



DESTILACION

La destilación se define como:

Un proceso en el cual una mezcla de dos o mas sustancias se separa en sus fracciones componentes de pureza deseada por la aplicación y remoción de calor.

Se basa en el hecho de que el vapor de la mezcla en ebullición se enriquece en el componente mas volátil, es decir en los de menor punto de ebullición.

La destilación es importante por:

1. Es una de la técnicas mas comunes de separación
2. Consume gran cantidad de energía
3. Los costos contribuyen al 50% de los costos de operación de la planta.



DESTILACION

PRINCIPIOS DE LA DESTILACION:

La separación de los componentes de una mezcla depende de la diferencia en los puntos de ebullición, también depende de la concentración de los componentes presentes, la mezcla liquida tendrá diferentes características de puntos de ebullición, además el proceso de destilación dependerá de la presión de vapor de los componentes de la mezcla.

Presión de vapor:

La presión de un liquido en particular es la presión de equilibrio que ejercida por las moléculas que entran y salen de la superficie liquida.

PRINCIPIOS DE DESTILACION

- La energía aumenta la presión de vapor
- La presión de vapor esta relacionada con la ebullición
- Se dice que un liquido ebulle cuando su presión de vapor iguala a la de los alrededores
- Los líquidos con elevadas presiones de vapor (líquidos volátiles) ebullen a bajas temperaturas.
- La presión de vapor y por tanto el punto de ebullición de una mezcla liquida depende de las cantidades relativas de los componentes en la mezcla.
- La destilación ocurre debido a la diferencia en la volatilidad de los componentes en la mezcla liquida.

VOLATILIDAD RELATIVA

Es una medida de las diferencias en volatilidad entre dos componentes, y por lo tanto entre sus puntos de ebullición.

Esta indica que tan fácil o difícil es efectuar una separación. La volatilidad relativa del componente "i" respecto al componente "j" se define como:

$$a_i = \frac{\frac{y_i}{x_i}}{\frac{y_j}{x_j}}$$

Donde: y_i : fracción mol del componente i en el vapor

x_i : fracción mol del componente i en el liquido

Por tanto si la volatilidad relativa de los componentes es cercana a uno, esto significa que su presión de vapor es muy similar y por lo tanto también sus puntos de ebullición son similares lo que indica que es muy difícil separar esos componentes por destilación.

Diagrama de Puntos de Ebullición

Muestra como la composición de los componentes en la mezcla líquida varía con la temperatura a una presión fija.

Se tiene el siguiente diagrama para el caso de una mezcla binaria (2 componentes):

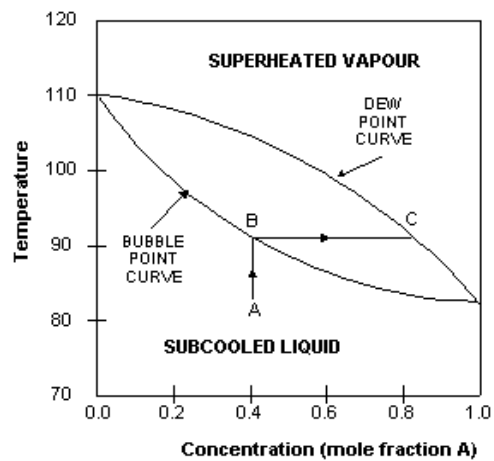




Diagrama de Puntos de Ebullición

En el diagrama:

El punto de ebullición de A es aquel en el cual la fracción mol de A es igual a uno, El punto de ebullición de B es aquel en el cual la fracción molar de A es igual a cero.

La curva superior se le denomina la curva de rocío (dew curve) y la inferior es la curva de burbuja (bubble curve).

El punto de burbuja (bubble point) es el punto en el cual se forma la primera burbuja de vapor por calentamiento a presión constante.

El punto de rocío es aquel en el cual se forma la primera gota de liquido por enfriamiento a presión constante.

La región por encima de la curva de rocío es la región de vapor sobrecalentado y la región por debajo es la región de liquido subenfriado.



EQUILIBRIO LIQUIDO VAPOR

Las columnas de destilación se diseñan basadas en las propiedades de puntos de ebullición de los componentes en la mezcla. Por lo tanto el tamaño de las columnas de destilación depende de los datos y del comportamiento liquido vapor de la mezcla.

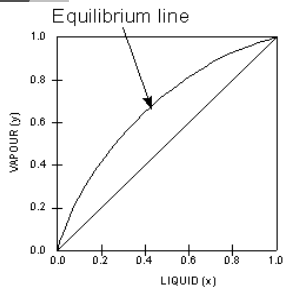
Curvas de equilibrio liquido vapor:

Los datos de equilibrio liquido vapor son obtenidos por el diagrama de puntos de ebullición. Estos datos a menudo se presentan en forma grafica.

Las graficas de equilibrio liquido vapor expresan el punto de burbuja y el punto de rocío de una mezcla binaria a presión constante.

La línea curva se denomina la línea de equilibrio y describe la composición del liquido y vapor en equilibrio a una presión fija. VER FIGURA:

EQUILIBRIO LIQUIDO VAPOR

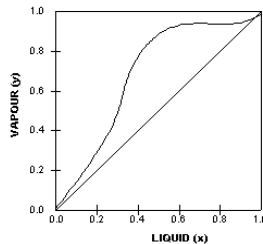
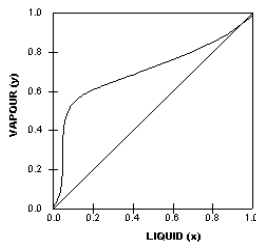


La grafica típica muestra una mezcla binaria de fácil separación. Puede observarse la línea curva (línea de equilibrio). Esta línea representa el equilibrio entre vapor y el líquido para una mezcla esencialmente ideal, es decir que cumple con la Ley de Raoult.

Ver figura siguiente

Algunos sistemas exhiben un comportamiento mas complicado, es decir se desvían demasiado del comportamiento ideal. Estas desviaciones se deben a las interacciones entre los componentes de la mezcla, es decir componentes de diferente naturaleza química.

EQUILIBRIO LIQUIDO VAPOR



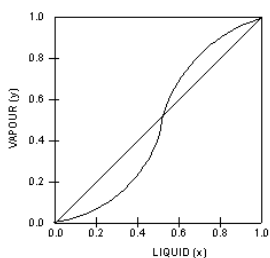
Estos sistemas exhiben un comportamiento no ideal, y son mezclas mucho mas difíciles de separar.

EQUILIBRIO LIQUIDO VAPOR

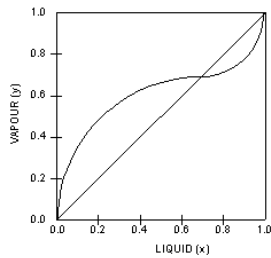
Hay sistemas en los cuales el comportamiento es altamente no ideal, tales sistemas se denominan sistemas azeotrópicos.

Un azeótropo es una mezcla líquida la cual cuando se vaporiza produce la misma composición que el líquido.

Las dos graficas a continuación muestran dos sistemas azeotrópicos diferentes, en ambas curvas la línea de equilibrio cruza la diagonal en un punto, tal punto es el punto azeotrópico, es decir representa el azeótropo.



Maximum Boiling Point



Minimum Boiling Point

EQUILIBRIO LIQUIDO VAPOR

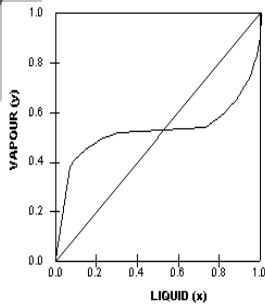
Las dos graficas anteriores fueron obtenidas de un sistema azeotrópico homogéneo.

Un azeótropo que contiene un líquido en contacto con un vapor se dice que es un azeótropo homogéneo. Un azeótropo no se puede separar por destilación convencional, en tales casos se hace recomendable disminuir la presión o añadir un tercer componente a la mezcla para así lograr romper el azeótropo y poder destilar, tal destilación se denomina destilación azeotrópica cuando el tercer componente aparece en el tope de la columna y destilación extractiva cuando el tercer componente aparece en el fondo de la columna.

Puede darse el caso de un sistema aun mas complicado, como un azeótropo heterogéneo, es decir un azeótropo donde existen dos fases líquidas inmiscibles en equilibrio con un vapor.

La curva se muestra a continuación:

EQUILIBRIO LIQUIDO VAPOR



En este caso el azeotropo heterogéneo puede identificarse por la porción plana de la curva de equilibrio.

Ellos deben ser separados en dos columnas puesto que estas sustancias usualmente forman dos fases líquidas con una amplia diferencia en composición

EQUIPO BASICO DE DESTILACION

Las columnas de destilación constan de diferentes componentes, cada uno de los cuales es utilizado con el fin de mejorar la transferencia de materia y energía entre las fases en contacto.

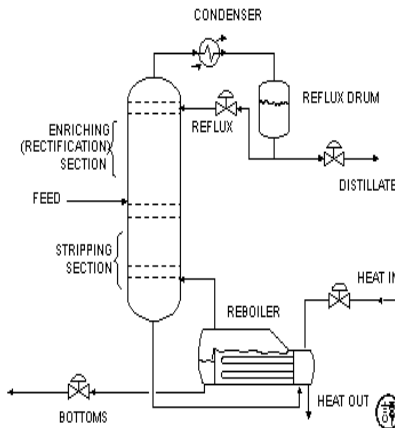
Una columna consta de los siguientes componentes:

- Una coraza cilíndrica en la cual va a ocurrir la separación.
- Componentes internos, tales como platos o empaques.
- Un rehervidor para suministrar el calor necesario para vaporizar los componentes.
- Un condensador para enfriar y condensar los vapores que salen del tope de la columna.
- Un tambor de reflujo para almacenar el condensado que va a regresar a la columna.

Dentro de la coraza cilíndrica se encuentran los internos de la columna.

EQUIPO BASICO DE DESTILACION

Veamos una figura representativa de un proceso de destilación:



EQUIPO BASICO DE DESTILACION

Terminología de la operación:

La mezcla líquida que se va a procesar se conoce como la alimentación (the feed), y esta se introduce en alguna posición intermedia en la columna que no necesariamente es justo la mitad.

El punto de la columna en el cual se introduce la alimentación se conoce como el plato de alimentación (feed tray).

El plato de alimentación divide la columna en dos secciones, la que está por encima del plato de alimentación hasta el tope de la columna que se conoce como la sección de enriquecimiento o de rectificación (enriching or rectification) y la que está por debajo del plato de la alimentación hasta el fondo que es la sección de despojamiento (stripping).

La alimentación fluye hacia abajo en la columna y llega hasta el rehervidor (reboiler).

El calor se suministra en el rehervidor para generar vapor.

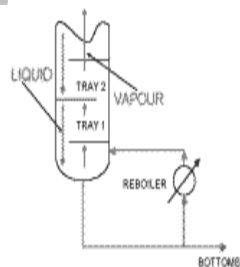
EQUIPO BASICO DE DESTILACION

El liquido removido del fondo de la columna se conoce como el producto de fondo. (bottoms).

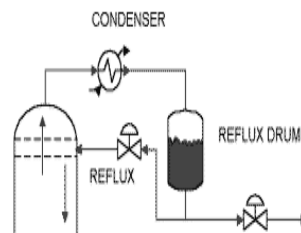
El vapor asciende por la columna hasta llegar al tope donde se encuentra el condensador (condenser). El condensado liquido es almacenado en un tambor conocido como tambor de reflujo (reflux drum), donde una parte se regresa a la columna (el reflujo o reflux) y la otra se obtiene como producto de tope o destilado.

Es decir que dentro de la columna hay flujos ascendentes de vapor y flujos descendentes de liquido.

Veamos en la siguiente figura la sección del fondo y tope de la columna.



FONDO



TOPE

EQUIPO BASICO DE DESTILACION

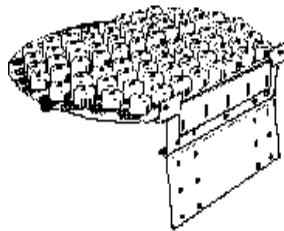
INTERNOS DE LA COLUMNA

Platos y empaques

Dentro de la columna puede haber platos o empaques para ayudar a mejorar la transferencia de materia entre las fases.

Los tipos mas comunes de internos son:

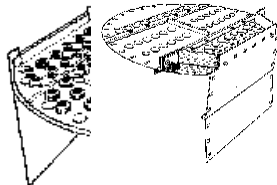
Platos de cachuchas de burbujeo



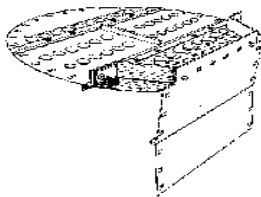
EQUIPO BASICO DE DESTILACION

INTERNOS DE LA COLUMNA

Platos de válvulas:



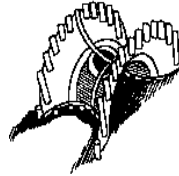
Platos perforados:



EQUIPO BASICO DE DESTILACION

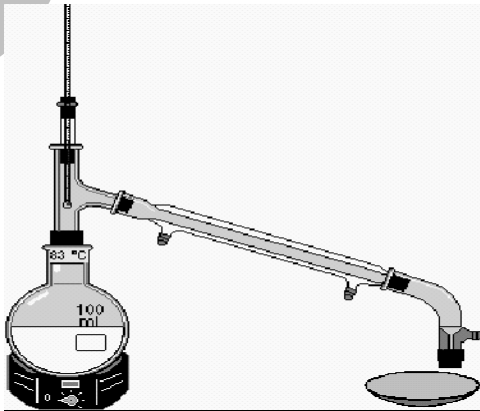
INTERNOS DE LA COLUMNA

Empaques: Son diseñados para aumentar el área interfacial de contacto entre el vapor y el líquido.



EQUIPO BASICO DE DESTILACION

A escala de laboratorio se tiene:





DESTILACION POR ARRASTRE DE VAPOR

Utilizada para la destilación de esencias. El principio físico es muy simple:

Cuando se tiene una mezcla de dos líquidos inmiscibles la presión total no depende de la composición y vendrá dada por la suma de la presión de vapor de cada líquido.

La mezcla ebulle a una temperatura menor que la de los dos líquidos puros. La explicación a esto está en que las incompatibilidades de los dos líquidos hacen que formen un azeótropo mínimo.

Esto es una gran ventaja ya que utilizando agua se puede destilar compuestos orgánicos de alto punto de ebullición (de baja presión de vapor) a una temperatura menor de 100 Celsius, el requisito es que el compuesto sea inmiscible con agua.

Esto evita tener que calentar estos compuestos orgánicos a altas temperaturas y por lo tanto impide su descomposición.



DESTILACION POR ARRASTRE DE VAPOR

En la destilación por arrastre con vapor de agua, la muestra vegetal generalmente fresca y cortada en trozos pequeños, es encerrada en una cámara inerte y sometida a una corriente de vapor de agua sobrecalentado, la esencia así arrastrada es posteriormente condensada, recolectada y separada de la fracción acuosa.

Esta técnica es muy utilizada especialmente para esencias fluidas, especialmente las utilizadas para perfumería.

Se utiliza a nivel industrial debido a su alto rendimiento, la pureza del aceite obtenido y porque no requiere tecnología sofisticada.

Agua para usos farmacéuticos

Métodos de obtención de agua para usos farmacéuticos

A partir del agua normal potable y en función de sus características fisicoquímicas se utilizan distintos métodos para obtener agua purificada.

En primer lugar se hace un tratamiento de dureza (limpieza de iones calcio y magnesio presentes en el agua).

Otro proceso importante es la destilación.

La destilación es un proceso de fundamental importancia en la producción de agua para uso farmacéutico, especialmente cuando el agua esta destinada a la fabricación de inyectables.

La destilación, como ya vimos es una operación en la que es posible separar por evaporación los componentes de una mezcla, en el caso del agua será la separación del agua pura de los sólidos disueltos.

A nivel industrial se utilizan tres sistemas para la obtención de agua destilada:

Agua para usos farmacéuticos

1. Destilador de efecto simple
2. Destilador de doble efecto
3. Destilador por termocompresión

Generalmente los destiladores se alimentan con agua previamente desmineralizada en la mayoría de los casos, para evitar la formación de depósitos calcáreos.

1. **Destilación por efecto simple:**

El agua se evapora por calentamiento y posteriormente se condensa. El aparato consta de:

- a.- El evaporador. Se alimenta a nivel constante con agua desmineralizada y se calienta mediante resistencias eléctricas protegidas con cuarzo o vapor de agua sobrecalentado.
- b.- El condensador o refrigerante:

En el se condensan los vapores.

Ambos aparatos son de acero inoxidable o de vidrio neutro para evitar la cesión de impurezas al agua que se destila.

Agua para usos farmacéuticos

AGUA PARA INYECTABLES:

El agua de uso farmacéutico destinada a la preparación de inyectables puede ser:

- Agua para preparaciones inyectables en general
- Agua esterilizada para preparaciones inyectables.

El agua para preparaciones inyectables a granel es aquella que se utiliza como vehículo para la preparación de estas formas farmacéuticas.

El agua esterilizada para preparaciones inyectables es el agua que se utiliza para disolver o diluir sustancias o preparaciones inyectables antes de su utilización.

Estos tipos de agua se pueden obtener a partir de agua destilada. En todos los casos el agua debe estar exenta de pirógenos. La materia orgánica presente en el agua procedente de la contaminación microbiana es la causa de la presencia de pirógenos en la misma. Estas sustancias inducen la aparición de fiebre cuando se administra por vía intravenosa o intramuscular.

Agua para usos farmacéuticos

AGUA PARA INYECTABLES

Para garantizar agua apirogena, el agua destilada debe mantenerse continuamente a una temperatura elevada de 70-80 grados Celsius como mínimo hasta su utilización.

Almacenamiento del agua:

Una vez obtenida el agua debe almacenarse en condiciones adecuadas según el tipo de agua que se trate.

Cuando se trata de agua para inyectables, debe tenerse en cuenta el carácter apirogenico de la misma. Cuando se recoge el agua sin contenido microbiano, ha de procurarse que esta no se contamine pues aunque con tratamiento posterior se puede esterilizar, quedarían residuos orgánicos, germen de la producción de pirógenos.

Por este motivo el agua para inyectables se almacena en calderas o tanques especiales de acero inoxidable que permiten la recirculación continua del agua y a una temperatura de 70 grados Celsius.