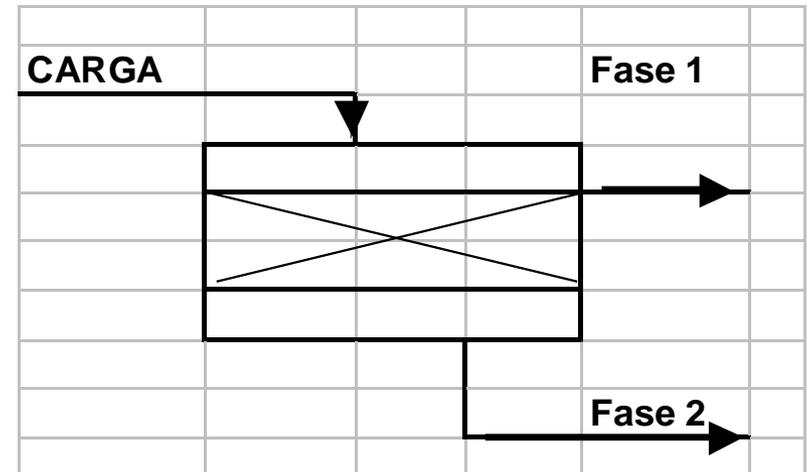
Osmosis Inversa

WATER PURIFICATION SYSTEM



Separación por Agente Sólido

- Se emplean agentes de separación de masa que son sólidos.
- Sólidos normalmente granulares actúan como soportes inertes para una capa delgada que actúa como adsorbente.
- El agente de separación suele saturarse con el elemento que adsorbe y se regenera o reemplaza periódicamente.



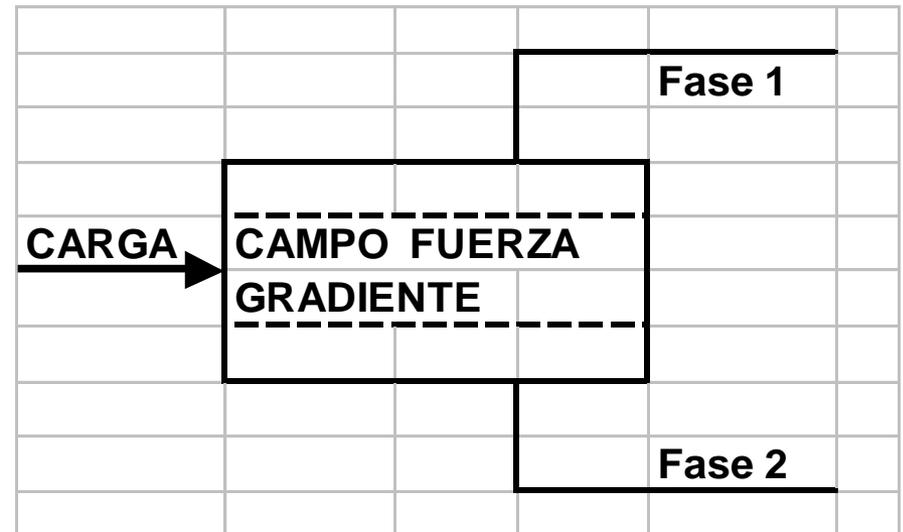
Procesos de separación basados en Agentes Sólidos

Separación	Fase inicial	Agente separación	Aplicación
Adsorción	Vapor Líquido	Adsorbente sólido	Purificación de para xileno
Cromatografía	Vapor Líquido	Adsorbente sólido o adsorbente líquido en un soporte sólido	Separación de isómeros de xileno del etil benceno
Intercambio iónico	Líquido	Resina con sitios iónicos activos	Desmineralización de agua



Separación por Campo de fuerza o gradiente

- Se emplean campos de fuerza externos
- Se aprovecha de las diferentes respuestas de iones y moléculas a las fuerzas y a los gradientes
- Se tiene: centrifugación, la difusión térmica, la electrólisis, electrodiálisis y la electrofóresis.



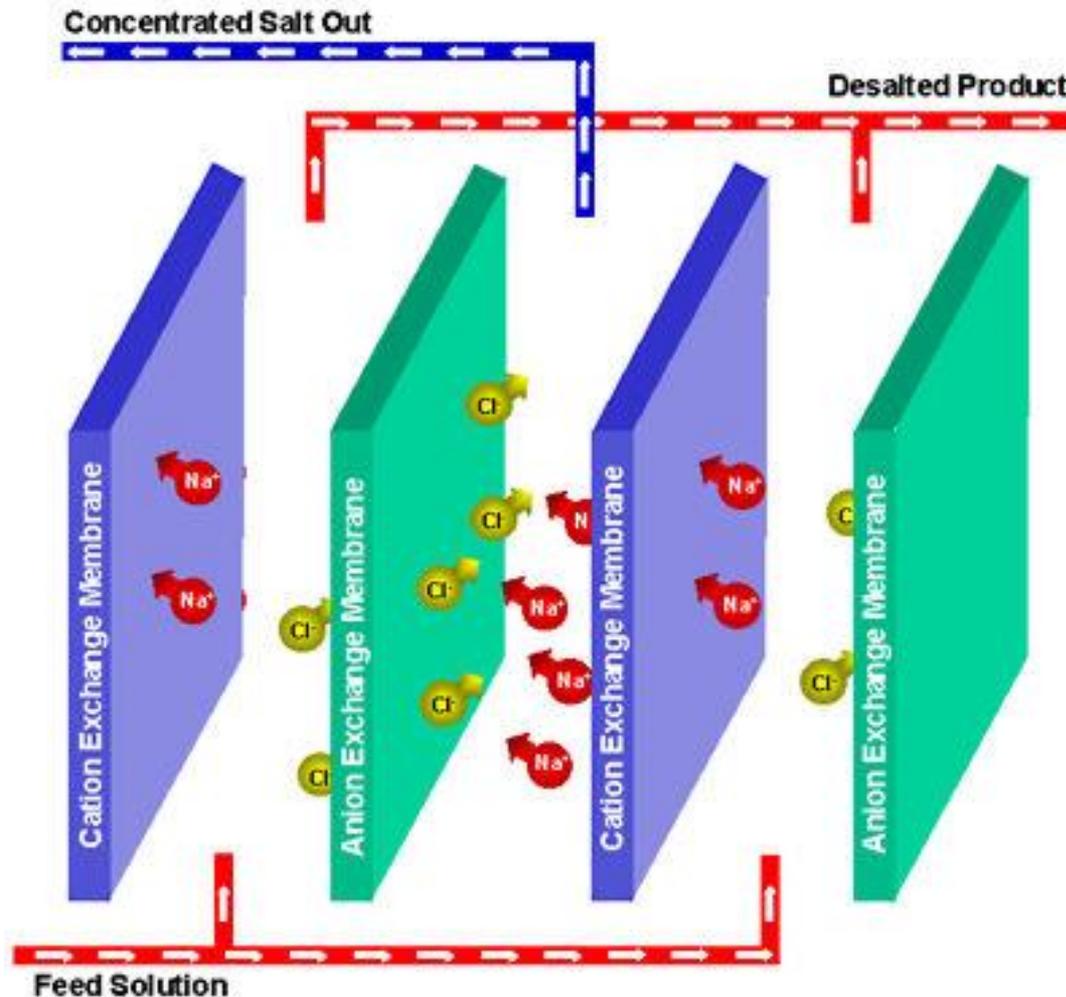


Procesos de separación basados campos de fuerzas y gradientes

Separación	Fase inicial	Agente separación	Aplicación
Centrifugación	Vapor	Campo fuerzas centrífugas	Separación isótopos uranio
Electrólisis	Líquido	Fuerza eléctrica	Concentración de agua pesada
Electrodialisis	Líquido	Campo eléctrico y membranas	Desalinización de agua de mar



Separación por campos externos y gradientes: electrodiálisis





Separación por campos externos y gradientes: electrodiálisis





Procesos de Separacion

Método Separacion	Fase Alimentacion	Agente Separación	Fase desarrollada o añadida	Principio Separación
Flasheo Equilibrium	L y/o V	Pressure reduction or heat transfer	V or L	Diferencia en volatilidad
Destilación	L y/o V	Transferencia o trabajo mecánico	V or L	Diferencia en volatilidad
Absorción de Gases	V	Absorbente Liquido	L	Diferencia en volatilidad
Stripping	L	Vapor de stripping (agente)	V	Diferencia en volatilidad
Destilación Extractiva	L y/o V	Solvente Liquid y transferencia calor	V and L	Diferencia en volatilidad
Destilación Azeotrópica	L y/o V	Entrainer Liquido y transferencia calor	V and L	Diferencia en volatilidad

Procesos de Separación

Método Separacion	Fase Alimentacion	Agente Separación	Fase desarrollada o añadida	Principio Separación
Extraccion Liquido Liquido	L	Solvente Liquido	Segundo liquido	Diferencia en solubilidad
Crystallization	L	Transferen. Calor	Solido	Diferencia en solubilidad o m.p.
Gas adsorption	V	Adsorbente Solido	Solido	Diferencia en adsorbilidad
Liquid adsorption	L	Adsorbente Solido	Solido	Diferencia en adsorbilidad
Membranes	L or V	Membrana	Membrana	Diferencia en permeabilidad y/o solubilidad

Procesos de Separacion

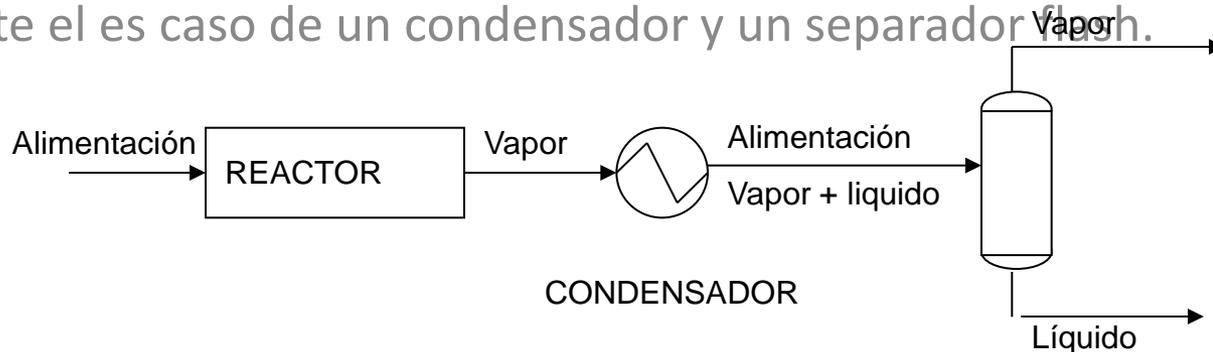
Método Separacion	Fase Alimentacion	Agente Separación	Fase desarrollada o añadida	Principio Separación
Extraccion Supercritica	L o V	Solvente Supercritico	Fluido Supercritico	Diferencia en solubilidad
Leaching	S	Solvente Liquid	L	Diferencia en solubilidad
Secado	S y L	Transferencia Calor	V	Diferencia en volatilidad



Selección de sistemas de separación

Una vez realizada la especificación inicial del reactor, se enfoca la atención en como separar los efluentes del reactor, y también podría necesitarse una o más etapas de separación antes del ingreso al reactor. Independientemente de eso, la separación debe ser realizada en etapas. La primera consideración es la selección del tipo de separador.

Si la mezcla a ser separada es homogénea, la separación sólo se puede realizar por la creación de otra fase dentro del sistema. Por ejemplo, si una mezcla gaseosa sale del reactor, se puede crear otra fase por condensación parcial. El vapor que resulte de la condensación parcial será más rico en componentes volátiles, mientras que el líquido será más rico en componentes menos volátiles. Este es el caso de un condensador y un separador flash.

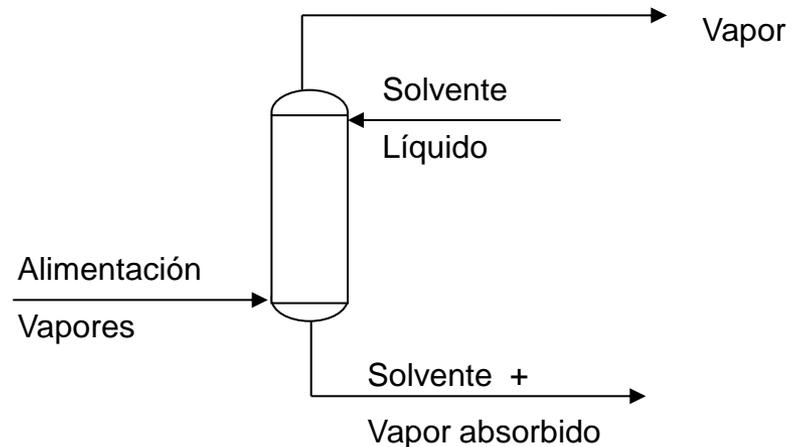




Selección de sistemas de separación

Una alternativa al esquema anterior consiste en añadir un solvente en fase líquida, el cual disolvería el o los componentes deseados de la mezcla gaseosa efluente del reactor. El equipo usado es un absorbedor.

En este caso se requiere de una etapa adicional de separación para recuperar el solvente que se recicla y tener el producto absorbido disponible para la siguiente etapa de separación.



Si la mezcla que sale del reactor es heterogénea o de múltiples fases, entonces se puede usar separación física explotando las diferencias en densidades entre las fases presentes. Esta separación de fases de una mezcla heterogénea debe ser realizada antes de una separación homogénea. Esta separación es sencilla y las más comunes son:

- Vapor – líquido
- Líquido – líquido (inmiscibles)
- Sólido – líquido
- Sólido – vapor
- Sólido - sólido

Criterios de Selección para los métodos de Separación

- **Desarrollo de un proceso de separación requiere selección de:**

Método de Separación

Energía o Masa como Agente de Transferencia Masa

Equipo Separación

Arreglo o secuenciamiento óptimo de los equipos

Optimización condiciones operativas

Criterios de Selección para los métodos de Separación

➤ **Método de separación.-** Para seleccionarlos debe considerarse en la condición de la alimentación

Mezclas de vapores se separan con condensación parcial, destilación, absorción, adsorción.

Mezclas de líquidos se separan con flasheos, destilación, stripping, extracción líquido- líquido, extracción Fluidos Supercríticos, cristalización, adsorción y/o osmosis inversa.

Sólidos se separan por secado o por leaching.

Criterios de Selección para los métodos de Separación

- **Factor Separación (SF).**- Se debe lograr en un proceso

$$SF = \frac{C_1^I / C_2^I}{C_1^{II} / C_2^{II}}$$

Si la Fase I debe ser rica componente 1 y Fase II debe ser rica en

componente 2 SF debe ser grande.

Para destilación SF es igual a la volatilidad relativa.

Los componentes 1 y 2 se seleccionan de manera que $SF > 1$.

Criterios de Selección para los métodos de Separación

Se debe evitar condiciones extremas que puedan requerir refrigeración o alcanzar temperaturas muy altas, o tener presiones muy altas o agregar MSA que requiera procesos adicionales para retirarlo luego (Ejemplo absorción gas natural).

En casos ideales SF es igual a relación de las Presiones de Vapor.

Para separaciones vapor líquido que emplean MSA que crean soluciones líquidas no ideales se requiere métodos complicados

Selección Proceso Separación

- © El factor de Separation, SF , define el grado de separación entre dos componentes claves (alimentación). SF en la separación de 1 de 2 entre las fases I y II, en una **etapa simple de contacto** es:

$$SF = \frac{C_1^I / C_2^I}{C_1^{II} / C_2^{II}}$$

C = composición variable,
I, II = fases ricas en
componentes 1 and 2. 1)

Selección Proceso Separación

$$SF = \frac{C_1^I / C_2^I}{C_1^{II} / C_2^{II}}$$

C = composición variable,
I, II = fases ricas en
componentes 1 and 2. 1)

© SF generalmente tiene limitaciones termodinámicas. En destilación empleando fracciones molares y considerando I fase vapor y II fase líquida, el valor límite de SF se da en términos del equilibrio Líquido-vapor como:

$$SF = \frac{y_1 / x_1}{y_2 / x_2} = \frac{K_1}{K_2} = \alpha_{1,2} \left(= \frac{P_1^s}{P_2^s} \text{ for ideal L and V} \right) \quad (2)$$

Selección Proceso Separación

© Para separaciones líquido –vapor que usan MSA que originan la formación de soluciones líquidas no ideales (e.g. destilación extractiva):

$$SF = \alpha_{1,2} = \frac{\gamma_1^L P_1^s}{\gamma_2^L P_2^s} \quad (4)$$

© Si el MSA se usa para crear 2 fases líquidas, como en la extracción líquido-líquido, SF se denomina selectividad relativa, β , donde

© :

$$SF = \beta_{1,2} = \frac{\gamma_1^{II} / \gamma_2^{II}}{\gamma_1^I / \gamma_2^I} \quad (5)$$

© En general, los MSAs para destilación extractiva y extracción líquido-líquido se seleccionan de acuerdo a su facilidad de recuperación para reciclo siempre que se tengan valores altos de SF .

Selección de sistemas de separación

Para la separación de Mezclas homogéneas de fluidos se suele emplear la Destilación.

Sus principales ventajas son:

- Habilidad de manejar un amplio rango de capacidades y productos
- La habilidad de manejar un amplio rango de concentraciones de alimentación
- La habilidad de producir una alta pureza de productos.

Sin embargo hay casos en los que la destilación no es muy ventajosa, y estos son los siguientes:

1. Separación de materiales de bajo peso molecular. Estos materiales son destilados a altas presiones, y normalmente requieren refrigeración lo cual incrementa sus costos prohibitivamente.

Selección de sistemas de separación

2. Separación de materiales sensibles al calor de alto peso molecular. En estos casos, se usa la destilación al vacío para reducir su punto de ebullición.
3. Separación de componentes de muy baja concentración. Si el componente existe en muy baja concentración en la alimentación la destilación no es una buena opción. La absorción y adsorción son mejores alternativas efectivas.
4. Separación de clases de componentes. Por ejemplo para separar una mezcla de alifáticos de una mezcla de aromáticos la destilación no es una buena alternativa porque ésta se basa en los puntos de ebullición y no en el tipo de componente a separar. Para estos casos la extracción líquido-líquido es más efectiva.

Selección de sistemas de separación

5. Mezclas con baja volatilidad relativa o que exhiben un comportamiento azeotrópico. La manera más común de manejar este caso es usar la destilación extractiva o la destilación azeotrópica.
6. Separación de un componente volátil de otro no volátil. Esta es una operación común que se realiza vía evaporación y secado.
7. Separación de mezclas de componentes condensables y no condensables. En estos casos, una condensación parcial, seguida de un separador simple de fase dan a menudo una buena separación.

Destilación

Cuando la destilación es el separador elegido, se debe decidir sobre las principales variables que afectan al diseño, de las cuales una de las principales es la presión.

A medida que la presión es incrementada:

- La separación se hace más difícil porque la volatilidad relativa disminuye (requiriendo mas platos o reflujo)
- El calor latente de vaporización disminuye (duties del condensador y rehervidor disminuyen)
- La densidad del vapor se incrementa, dando un diámetro de columna menor
- La temperatura del condensador se incrementa

Destilación

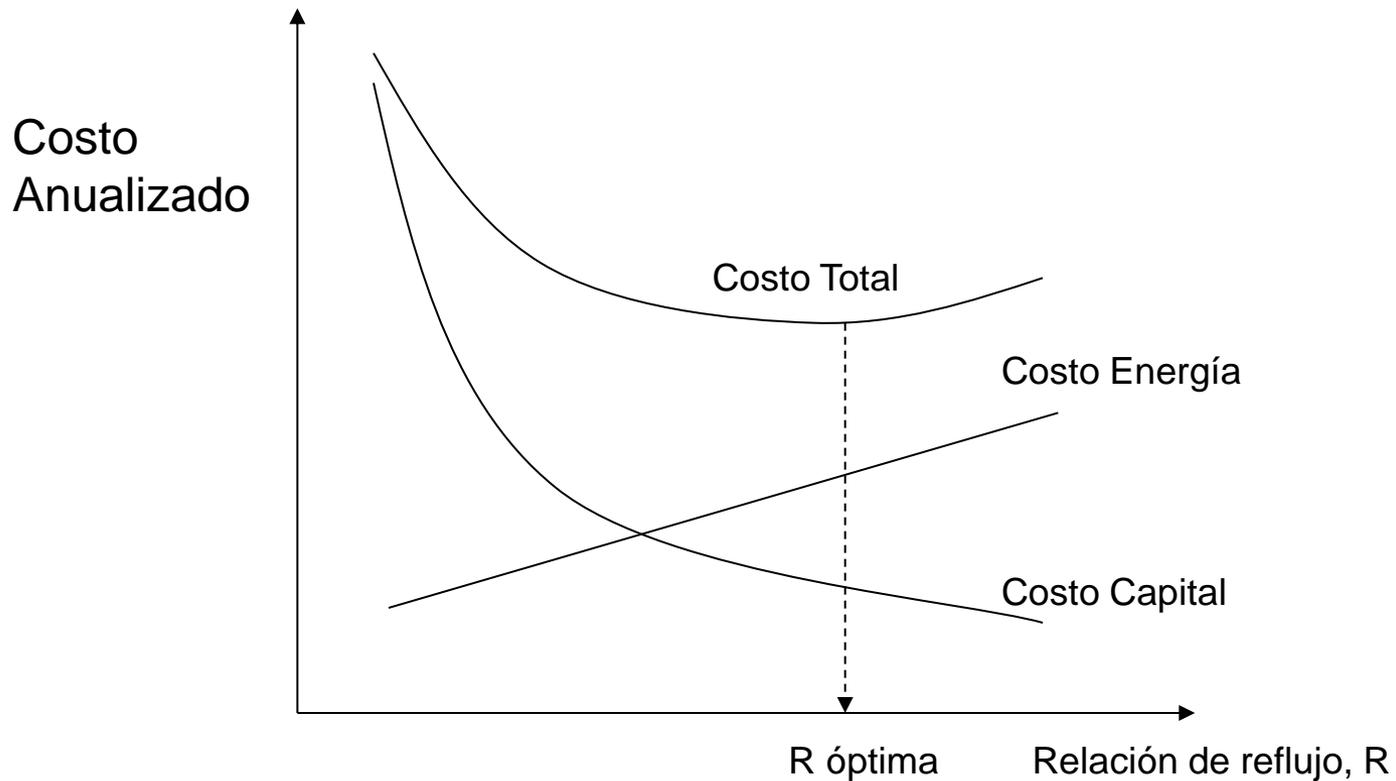
- La temperatura del rehervidor aumenta, con el límite fijado por descomposición térmica del material que se está vaporizando.

A medida que la presión disminuye estos efectos se invierten. El límite inferior es fijado para evitar la operación al vacío y el uso de refrigeración en el condensador.

Otra variable que requiere ser fijada es la relación de reflujo. Para un caso de una columna de destilación simple, existe un efecto opuesto entre los costos de energía y los costos de capital. A medida que la relación de reflujo se incrementa por encima de su valor mínimo, los costos de capital disminuyen (porque el número de platos teóricos disminuye desde un valor infinito) pero los costos de Energía aumentan debido a que se requiere más condensación y revaporización.

Destilación

Si anualizamos estos costos de energía y capital, tendremos la figura mostrada a continuación, donde se localiza la relación de reflujo óptima.



Destilación

La última variable de diseño que necesita fijarse antes de proceder con el diseño final es la condición de la alimentación. Si tenemos como alimentación un líquido sub-enfriado (debajo del punto de burbuja):

- Disminuye el número de platos en la zona de rectificación pero los incrementa en la zona de agotamiento.
- Requiere más calor en el rehervidor pero menos enfriamiento en el condensador

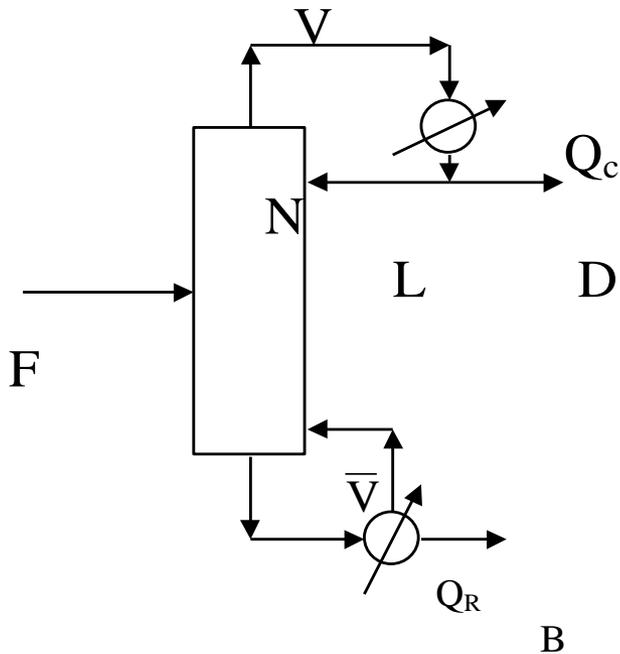
Una alimentación parcialmente vaporizada invierte estos efectos.

Para una separación dada, las condiciones de la alimentación puede ser optimizada, pero en la etapa inicial de diseño no debe hacerse, debido a que la integración de calor podría cambiar estas condiciones.

Destilación Multicomponentes

- Dificultades de cálculo
 - Ni el destilado ni los fondos están completamente especificados.
- Componentes Claves (Key components)
 - Son componentes que tienen su recuperación fraccional en tope y fondos especificados.
 - Clave Ligero (CL) (Light Key (LK))
 - Clave Pesado (CP) (Heavy Key (HK))
- Componentes no – claves (NK)
- No Claves (NK)
 - No Clave Ligero (LNK)
 - No Clave Pesado (HNK)

Destilación Multicomponentes



$$F = B + D \quad \text{eqn. 1}$$

$$z_i F = x_{i,\text{bot}} B + x_{i,\text{dist}} D \quad i = 1, 2, \dots, c$$

eqn. 2

$$Fh_F + Q_c + Q_R = Bh_B + Dh_D \quad \text{eqn. 3}$$

$$\sum_{i=1}^c x_{i,\text{dist}} = 1.0 \quad \text{eqn. 4}$$

$$\sum_{i=1}^c x_{i,\text{bot}} = 1.0 \quad \text{eqn. 5}$$



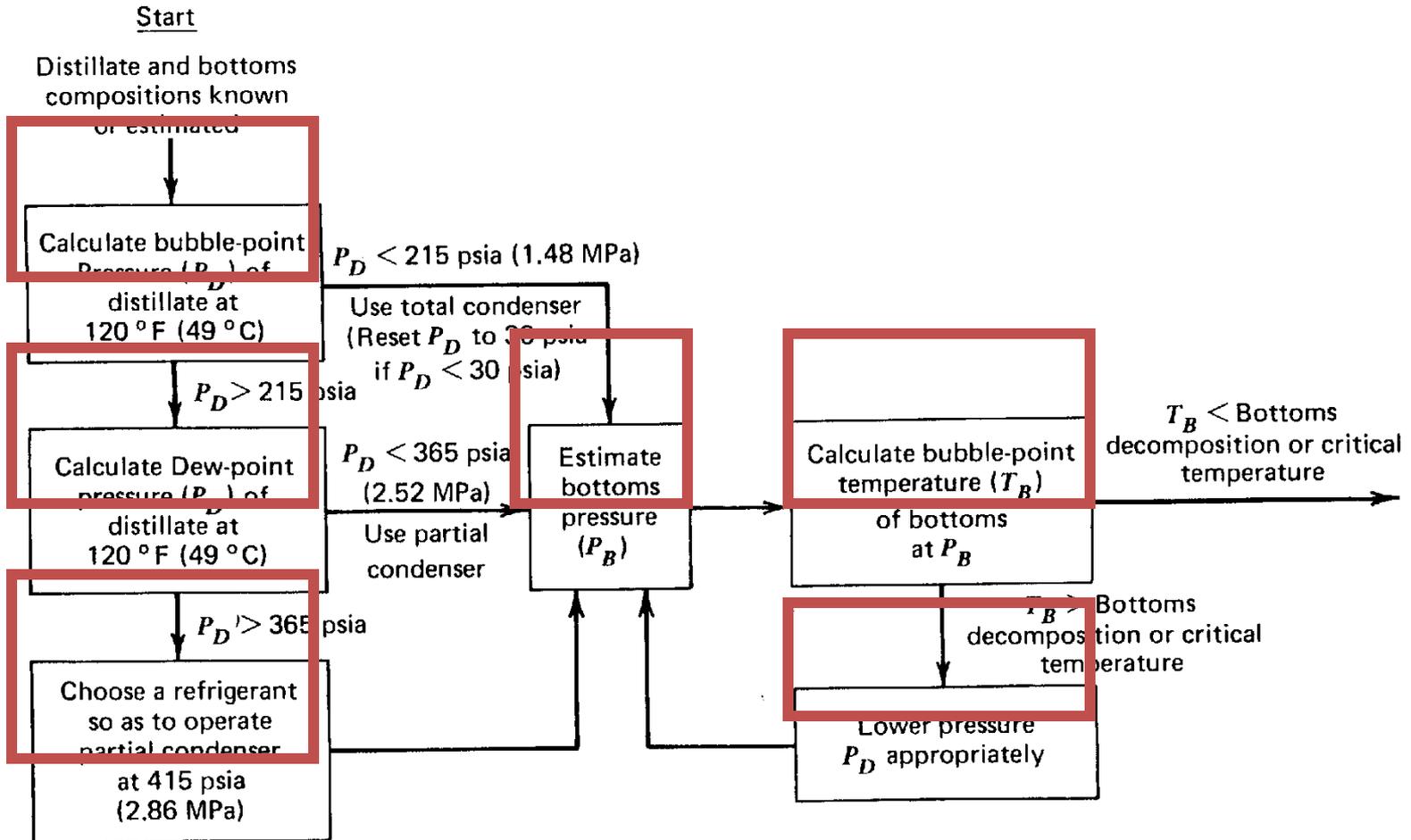
Destilación Multicomponentes

Secuenciamiento Columnas Destilacion

Emplee Destilación para separar mezclas multicomponentes siempre que:

- © α por columna > 1.05 .
- © El duty del rehervidor no sea excesivo.
- © La presión de la torre no haga que se llegue a T_C (mezcla)
- © La caída de presión torre sea tolerable (a vacío)
- © El vapor de tope se pueda al menos condensar parcialmente a $P_{columna}$ para dar reflujo sin mucho uso de refrigeración.
- © Temperatura fondos no sea tan alta que exista degradación.
- © Los Azeótropos no eviten la separación.

Algoritmo para seleccionar Presion y Tipo Condensador



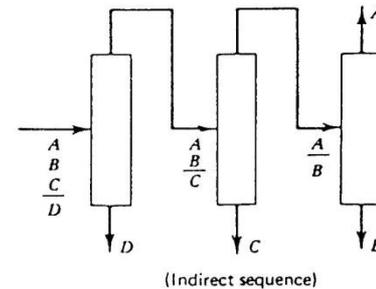
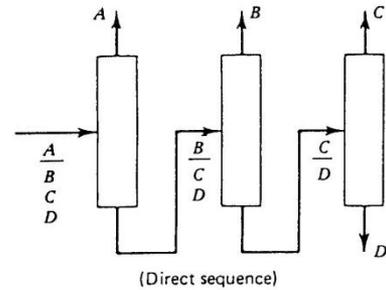
Número de secuencias para Destilacion Ordinaria

Numero de secuencias diferentes de $P - 1$ columnas de distillation (OD), N_s , para producir P productos:

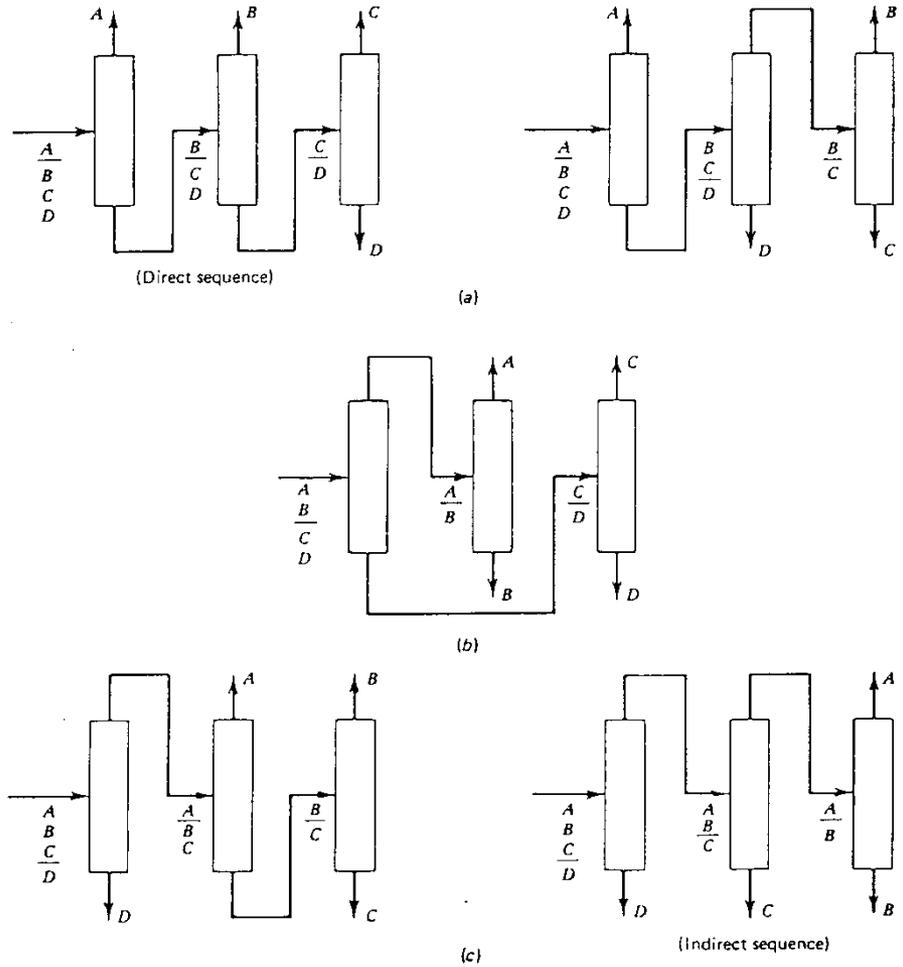
$$N_s = \frac{[2(P-1)]!}{P!(P-1)!} \quad (6)$$

P	# of Separators	N_s
2	1	1
3	2	2
4	3	5
5	4	14
6	5	42
7	6	132
8	7	429

Ej. 2 – Secuencias para separación de 4-componentes



Ej. 2 – Secuencias para separación de 4- componentes



Mejores Secuencias con Heuristicos

- ❶ Retire compuestos termicamente inestables, corrosivos o reactivos temprano en la secuencia.
- ❷ Retire los productos finales, uno por uno, como destilados (secuencia directa).
- ❸ En las secuencias de separación busque retirar primero aquellos componentes con el mayor % molar en la carga.
- ❹ Secuencia la separación en orden decreciente de volatilidad relativa de manera que las separaciones difíciles ocurran en ausencia de otros componentes..
- ❺ Deje al final aquellas separaciones que dan los productos con mayor pureza.
- ❻ Favorezca aquellas separaciones que dan cantidades equimolares de destilados y fondos en cada columna. Así la carga del rehervidor no será excesiva.

Secuencias de Separación Vapor Liquido

- Cuando no resulta práctica la destilación para separar multicomponentes se deben emplear otros métodos y el orden de volatilidad u otro índice de separación puede ser diferente.
- Si hay separadores de dos productos y T es el número de tipos diferentes, el número de secuencias posibles es:

$$N_s^T = T^{P-1} N_s \quad (8)$$

- Ejemplo, si $P = 3$, y se usa destilación, destilación extractiva con solvente I o solvente II, y se considera extracción Líquido Líquido con solvente III, $T = 4$, and aplicando las reglas tenemos 32 secuencias posibles (Para distillation sola, $N_s = 2$).

Ejemplo

Adjacent Binary Pair	α_{ij} at 65.5 °C
Propane/1-Butene (A/B)	2.45
1-Butene/ <i>n</i> -Butane (B/C)	1.18
<i>n</i> -Butane/ <i>trans</i> -2-Butene (C/D)	1.03
<i>cis</i> -2-Butene/ <i>n</i> -Pentane (E/F)	2.50

- © Splits A/B y E/F solo por destilación OD ($\alpha \approx 2.5$)
- © Split C/D no con OD ($\alpha = 1.03$). Split B/C is posible, pero puede haber método alternativo.
- © Emplee furfural al 96% como solvente. ED aumenta las volatilidades de las parafinas de las olefinas, se invierte la volatilidad entre 1-Butene and *n*-Butano, alterando el orden de separación a ACBDEF, con $\alpha_{C/B} = 1.17$. También split (C/D)_{II} con $\alpha = 1.7$, debe usarse en lugar de OD.
- © Por lo tanto, splits que deben considerarse, con la prohibición de otros son: (A/B...)_I, (...E/F)_I, (...B/C...)_I, (A/C...)_I, (...C/B...)_{II}, and (...C/D...)_{II}

Estimando Costos Anualizados C_A

Para cada separación, C_A se estima asumiendo una recuperación del 99 mol % del clave ligero en el destilado y 99 mol % del clave pesado en los fondos. Se tienen los siguientes pasos:

- 1 Fije las presiones de tope y fondo de la columna con 
- 2 Estime el número de platos y la relación reflujo por FUG (e.g., using Design "Shortcut Column").
- 3 Seleccione el espaciamiento de platos (típico 2 ft.) y calcule H columna.
- 4 Calcule el diámetro torre, D (use correlación Fair, o el Chemcad).
- 5 Estime el costo de la torre.
- 6 Dimensione el equipo auxiliar (condensador, rehervidor, drum de reflujo). Halle el capital total de inversión, C_{TCI} .
- 7 Calcule los costos anuales de calentamiento y enfriamiento. (COS).
- 8 Calcule C_A asumiendo ROI (típicamente $r = 0.2$). $C_A = COS + r C_{TCI}$