

INGURUMEN INGENIARITZAKO GRADUA
GRADU AMAIERAKO LANA

***DESTILAZIO JARRAITUAREN IKASKETA
PROZESUA: ESKUZKO EBAZPENETIK
ABIATUTA, SIMULAZIO BIDEZ ETA PLANTA
PILOTO AUTOMATIZATU BITARTEZ
BURUTURIKO KALKULUETARA***

Ikaslea: Linaza Ganboa, Ander
Zuzendaria : Agirre Arisketa, Ion

Ikasturtea: 2018-2019

Data: Bilbon, 2019 uztailaren 22an

LABURPENA / RESUMEN / ABSTRACT

Gradu amaierako lan honetan destilazio prozesu baten ikasketa burutu da maila teorikotik hasita, esperimentaziora heldu arte. Destilazioa industrian nahaste likido bateko konposatuak bereizteko gehien erabiltzen den oinarritzko eragiketa da. Industria adibiderik argiena petrolio findegiena da, destilazioan oinarriturik erregai/konposatu ezberdinak lortzen direlarik.

Lan honen bidez destilazioaren inguruko jakintza barneratzeko ikasketa burutzen da, maila teorikotik abiatuz, planta pilotu automatiko bat erabiltzeraino simulazio bidezko kalkuluetatik pasata. Oinarritzat etanol-ur nahastea erabili da, bertan errefluxutasa, elikadura etapa, elikadura tenperatura eta karga galera parametroen efektua aztertu delarik. Parametro guztiak aztertuta prozesuaren balantzeak egin daitezke, simulazio bidez lortutako emaitzak eta irakingailu eta kondentsagailuan egindako energia balantzeekin alderatzeko.

Laborategian guztiz automatizatuta eta ordenagailu bidez kontrolatzen den planta pilotua erabili da, non PID kontrolagailu diferentzialen portaera aztertu daitekeen. Graduan zehar ikasitako masa eta energia balantzeak eta likido-lurrun orekak praktikan jarri dira destilazioaren nondik norakoa ezagutzeko planta pilotutik lortzen diren laginak aztertuz.

En este Trabajo de Fin de Grado (TFG) se ha llevado a cabo el estudio de un proceso de destilación, empezando desde el nivel teórico hasta llegar a la experimentación. En la industria, la destilación es la operación básica más utilizada para separar los componentes de una mezcla líquida. El ejemplo más claro es el de las refinerías de petróleo, en las que basándose la destilación se obtienen distintos carburantes.

Este trabajo tiene como fin interiorizar los conocimientos sobre la destilación, partiendo de un nivel teórico hasta utilizar una planta piloto automatizada y simulación. A modo de base se ha utilizado una mezcla de etanol-agua, y en ellas se ha estudiado el efecto de los siguientes parámetros: tasa de reflujo, etapa de alimentación, temperatura de alimentación, pérdida de carga. Una vez analizados todos los parámetros se pueden hacer balances, para compararlos con los resultados obtenidos por simulación y los balances de energía obtenidos en el hervidor y en el condensador.

En el laboratorio se ha utilizado una planta piloto controlada por ordenador y totalmente automatizada, donde se puede observar el comportamiento de los distintos controladores PID. Se han puesto en práctica los conocimientos obtenidos a lo largo del grado en balances de masa y energía, y equilibrios líquido-vapor para conocer el proceso de destilación gracias a las muestras que se extraen de la planta piloto.

This paper poses an experimental study of a distillation process. Distillation is one of the most used unit operations in industry to separate different components in a liquid mixture. The clearest industrial example is the one of oil refineries, by using distillation it is possible to obtain different combustibles.

A learning process has been developed in distillation. Starting from theoretical background, experimental and simulation based work has been carried out. Ethanol-water binary mixture has been chosen as the mixture to be separated and the effect of the variation of the following parameters was studied: reflux ratio, feed-stage location, feed temperature, pressure drop... Once all the parameters were analyzed the process mass and energy balance was carried out. ,

A fully automatic lab-scale pilot plant was used in the experimental part. It allows observing the behavior of the different PID controllers, analyze the samples that are extracted from the plant and understand the distillation process. This work allowed putting into practice the mass and energy balances and the liquid-vapor equilibrium studied along the degree.

AURKIBIDEA

1. MEMORIA

- 1.1. Sarrera
- 1.2. Testuingurua
- 1.3. Lanaren helburuak eta irismena
- 1.4. Lanak dakartzan onurak

2. LANERAKO ERABILITAKO METODOLOGIA

- 2.1. Eginbeharrekoen deskribapena, faseak, ekipoak eta prozedurak
- 2.2. Funts teorikoa
- 2.3. Gantt-en diagrama
- 2.4. Kalkuluak, algoritmoak

3. ALDERDI EKONOMIKOAK

- 3.1. Aurrekontua

4. ONDORIOAK

5. BIBLIOGRAFIA

6. ERANSKINAK

- 6.1. Kalkuluak

TAULEN, IRUDIEN ETA GRAFIKOEN ZERRENDA

TAULAK

1. Taula: Gantt-en kronograma.
2. Taula: Elikadura zuzenaren balioak.
3. Taula: Kirkibide emaitzak.
4. Taula: Akashah emaitzak.
5. Taula: Kirkibide emaitzak.
6. Taula: Akashah emaitzak.
7. Taula: RADFRAC zutabeko diseinu parametroak.
8. Taula: OUTPUT eta errefluxu balioak.
9. Taula: Kalibrazio kurbako patroiak.
10. Taula: Giro tenperaturan errefluxu tasaren aldaketaren emaitzak.
11. Taula: Giro tenperaturan karga galeren aldaketaren emaitzak.
12. Taula: Giro tenperaturan elikadura puntuaren aldaketaren emaitzak.
13. Taula: Burbuila tenperaturan errefluxu tasaren aldaketaren emaitzak.
14. Taula: Burbuila tenperaturan karga galeren aldaketaren emaitzak.
15. Taula: Burbuila tenperaturan elikadura puntuaren aldaketaren emaitzak.
16. Taula: Saiakera onenaren emaitzak moletan.
17. Taula: Aspen-eko eta laborategiko emaitzak.
18. Taula: Barne orduak.
19. Taula: Amortizazioak.
20. Taula: Gastuak.
21. Taula: Aurrekontua.
22. Taula: Saiakeretan ortutako emaitzak.
23. Taula: Planta pilotuko eta simulatzaileko errefluxu tasa McCabe Thielen sartuta lortutako emaitzak.

IRUDIAK

1. Irudia: Laborategi mailako planta ez-jarraitua.
2. Irudia: Flash destilazioaren eskema.
3. Irudia: Destilazio zatikatuaren eta platerrezko dorrearen eskemak.
4. Irudia: Doitze eremuko eskema.
5. Irudia: Agortze eremuko eskema.
6. Irudia: Elikadura fase ezberdinak.
7. Irudia: Doitze-eremuko zuzenaren adierazpena likido-lurrin diagraman.
8. Irudia: Agortze-eremuko zuzenaren adierazpena likido-lurrin diagraman.
9. Irudia: Elikaduraren egoera ezberdinak.
10. Irudia: Errefluxu maximoa eta etapa kopuru minimoa.
11. Irudia: Errefluxu minimoaren adierazpen grafikoa.
12. Irudia: Nahaste azeotropikoen oreka kurbak eta operazio lerroak.
13. Irudia: DSTWU destilazio zutabea.
14. Irudia: Carlson-en algoritmoa metodo aukeraketarako.
15. Irudia: RADFRAC destilazio zutabea.
16. Irudia: Planta pilotuaren eskema.
17. Irudia: Ordenagailu softwarearen kontrol eskema.

18. Irudia: Errefrakzio indizea.
19. Irudia: Errefraktometro digitala.
20. Irudia: Aztertuko den destilazio prozesuaren eskema.
21. Irudia: Balbulen eskema.

GRAFIKOAK

1. Grafikoa: Elikadura zuzena diagraman.
2. Grafikoa: Etapa kopuru minimoa.
3. Grafikoa: Y_{\min} puntua diagraman.
4. Grafikoa: Etapa optimo kopurua eta elikadura etapa optimoa ($R=1,2R_{\min}$).
5. Grafikoa: Etapa optimo kopurua eta elikadura etapa optimoa ($R=1,5R_{\min}$).
6. Grafikoa: Elikadura zuzena diagraman.
7. Grafikoa: Etapa minimo kopurua.
8. Grafikoa: Y_{\min} puntua diagraman
9. Grafikoa: Etapa optimo kopurua eta elikadura etapa optimoa ($R=1,2R_{\min}$).
10. Grafikoa: Etapa optimo kopurua eta elikadura etapa optimoa ($R=1,5R_{\min}$).
11. Grafikoa: Etanol-ur nahastearen lurrunkortasun erlatiboak.
12. Grafikoa: Tolueno-bentzeno nahastearen lurrunkortasun erlatiboak.
13. Grafikoa: Etapa kopurua irakingailuko potentziarekiko.
14. Grafikoa: Elikadura etapa irakingailuko potentziarekiko.
15. Grafikoa: Elikadura etapa errefluxu tasarekiko.
16. Grafikoa: Bonbaren kalibrazio zuzena.
17. Grafikoa: Errefraktometroaren kalibrazio kurba.
18. Grafikoa: Frakzio molarrak denborarekiko.
19. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.
20. Grafikoa: Emari bolumetrikoak denborarekiko.
21. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.
22. Grafikoa: Frakzio molarrak denborarekiko.
23. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.
24. Grafikoa: Emari bolumetrikoak denborarekiko.
25. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.
26. Grafikoa: Frakzio molarrak denborarekiko.
27. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.
28. Grafikoa: Emari bolumetrikoak denborarekiko.
29. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.
30. Grafikoa: Frakzio molarrak denborarekiko.
31. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.
32. Grafikoa: Emari bolumetrikoak denborarekiko.
33. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.
34. Grafikoa: Etanol likido-lurrun frakzioa tenperaturarekiko.
35. Grafikoa: Frakzio molarrak denborarekiko.
36. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.
37. Grafikoa: Emari bolumetrikoak denborarekiko.
38. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.
39. Grafikoa: Frakzio molarrak denborarekiko.
40. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.
41. Grafikoa: Emari bolumetrikoak denborarekiko.

42. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.
43. Grafikoa: Frakzio molarrak denborarekiko.
44. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.
45. Grafikoa: Emari bolumetrikokoak denborarekiko.
46. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.
47. Grafikoa: Etapa kopuru optimoa R_{opt} 6 denean.
48. Grafikoa: Etapa kopuru optimoa R_{opt} 10denean.

1. MEMORIA

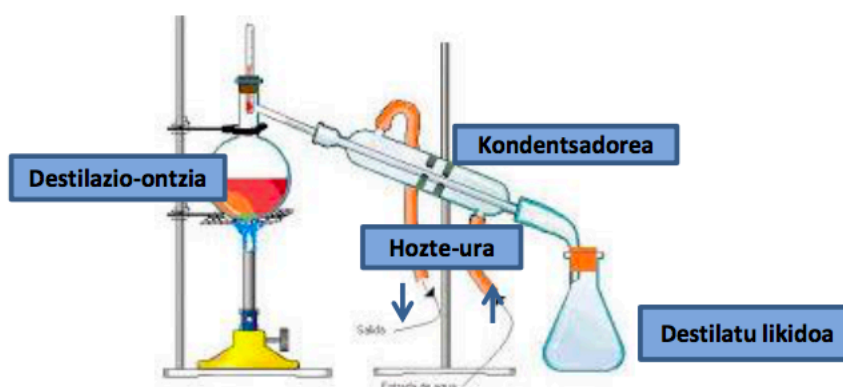
1.1. SARRERA

Destilazioa bereizketa prozesu bat da, non likido-likido disoluzio baten osagaiak bereizten diren beraien irakite-tenperaturen arteko ezberdintasunagatik, hau da, beraien lurrunkortasun diferentziagatik. Prozesuan fase gaseosoa lurrunkorrena den konposatuan aberasten da eta likidoa, aldiz, lurrunkortasun baxuena duen konposatuan. Sistema ez-jarraituetan produkzio txikiak edo lortu beharreko destilatuaren purutasun atxikia denean erabiltzen ohi da bestalde, sistema jarraituen artean flash motakoa eta destilazio zatikatua daude. Destilazio zatikatua aplikazio industrialik nagusia petrolioaren fintzea da, petrolio gordina elikatuz olio lubrifikatzailea, kerosenoa edota gasolina lortu daitezke zutabeen zehar dauden maila ezberdinetan.

Destilazio mota ezberdinak aurkitu daitezke:

Destilazio ez-jarraitua: Laborategi eskalan erabiltzen da, lurrunkortasun erlatibo handiko nahasteak bereizteko. Industrialki, produkzio txikia denean eta destilatuaren purutasuna oso zorrotza izan ez behar duenean erabiltzen da. Bereizi nahi den nahastea destilazio-ontzian sartzen da eta berotu egiten da. Nahastearen burbuila-tenperaturara heltzean, likidoaren muinean sortzen den lurruna ekipoaren goiko aldetik irteten da; kondentsatu ondoren, likido eran jasotzen da, destilatua, eta ontzi hondar-likidoa geratzen da, hondarra.

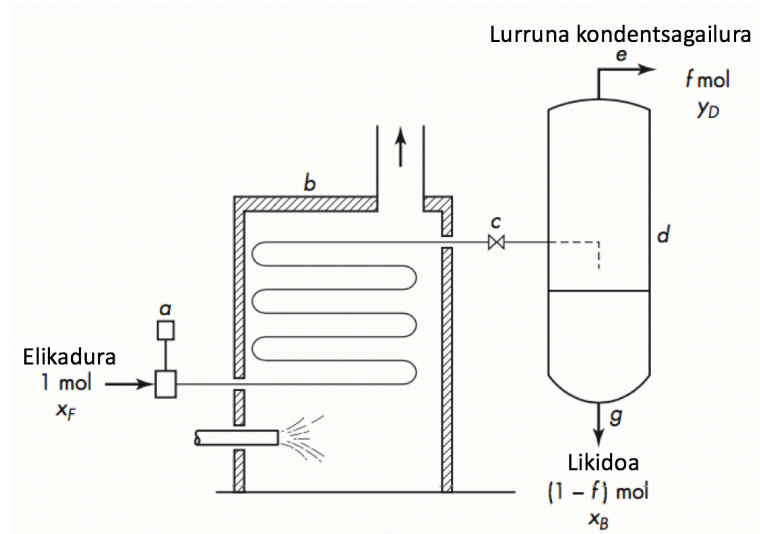
Osagai biak lurrunkorrek badira, osagai lurrunkorrenaz aberastuta dagoen lurruna sistematik kanporatzean, ontzian geratzen den nahaste likidoan osagai astunena nagusituz doa. Gainera, destilazioa aurrera doan heinean, nahastearen irakite-tenperatura handitu egiten da (osagai astunenaz aberasten ari baita) eta sortzen diren lurrun- burbuletan osagai lurrunkor gutxiago dago. Hori dela eta, irakite-tenperatura antzekoko osagaiak eraginkortasunez bereizteko, destilazio zatikatua erabiltzen da.



1. Irudia: Laborategi mailako destilazio planta ez-jarraitua.

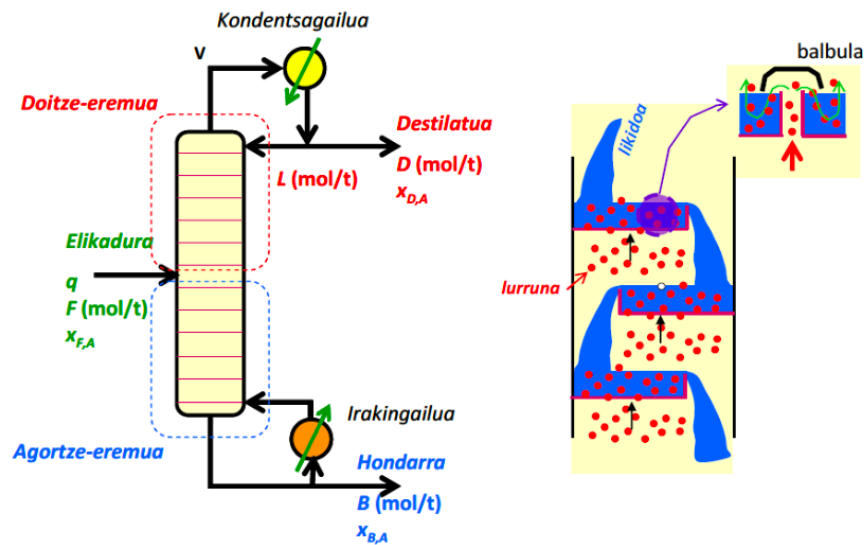
Flash destilazioa (destilazio jarraitua): Nahaste likidoa bat-batean berotu edo deskonprimatzen da, nahastea partzialki lurruntzeko. Prozesuan sortutako bi faseak orekan daude, flash destilazioaren tenperaturan edo presioan. Horregatik, flash

destilazioari orekako destilazioa ere deritzo. Maila industrialean prozesu jarraitua da eta lurrunkortasun erlatibo handiko nahasteak bereizteko erabiltzen da. Bereizte-maila handia behar denean ez da oso eraginkorra.



2. Irudia: Flash destilazioaren eskema.

Destilazio zatikatua (destilazio jarraitua): Destilazio ez-jarraituan eta flash destilazioan ezinezkoa da osagai lurrunkor bi etapa bakar batean bereiztea. Elkarren segidako destilazioak ekiditeko, destilazio zatikatua erabiltzen da. Destilazio zatikatuaren elementu bereizgarria zatikapen zutabea da. Lurrunak, zatikapen-zutabea zeharkatzen duen heinean, partzialki kondentsatzen da eta likido bezala jaisten da zatikapen-zutabetik. Jaistean, gora doan lurrunarekin kontaktuan jartzen da eta lurrunak daukan tenperatura dela eta, berriro lurruntzen da partzialki, elkarren segidako destilazioaren efektua sortuz eta lortuko den destilatua purifikatuz. Zatikapen-zutabea betegarriz beteta edo platerrez osatuta egon daiteke.



3. Irudia: Destilazio zatikatuaren eta platerrezko dorrearen eskemak.

3. irudian ikusi daitekeen bezala, destilazio zatikatu-prozesuak fisikoki hiru atal ditu.

- Buruko kondentsagailua: Zutabearen azken etapan sortzen den lurruna kondentsatzen da, likido honen zati bat produktua da eta gainontzekoa zutabera birzirkulatzen da, goiko etapako likidoa izan dadin.
- Beheko-irakingailua: Zutabearen beheko etapako likidoa partzialki lurruntzen da. Lurrun hau beheko etapan erabiltzen da. Irakingailuan geratzen den likidoak, lurruntzen denak baino, lurrunkortasun baxuagoa du.
- Zutabea: Lurrunkortasun diferentziagatik konposatuak banatzen diren zonaldea da. Likido-lurrun (L-V) kontaktu ona izatea ezinbestekoa da destilazioa eman dadin.

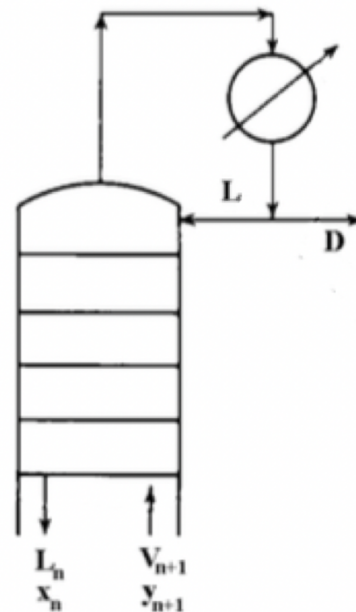
Elikadura likidoa zutabearen erdialdean elikatzen da, zutabearen barruan dagoen likidoak, konposizio antzerakoa duen puntuan, sortu dezakeen eragina txikiena izan dadin. Bereizten den produktuaren kantitatea aldatzeko, birzirkulazio kantitatea handitu daiteke baina, horrek irakingailuan eman beharreko potentzia eskaria handituko luke; bestalde, oreka etapan kantitatea aldatu daiteke baina horrek zutabearen inbertsio kostua handituko luke.

Zutabeetan hiru zonalde bereiztuko dira: doitze-eremua, agortze-eremua eta elikadura.

- Doitze-eremua: Elikadura puntuaren gainetik dagoen zonaldeari deritza, zonalde honen helburua destilatuan purutasun altuak lortzea da. Zonaldeak hiru osagai ditu: kondentsagailua osoa, sortutako lurrun guztia likidotzen duena edo partziala, sortutako lurrunaren frakzio bat likidotzen duena; destilatuaren irteera, konposatu lurrunkorretan aberatsa dena eta errefluxu-tasa (R).

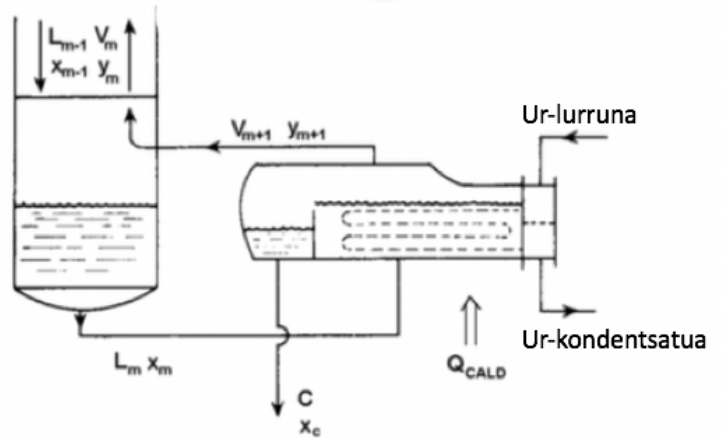
$$R = \frac{L}{D}$$

Errefluxu-tasa zutabera berrelikatzen den emari molarraren (L) eta destilatutik irtetzen den emari molarraren (D) arteko zatiketari deritza, errefluxu tasa egokia izatea funtsezkoa da purutasun altuak lortu ahal izateko.



4. Irudia: Doitze eremuko eskema.

- Agortze eremua: Elikadura puntuaren azpiko zonaldeari deritzo, zutabearen hondoa da punturik beroena eta bertako likido mailak konstante izan behar du, hondarrak elikadura berotzeko erabiltzen baitira. Irakingailuko hondarrak partzialki lurruntzen dira, sortutako lurrinak zutabearen gora egiten dute. Zutabeko oreka etapez gain, irakingailua ere oreka etapa da.



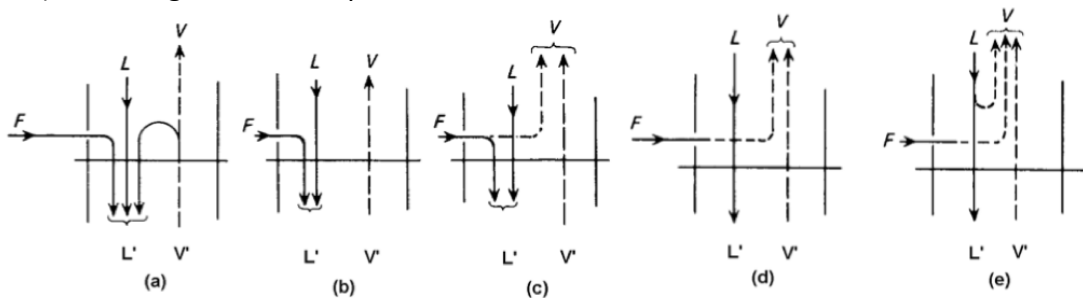
5. Irudia: Agortze eremuko eskema.

- Elikadura zonaldea: Elikadura sartzen den puntuari deritzo. Elikadura egoeraren arabera likido-lurrun emariak alda daitezke. Elikatzen den mol bakoitzeko agortze-eremura doazen likido molak adierazteko q parametroa erabiltzen da.

$$q \equiv \frac{L_f - L_{f-1}}{F}$$

Elikadura zein fase eta egoeratan elikatzen den arabera q parametroak balio ezberdinak hartzen ditu:

- Likido azpihoztua bada, $q > 1$
- Likido asetua bada, $q = 1$
- Likido-lurrun nahastea bada, $0 < q < 1$
- Lurrun asetua $q = 0$
- Lurrun gainberotua, $q < 0$



6. Irudia: Elikadura fase ezberdinak.

8. irudian adierazten den bezala, kasu bakoitzean elikatzerakoan fenomeno ezberdinak ematen dira: elikadura likido azpihoztua denean (a), zutabetik gora doan lurrunaren zati bat kondentsatzen du; elikadura likido asetua denean (b), elikatutako likidoak behera egiten du lurrunean eragin gabe; elikadura likido-lurrun nahastea denean (c), likidoak zutabearen behera eta lurrunak zutabearen gora egiten dute; lurrun asetua denean (d), elikatutako lurrunak gora egiten du likidoan eragin gabe eta lurrun gainberotua denean (e), zutabetik behera doan likidoaren zati bat lurruntzen du.

1.2. TESTUINGURUA

Ingurumen ingeniartzan ikasten diren kontzeptuen artean, orain arte, ez zen destilazioa ikasten. Destilazioak ingurumen ingeniartzan prozesuen ingeniartzan duen garrantzia izan ez arren, industria mailan aplikazio anitzak dituen oinarritzko eragiketa garrantzitsu bat da eta ingurumen ingeniari bati honen inguruko oinarritzko funtsak izatea ongi etor liezaioke. Arrazoi honengatik, gradu amaierako lana destilazioaren inguruan egitea erabaki da beharrezkoak diren gaitasunak eskuratzeko.

Destilazio prozesuaren aplikaziorik ezagunena industria petrokimikoan dago, petroliotik erregai ezberdinak lortzeko erabiltzen baita, horrez gain, ingurumen ingeniartzan ere erabiltzen da hondakin uren tratamenduan adibidez. Aplikazioetariko bat industria hondakin urak garbitzea da, industria isuriak arazteko urak bildu eta destilazio prozesuaren bitartez berrerabil daitekeen ura eta hondakinak banatzea lortzen da.

1.3. LANAREN HELBURUAK ETA IRISMENA

Prozesuen ingeniartzan eta industria kimikoan oinarritzko eragiketa da destilazioa, gradu amaierako lana gai honen inguruan egiteak berebiziko garrantzia du destilazioaren inguruko ezagutzak eskuratzeko. Lanaren helburuak hurrengoak dira: destilazioaren nondik norakoa ezagutzea, teorikoki ikasten diren kontzeptuak planta pilotu baten bitartez praktikan jartzea, prozesu teoriko idealen eta praktikan garatutako prozesu errealean arteko ezberdintasunak ikustea, prozesuak simulatzeko gai den ordenagailu softwarearen inguruko ezagutza lortzea eta laborategian saiakerak egiterakoan erabili diren laborategiko tresnen ezagutzak barneratzea.

Lanaren irismena etorkizunean destilazioa prozesuaren inguruan lan egiteko gaitasuna eskuratzeko da, lana burutzerakoan lortu diren ezagutzei esker. Alde batetik, planta pilotuan egindako saiakeretatik lortu dena eta bestetik, simulatzailearen bitartez lortu den ezagutza.

1.4. LANAK DAKARTZAN ONURAK

Lana hiru fase nagusitan banatzen denez, hiru atal ezberdin landu dira. Eskuz ebatzi denean; graduan zehar erabilitako materia eta energia balantzeak eta likido lurrin orekak duten garrantzia ikusten da, simulatzaile bidez ebatzi denean; simulatzaileak prozesuak ebazteko aukera ugari dituela ondorioztatu da eta laborategian ebatzi denean; errealitatean industrian dagoen antzerako planta batekin lan egiteko aukera, bertako aldagaien aldaketak duen eragina aztertuz eta planta pilotua kontrolatzeko erabiltzen den ordenagailu softwarearen funtzionamendua ulertuz.

Bestalde, etorkizunean etanol-ur nahastearen inguruko informazioa lortzeko aukera bat izan liteke beste norbaitentzat. Erabili diren metodologia, ekipoak eta egindako lanak balioa du beste ikasketa edo azterketa batzuk burutzerakoan oinarritzat erabili ahal izateko.

2. LANERAKO ERABILITAKO METODOLOGIA

2.1. EGINBEHARREKOEN DESKRIBAPENA, FASEAK, EKIPOAK ETA PROZEDURAK

Lan hau hiru fase nagusietan sailkatu daiteke:

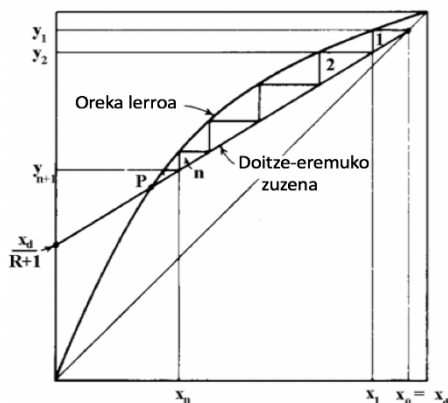
1. Destilazioaren oinarriko ezagutzak lortzea: Destilazioaren funtsa ulertzea eta industria mailako destilazio zutabe batean ematen diren materia balantzeen (operazio lerroak) ezagutza. Maila honetan destilazioa metodo grafikoak erabiliz (McCabe Thiele [1]) eta ekuazio enpirikoak [2] erabiliz aztertu da.
2. Ordenagailu bidezko simulazioak: Aspen Plus softwarearekin burutu da. Lehendabizi, balio orokorrak zehazteko aurredeinurako destilazio eredu bat erabili da, eta azken diseinua egiteko berriz, zehatzagoa den destilazio eredu bat erabili da.
3. Laborategiko saiakuntzak: Pignat enpresaren planta pilotu automatizatu bat erabiliz burutu da.

Ezagutza guzti hauek lortzeko destilazio nahaste bat aukeratu da: etanol-ur nahaste bitarra. Destilazio bidez purutasun altuko produktuak lortzeko destilazio zatikatua erabili beharra dago. Zatikapen zutabeen lurrinak airean baino dentsitate baxuagoa duenez, konbekzioz zutabeen gora egiten du, gora egiten duen heinean lurrin zati bat kondentsatu egiten da likido bihurtuz. Kondentsatutako likido hori grabitatez zatikapen zutabeen beheara doa baina lurrinak duen tenperatura altuarekin berriro kontaktuan jarriz partzialki lurrunduko da berriro ere zutabeen igoz. Efektu hau segidan garatuko da zutabeen zehar destilatua purifikatuz.

2.2 FUNTS TERORIKOA

2.2.1 ESKUZKO EBAZPENA

2.2.1.1 McCabe Thiele [1]: Ebazpena grafikoa da, xy diagraman operazio lerroak eta oreka kurba irudikatzen dira etapak kalkulatzeko materia balantzeetan oinarritzen da.

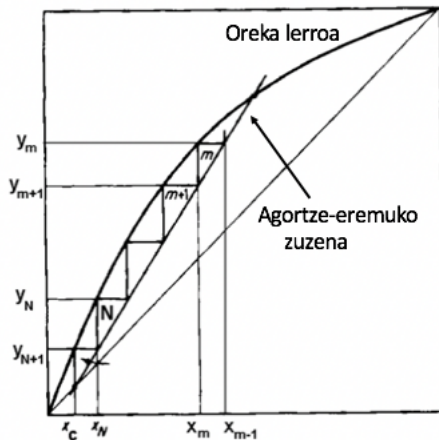


Doitze eremuan materia balantzea eginez, hau da, sartzen dena berdina irteten dena, $V_{n+1} = L_n + D$ adierazpena lortzen da. Adierazpena frakzioekiko adierazita ondorengo lortzen da $y_{n+1} \cdot V_{n+1} = x_n \cdot L_n + x_D \cdot D$, azken honi L/V konstantea den suposaketa eta errefluxuaren adierazpena ($R = L/D$) aplikatuz doitze eremuko zuzena lortzen da:

$$y_{n+1} = \frac{R}{R+1} X_n + \frac{X_D}{R+1}$$

7. Irudia: Doitze-eremuko zuzenaren adierazpena likido-lurrin diagraman.

L/V konstante da etapa idealetan, lurrunak askatzen duen kondentsazio beroa eta likidoak behar duen lurruntze beroa normalean oso antzekoak direlako. Orokorrean, hidrokarburoetan ΔH^{vap} eta ΔH^{cond} oso antzekoak dira.



8. Irudia: Agortze-eremuko zuzenaren adierazpena likido-lurrun diagraman.

Agortze eremuan materia balantzea eginez, $L_{m-1} = V_m + C$ adierazpena lortzen da, adierazpen bera frakzioekin adieraziz gero $x_{m-1} \cdot L_{m-1} = y_m \cdot V_m + x_c \cdot C$ zonalde honetako zuzena lortuko da. Doitze eremuan erabili den L/V konstante den suposaketa erabilita agortze eremuko zuzena lortzen da.

$$y_m = \left(\frac{L'}{V'} \right) X_{m-1} + X_c \left(1 - \frac{L'}{V'} \right)$$

Elikadura lerroaren adierazpena doitze-eremuko eta agortze eremuko materia balantzeen kenketa eginez lortzen da, elikadura puntua elikadura posible guztien leku geometrikoa eta doitze eta agortze eremuen ebakitze puntuak definitzen baitu. Lortutako elikadura zuzenaren adierazpena hurrengoa litzateke:

$$y = -\frac{q}{1-q} X + \frac{1}{1-q} X_F$$

Metodo honek q parametroa beste modu batean definitzen du. Kasu bi bereizten dira.

Likido azpihoztua denean:

$$q = 1 + \frac{C_{pL}(T_b - T_F)}{\lambda}$$

C_{pL} : Likidoaren bero espezifikoa

T_F : Elikaduraren tenperatura

T_b : Burbuila tenperatura

λ : Lurruntze beroa

Lurrun gainberotua denean:

$$q = -\frac{C_{pV}(T_F - T_d)}{\lambda}$$

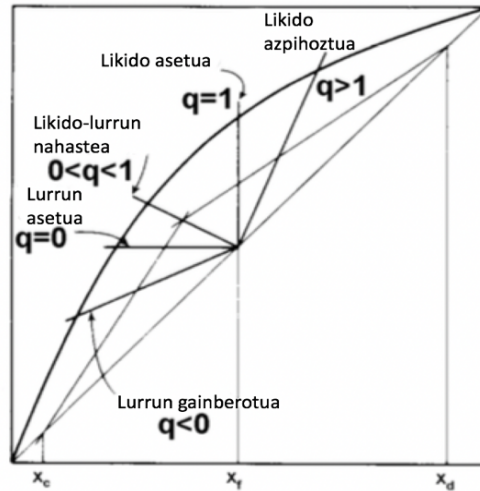
C_{pL} : Lurrunaren bero espezifikoa

T_F : Elikaduraren tenperatura

T_d : Kondentsazio tenperatura

λ : Lurruntze beroa

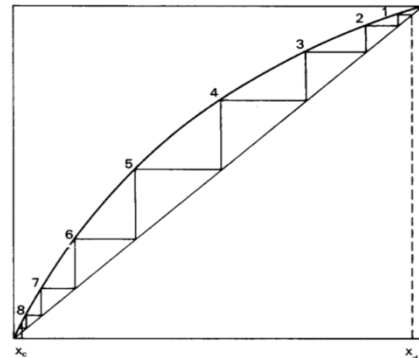
8. irudian azaldutako kasuetan gertatzen denak, eragina du elikadura zuzenaren maldan likido-lurrin diagraman.



9. Irudia: Elikadura egoera ezberdinak.

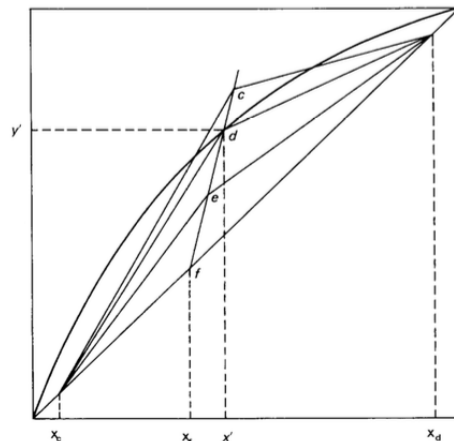
Destilazio zatikatuan errefluxu-tasa funtsezkoa da purutasun handiko produktuak lortzeko. Bere baloreak, bereizketa jakin bat egiteko beharrezkoak diren plater kopurua definitzen dute. Doitze eta agortze eremuen lerroak errefluxu-tasaren menpekoak dira. Errefluxu-tasaren muturreko balioak infinitua eta minimoa dira.

- Errefluxu-tasa infinitua ($R = \infty$): Kasu honetan ez da ezer destilatzen, berrelikadura (L) maximoa da eta destilatua (D) ia balio nuluaren parekoa. Errefluxu-tasa balioa hain altua izanda operazio lerroak $y = x$ zuzenaren adierazpena jarraitzen du, eskilarak eginez etapa kopurua kalkulatu gero lortutako balioa **etapa minimo kopurua** izango da 10. irudian ikusi daitekeen moduan.



10. Irudia: Errefluxu maximoa eta etapa kopuru minimoa.

- Errefluxu-tasa minimoa ($R = \min$): Kasu honetan destilatua emari altua lortzen da berrelikadura balioa baxua baita. Errefluxu-tasa infinitua denean hasita eta balioa jaistean, $y = x$ zuzenetik aldentzen da operazio lerroa, hau da, doitze eta agortze eremuko lerroak diagonaletik aldentuz doaz (11. irudiko e, d eta c puntuak). C puntuan operazio lerroak oreka kurba mozten du, matematikoki zuzena den arren ezinezkoa da operazio lerroa oreka zuzenaren gainetik kokatzea. Beraz, errefluxu-tasa minimoa lortzeko puntu limitea doitze eta agortze eremuko

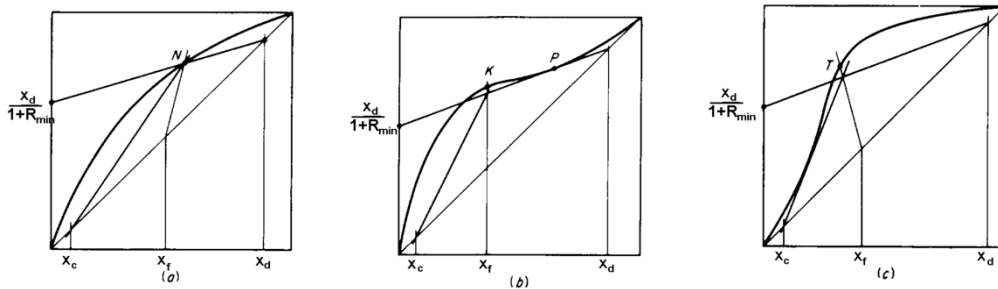


11. Irudia: Errefluxu minimoaren adierazpen grafikoa.

operazio lerroak oreka kurbaren gainean ebakitzean lortzen da, hau da, d puntuan.

- Errefluxu-tasa optimoa: Lege heuristikoetan [2] [3] oinarrituta errefluxu tasa optimoa errefluxu tasa minimoa baino 1,1-1,5 bider handiagoa izango da.

Aztertutako oreka kurba guztiak idealak izan dira baina badaude ez-idealtasunak dituzten oreka kurbak. Nahaste mota honi nahaste azeotropiko deritzo, idealtasunarekiko desbideratzeak oso handiak direnean sor daitezke. Kasu hauetan operazio lerroa irudikatzeko adi ibili behar da ezin baitu oreka kurba ebaki, operazio lerroak oreka kurbarekiko ukitzaile izan behar du.



12. Irudia: Nahaste azeotropikoen oreka kurbak eta operazio lerroak.

2.2.1.2. Ekuazio enpirikoak [4]:

Errealitatean bereizketa-prozesuak oso konplexuak diren arren, bidezidor metodoak erabiliz, hau da, diseinu metodoak eta ekuazio enpirikoen bitartez prozesuen diseinua sinplifikatu da. 20. Mendearen hasieratik mende erdira arte, ingeniariak kimikoan errefluxu-tasa minimoa eta zutabe diametroa kalkulatzeko adierazpenak garatu ziren. Aspen eta HySim bezalako simulatzaileak heldu baino lehenago.

Ingeniaritza kimikoan zutabe sinpleak diseinatzeko bidezidor metodoak erabiltzen dira simulatzaileak erabili ordez. Erabiltzen diren ekuazio enpirikoak praktikan lortutako emaitzetan oinarritzen dira, jarraian destilazio zutabea diseinatzeko beharrekoak diren ekuazio enpirikoak azalduko dira.

- Lurrunkortasun erlatiboa: Nahaste bitar idealetan, konposatuen lurrunkortasuna erlatiboa lurrun presioen zatiketaren berdina izango da. Lurrunkortasuna erlatiboa tenperaturaren menpe dago, hala ere, antzerako konposatuentzat destilazio tenperaturatik gora konstante mantentzen da. Lurrunkortasun erlatiboa konposatuen K faktoreen zatiketaren berdina da, non $K = \gamma/x$ den (γ lurrun frakzioa eta x likido frakzioa). Konposatu idealetan $K_i/K_j = P_i/P_j$.

$$\alpha = \frac{P_i^\circ}{P_j^\circ}$$

- Errefluxu-minimoa nahaste bitarretan: Errefluxu-tasa ($R=L/D$) zutabera bueltatzen den likido kantitatea (L) zati lortzen den destilatu (D) kantitate

moduan definitzen da, emari molarretan adierazita. Errefluxu minimoa, R_{min} , destilatu konposizio jakin baterako errefluxu-tasaren balioa da, infinitu etapa kopurua duen zutabe batean.

Elikadura burbuila puntuan,

$$R_{min} = \frac{1}{\alpha - 1} \left(\frac{x_{LD}}{x_{LF}} - \frac{\alpha(1 - x_{LD})}{(1 - x_{LF})} \right)$$

Elikadura kondentsazio puntuan,

$$R_{min} = \frac{1}{\alpha - 1} \left(\frac{\alpha x_{LD}}{x_{LF}} - \frac{(1 - x_{LD})}{(1 - x_{LF})} \right)$$

x_{LD} : Konposatu lurrunkorrenaren destilatuko mol frakzioa

x_{LF} : Konposatu lurrunkorrenaren elikadurako mol frakzioa

- Etapamínimo kopurua: Fenske metodoak errefluxu totalerako etapa teoriko kopuruaren balioa ematen du.

$$N_{min} + 1 = \frac{\ln \left[\left(\frac{x_{LK}}{x_{HK}} \right)_D \left(\frac{x_{HK}}{x_{LK}} \right)_B \right]}{\ln(\alpha_{LK/HK})_{AVG}}$$

x_{LKD} : Konposatu lurrunkorrenaren destilatuko mol frakzioa

x_{HKD} : Konposatu ez-lurrunkorrenaren destilatuko mol frakzioa

x_{LKB} : Konposatu lurrunkorrenaren hondarreko mol frakzioa

x_{HKB} : Konposatu ez-lurrunkorrenaren hondarreko mol frakzioa

$(\alpha_{LK/HK})_{AVG}$: Lurrunkortasun erlatiboaren batezbesteko geometrikoa elikaduran, destilatuan eta hondarrean, $(\alpha_D \cdot \alpha_F \cdot \alpha_B)^{1/3}$. Lurrunkortasun erlatiboa suposatua bada elikadurakoaren berdina kontsidera daiteke.

Ekuazioan $N_{min} + 1$ agertzen da irakingailua etapa teoriko kontsideratzen duelako baina zutabetik kanpo kokatzen da.

- Elikadura etapa optimoa: Elikadura etapa optimoa zein den lortzeko aukera bi daude.

Kirkibide-ren ekuazioa:

$$\frac{m}{p} = \left(\left(\frac{B}{D} \right) \left(\frac{x_{HK}}{x_{LK}} \right)_F \left(\frac{x_{LKB}}{x_{HKB}} \right)^2 \right)^{0,206}$$

Akashah ekuazioa, aurreko ekuazioaren moldaketa da zuzentze faktore bat gehituz.

$$m = p - 0,5 \log_{10}(N)$$

x_{LKF} : Konposatu lurrunkorrenaren elikadurako mol frakzioa

x_{HKF} : Konposatu ez-lurrunkorrenaren elikadurako mol frakzioa

X_{LKB} : Konposatu lurrunkorrenaren hondarreko mol frakzioa
 X_{HKD} : Konposatu ez-lurrunkorrenaren destilatuko mol frakzioa
 m : Elikadura etapa gainetik dauden etapa teorikoak, kondentsagailu partzialak kontuan izanik
 p : Elikadura etapa azpitik dauden etapa teorikoak, irakingailua kontuan izanik
 N : Etapa teoriko kopurua ($N = m + p$)

2.2.2 SIMULAZIO BIDEZKOA [5]

Prozesu simulatzaileetan transformazio kimikoak eta fisikoak dituzten prozesuak irudikatzen dira modelo matematikoen bidez. Modelo matematiko horietan masa eta energia balantzeak, faseen arteko oreka erlazioak, garraio ekuazioak eta ekuazio zinetikoak daude. Simulatzailea prozesu kimiko industrialaren portaera modelizatzen duen programa informatikoa da.

Programak prozesuaren portaera aurreikusten du, prozesu baten kasu ezberdinak aztertzen ditu aldagaien balioak aldatuz, prozesuak optimizatzen ditu eta prozesuaren hobekuntzak eta handiagotzeak diseinatzen ditu.

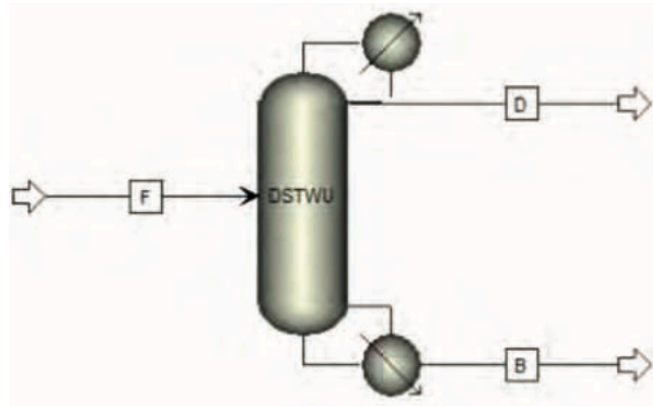
Aspen Plus prozesu simulatzaile interaktiboa da, egoera egonkorrean zein egoera dinamikoan prozesuak burutzeko gai dena, prozesu edo oinarritzko eragiketak ezberdinak egiteko gai da. Estrategia sekuentzialeko simulatzaileen artean kokatzen da PRO II eta CHEMCAD-en antzera, arrazoi horregatik simulazioak burutzeko bloke edo ikurrak erabiltzen ditu. Programa sekuentzialek, emaitzak blokez bloke kalkulatu dituzten gradualki, problemak ebazteko teknika interaktiboak erabiltzen ditu informazio birzirkulazioan oinarrituz. Egoera egonkorrean lan egiteko daude diseinatuta. Programa sekuentziala denez, blokeetan materia eta energia balantzeak burutzeko informazio gehitu behar da. Hala ere, simulatzailearen azken bertsioetan estrategia bateratuarekin edo ekuazioei orientatuta lan egiteko aukera ematen du.

Eskuz burutu den ebazpen bera Aspen simulatzailearen bidez egingo da, horretarako DSTWU destilazio zutabe teorikoaren bidez aurre-diseinua burutuko da eta RADFRAC destilazio zutabe errealearen bidez dorrearen diseinu finala burutuko da.

2.2.2.1 DSTWU

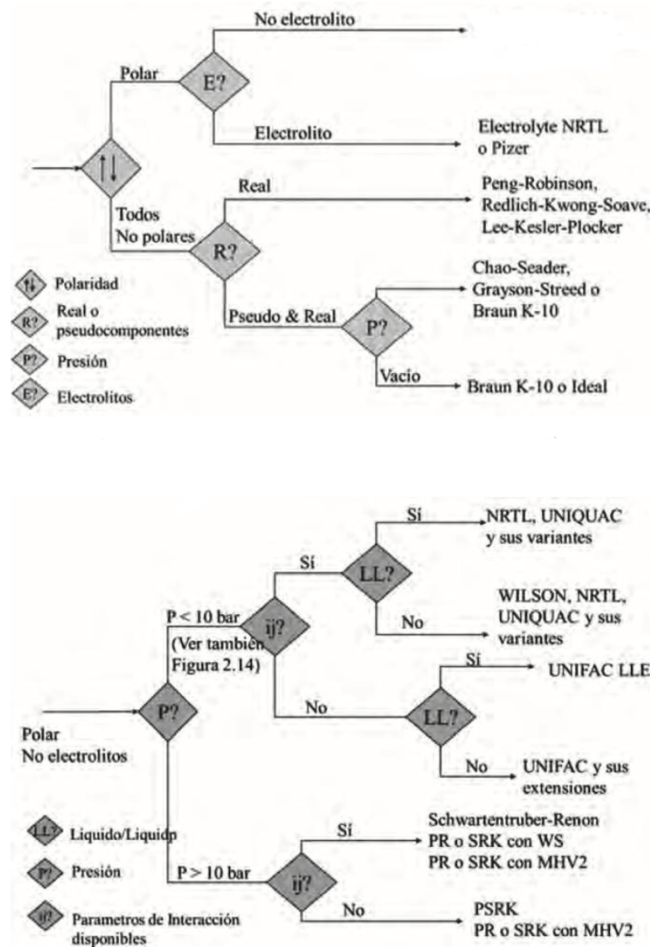
Destilazio dorre honetan konposatu arin eta astunen berreskurapenak zehaztu behar dira. Zehazten den berreskurapena kontuan izanik destilazio zutabe honek errefluxu tasa minimoa eta etapa teoriko minimoaren arteko erlazioa kalkulatu du. Bestalde, etapa kopuru zehatz baterako errefluxu erreala kalkulatu du edo errefluxu zehatz baterako etapa kopuru erreala kalkulatu du. Horrez gain, elikadura etaparen kokapen optimoa, kondentsagailuaren beroa eta irakingailuaren beroa kalkulatu ditu.

Dorre honek muga batzuk ditu: lurrunkortasun erlatiboak konstantetzat hartzen ditu, fluxu molarrak konstantetzat hartzen ditu eta ez dago diseinatuta sistema oso ez-idealetan erabiltzeko.



13. Irudia: DSTWU destilazio zutabea.

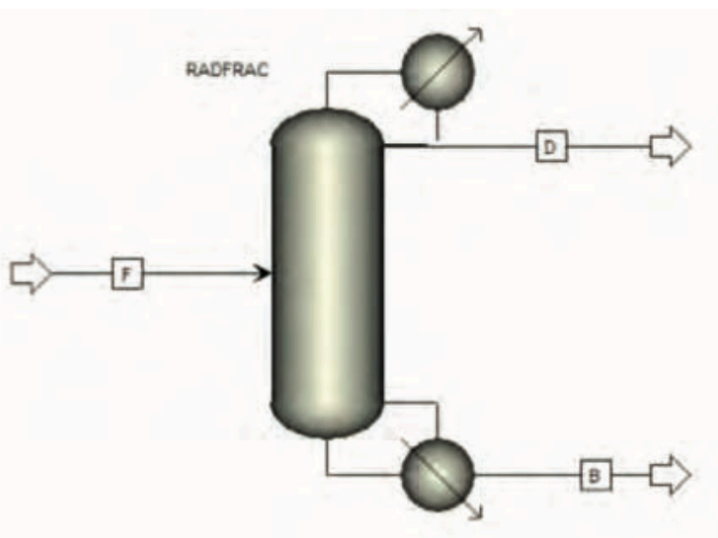
Simulazioarekin hasteko metodoa aukeratu behar da, horretarako Carlson-en algoritmoan oinarritutako eskema jarraituko da (ikusi 14. Irudia). Algoritmoa jarraituta erabili beharreko metodo termodinamikoak aukeratu behar dira, bertan metodoa polarra, ez-elektrolitikoa, 10 bar baino presio txikiagokoa, interakzio parametroduna eta likido-likido nahasteduna dela ondorioztatu da, beraz erabili beharreko metodoak NRTL, UNIQUAC eta haien bariantek izango dira.



14. Irudia: Carlson-en algoritmoa metodo aukeraketarako.

2.2.2.2. RADFRAC

Destilazio zutabe honek eredu zorrotza jarraitzen du ez baitu suposaketarik egiten. Zutabe hau absortzioan, erauzketan, erauzketa-destilazioan, destilazio azeotropikoan edo destilazio orokorrean erabil daiteke. Hainbat produktu irteera fluxu kontrolatzeko gai da. MESH ekuazioetan oinarritzen da; M, materia balantzeak; E, oreka erlazioak; S, konposizio molarren batura 1 eta H, entalpia balantzeak. Bere ezaugarri nagusiak hurrengoak dira: aurre-diseinu baten beharra du, sistema idealen eta oso ez-idealaren diseinu zorrotza burutzen du eta dorreak dimentsionatzeko erabiltzen da.



15. Irudia: RADFRAC destilazio zutabea.

Metodo termodinamikoa aukeratzeko DSTWU dorrearekin erabili den bide bera jarraituko da, hau da, Carlson-en algoritmoan oinarritutako eskema jarraituz. Kasu honetan ere aukeratu beharreko metodoak NRTL, UNIQUAC eta haien barianteak izango dira.

RADFRAC dorrean dena definitu beharra dago, hasteko kondentsagailu osoa edo partziala aukeratu behar da irteeran dena fase likidoan edo likido eta gaseosoan egon dadin. Kondentsagailu mota aukeratzeaz gain, sarrerako elikaduraren emari molarra, destilatu nahi den konposatuaren sarrerako frakzioa eta destilatuan destilatu nahi den konposatuaren irteerako frakzioa definitu behar da.

Simulazioa burutu ondoren, destilatuko eta hondarreko tenperatura, emaria eta bakoitzean kontsumitutako eta emandako potentziaren balioak lortuko dira. Emaitzak definitutakoarekin bat badatoz, irteeran lortu nahi den destilatuaren purutasuna adibidez, simulazioarekin aurrera jarraitu daiteke, emaitzak bat etorriko ez balira definitutakoa berregin beharko litzateke.

Behin dorrea definituta Aspen simulatzaileari nola lortu behar duen adierazi behar zaio, horretarako zein aldagai aldatu behar duen adieraziz. Horretarako *Vary* tresnaren bitartez aldatu beharreko aldagaia definitu behar da, destilatutik lortu nahi den konposatuaren ehunekoa sarreratik sartzen den konposatu horren arabera eta

bestean, errefluxua finkatuz irakingailuan kontsumitutako potentzia eta etapa kopurua definituko dira.

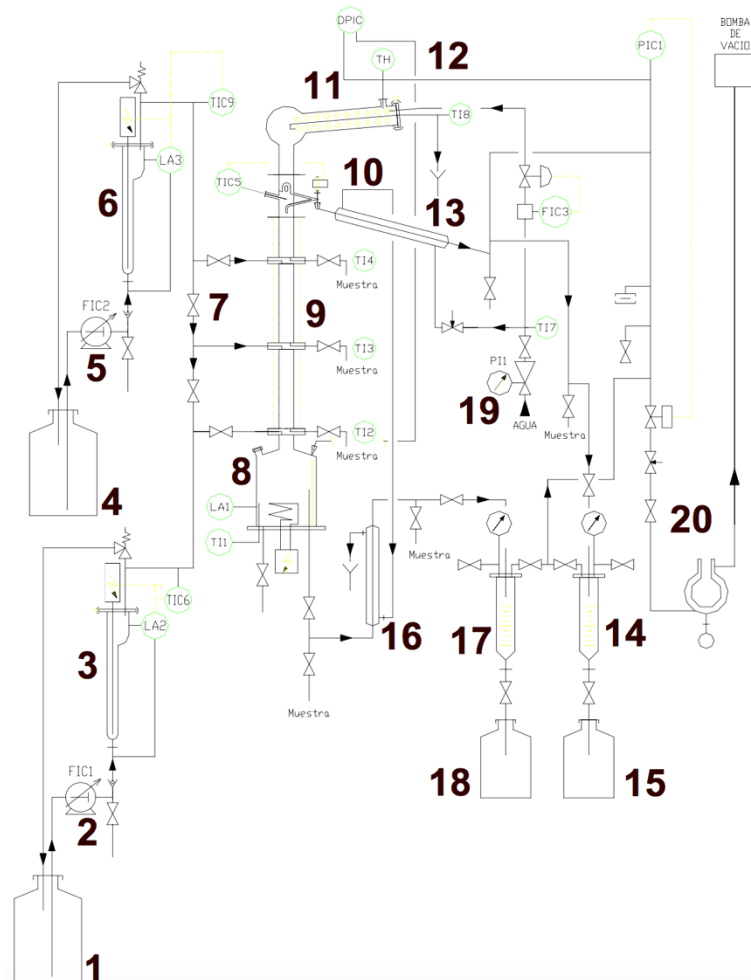
Eta kopurua eta irakingailuko potentziaren arteko erlazio onena aurkitzeko *Sensitivity* tresna erabiltzen da, tresna honek irakingailuko energia kontsumoa minimizatzeko etapa kopurua aurkitzen du. Alde batetik aldagaia izango den etapa kopurua definitu behar da eta bestetik optimizatu nahi den irakingailuko energia kontsumoa.

Eta kopurua finkatu ostean elikadura etapa optimoa definitu behar da, horretarako beste *Sensitivity* analisi bat burutu behar da. Analisi honetan elikadura etapa optimoa irakingailuko potentziarekiko eta errefluxu tasa optimoarekiko aztertuko dira.

2.2.3 PROZEDURA ESPERIMENTALA

2.2.3.1 Planta pilotua

Prozedura esperimentalak Pignat enpresako destilazio planta pilotuaren bidez egin da. Plantan destilazio jarraitua burutzen da, prozesuak 15 L/h-ko emariarekin eta presio atmosferikoan lan egiteko diseinatuta dago. Dorreak Multiknit betegarri antolatua du, guztira 0.75 m-ko altuera duelarik.



16. Irudia: Planta pilotuaren eskema.

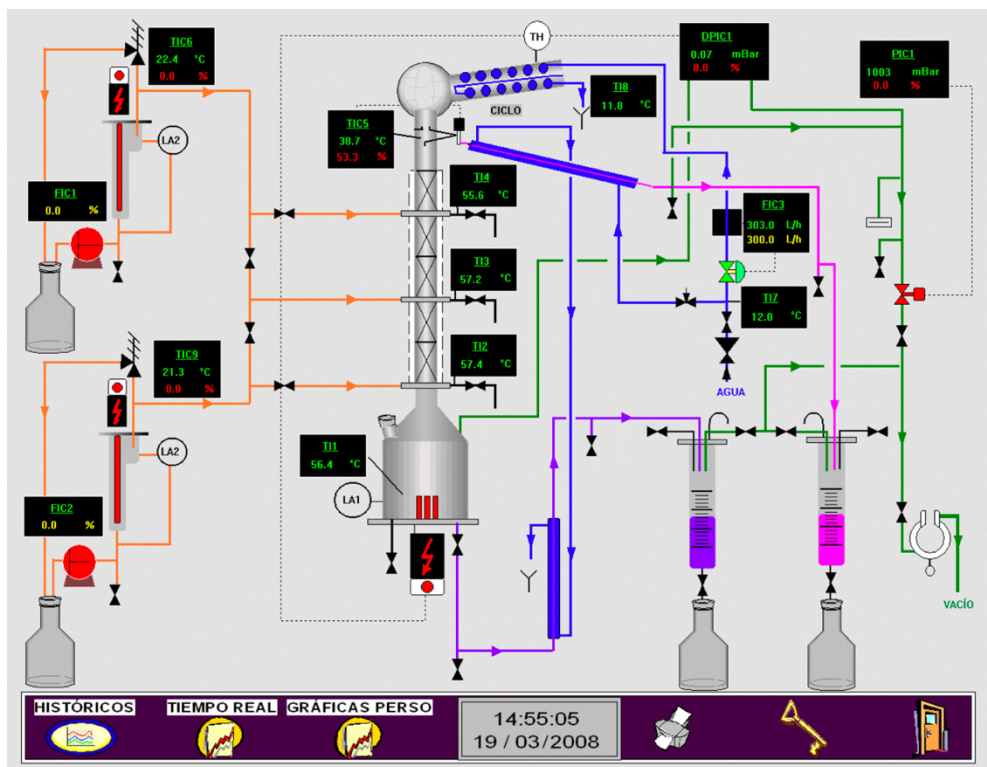
Multiknit betegarria errendimendu altuko sare porotsua da, presio atmosferikoan edo azpi presioan lan egiten duen destilazio zatikatuan erabiltzen da. Betegarriaren abantaila nagusiak hurrengoak dira:

- Karga galera baxua aurkezten duenez, diametro berean emari altuak tratatzeko gaitasuna du.
- Materia transferentzia ona duenez, dorre txikiagoak izatea ahalbidetzen du.
- Produktuaren irteerako emaria eta purutasun handiagotzen du.
- Erresistentzia mekaniko altua eta iraunkortasun luzea ditu.

Betegarriaren karga galera teorikoa 0,01-0,8 mm Hg eta HETP (Etapia Teoriko bakoitzari dagokien Altuera Baliokidea) 150-200mm dira. Aplikazio orokorrak lurrinak, farmazeutikoak, plastifikatzaileak eta eter alkoholak dira.

Parametro ia guztiak ordenagailu software bidez kontrolatzen dira; dorreko presio absolutua eta presio galera (4), irakingailuko (8) potentzia kontrolatzeko, potentzia maximoa 2 kW izanik; aurreberotze temperatura (6), elikadura emaria giro temperaturatik burbuila temperaturara igotzeko; elikadura emaria, bonba (5) bidez kontrolatua ; errefluxu tasa (10) dorrearen goialdeko balbulak kontrolatua eta hozte uraren temperatura, goialdeko kondentsagailuan (11).

Ordenagailu softwarearen bidez kontrolatzen diren parametroak ehunekotan edo balio zehatzak ezarriz lan egiten dute. Eskuz ezartzen diren balioez gain sistemak temperatura eta emari neurketak burutzen ditu temperatura eta presio galera indikatzaileak erabiliz, balio horiek finkoak dira eta uneoro neurtzen dira. Balio zehatzak finkatuz zehazten diren parametroak balio teorikoak dira eta indikatzaileen bitartez neurketak burutzen diren uneko balio errealak lortzen dira. Destilatua kondentsatzeko erabiltzen den ur emaria 300 L/h-tan finkatu da. Balio honek aldaketa txikiak pairatu ditzake sareko ur emariaren balioa ez delako guztiz finkoa.

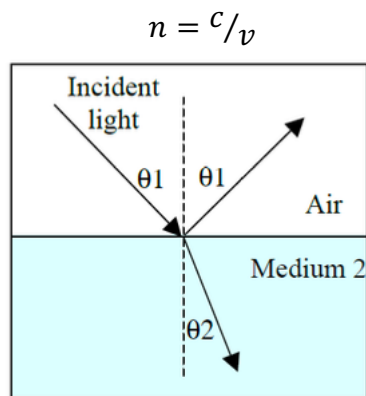


17. Irudia: Ordenagailu softwarearen kontrol eskema.

Balbulak dira eskuz kontrolatzen diren aldagai bakarrak, balbulen bidez dorreko elikadura puntua, emariak eta dorrean zeharreko diren laginak lortzen dira. Dorreak hiru elikadura puntu ditu, goialdean, erdialdean eta behealdean eta balbula jokoen bidez elikadura puntu batera edo bestera bideratu daiteke.

2.2.3.2 Errefraktometria

Laginak analizatzeko erabiltzen da. Argi uhinak substantzia batengana zuzentzean absorbatu egin daitezke, errebotatu egin dezakete (erreflexioa) edo kurbatu egin daitezke (errefrakzioa) ingurune berrian sartzearen ondorioz (ikus 19. Irudia). Erreflexioaren legeak eraso-angelua eta erreflexio angeluak berdinak direla dio. Errefrakzioa dagoenean, errefrakzio angelua substantziaren konposizioaren menpe eta eraso-argi uhin luzeraren menpe dago. Argiaren errefrakzioa, argiaren abiaduraren beharpen baten ondorioz ematen da, argia substantziaren barnera sartzean. Beraz, errefrakzio indizea (n) hutsean argiak duen abiadura eta ingurune berrian argiak duen abiaduraren arteko zatiki bezala definitzen da.



18. Irudia: Errefrakzio indizea.

Errefraktometroa laborategi mailako ekipoa da eta lagin ezberdinen errefrakzio indizea neurtzen du. Aplikazio posibleetako bat nahaste bitarren konposizioa neurtzea da.



19. Irudia: Errefraktometro digitala.

2.3. GANTT-EN KRONOGRAMA

Gradu amaierako lana burutzeko behar izan den denbora 17 aste izan dira. Ataza nagusiak, kronograman koloreztatu daudenak; ikasketa, eskuzko ebazpena, simulatzaile bidezko ebazpena, laborategiko saiakerak eta txostena idazteko behar izan den denbora izan dira. Atazen barruan azpiatazak definitu dira, atazetan zehar egin diren faseak argi ikusteko. Hasiera data otsaileko bigarren astea izan zen, bukaera uztaileko hirugarren astea izan zen.

1. Taula: Gantt-en kronograma.

ATAZAK	ASTEAK																
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
IKASKETA																	
Destilazioaren ikasketa																	
Informazioa bilatu																	
Adibideak ulertu																	
ESKUZ																	
McCabe Thiele																	
Ekuzio enpirikoak																	
SIMULATZAILEA																	
DSTWU																	
RADFRAC																	
LABORATEGIKOA																	
Hasierako ezagutza																	
Saiakerak																	
IDATZIKOA																	
Txostena idaztea																	

2.4. KALKULUAK, ALGORITMOAK

Ebatziko den prozesuaren hasierako datuak hurrengoak dira:

- Etanol-ur nahaste bitarra (%15 etanola moletan adierazita)
- Elikadura emaria: 15 L/h

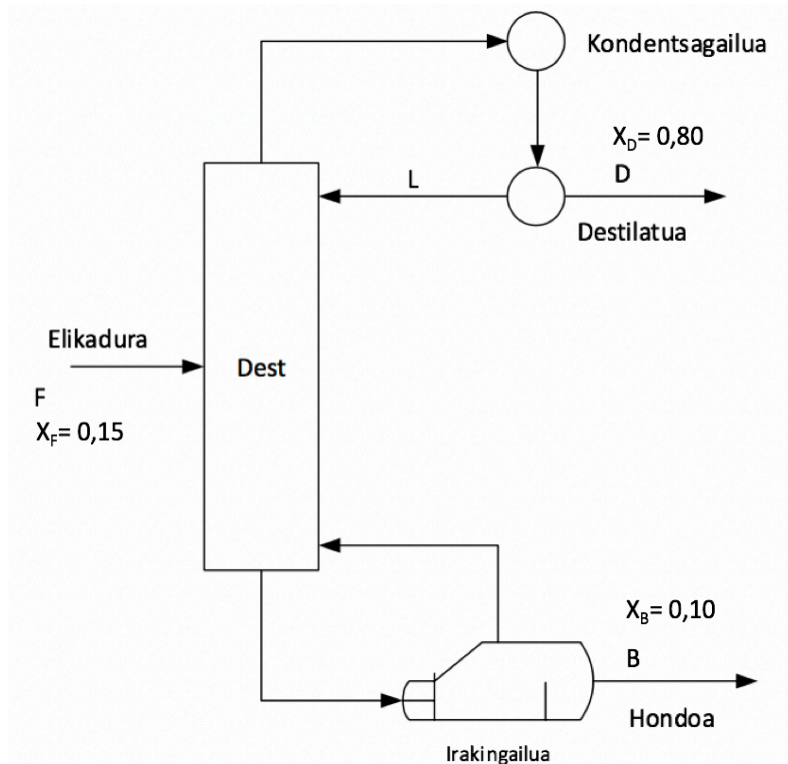
Prozesu honek helburu zehatz bi ditu:

- Destilatuan etanolaren purutasuna % 80 izatea eta,
- Hondoan etanolaren purutasuna % 10 izatea moletan.

Helburuak lortzeko elikadura likidoa baldintza bitan aztertuko da, burbuila tenperaturan (78 °C) eta giro tenperaturan (25 °C) elikatuta. Maila esperimentalean buruturiko lanean, elikadura zutabeen zehar elikadura puntu ezberdinetan elikatuko da: goialdean, erdian eta behealdean. Horrez gain, errefluxu tasa eta karga galera ezberdinak aztertuko dira.

Eszenatoki hau 3 ikuspuntu ezberdinetatik aztertuko da:

1. Eskuzko ebazpen grafikoak erabiliz.
2. Simulazio bitartez
3. Laborategi mailako planta pilotu automatizatu bat erabiliz



20. Irudia: Aztertu den destilazio prozesuaren eskema.

2.4.1 ESKUZKO EBAZPENAK

Kalkuluak burutu baino lehen datuak unitate egokietan izan behar dira ebazpena burutzeko horretarako elikadura L/h-tik mol/h-ra aldatu behar da. Kalkulu hori lehenengo eranskinean burutu da.

Burbuila tenperaturan (78 °C) elikadura molarra (F) 612, 94 mol/h dira. Irteerako emariak kalkulatzeko sarrerako eta irteerako emarien arteko materia balantzea egin da, hau da, elikadura berdin destilatua gehi hondarra.

$$F = D + B$$

$$\begin{cases} F x_{etanol} = D x_{etanol} + B x_{etanol} \\ F x_{H_2O} = D x_{H_2O} + B x_{H_2O} \end{cases} \rightarrow$$

$$\begin{cases} 612,94 \frac{mol}{h} \cdot 0,15 = 0,8 \cdot D + 0,1 \cdot B \\ 612,94 \frac{mol}{h} \cdot 0,85 = 0,2 \cdot D + 0,9 \cdot B \end{cases}$$

$$D = 43,78 \frac{mol}{h}, \quad B = 569,16 \frac{mol}{h}$$

Giro tenperaturan (25 °C) elikadura molarra (F) 622,69 mol/h dira. Irteerako emariak kalkulatzeko sarrerako eta irteerako emarien arteko materia balantzea egin da, hau da, elikadura berdin destilatua gehi hondarra.

$$F = D + B$$

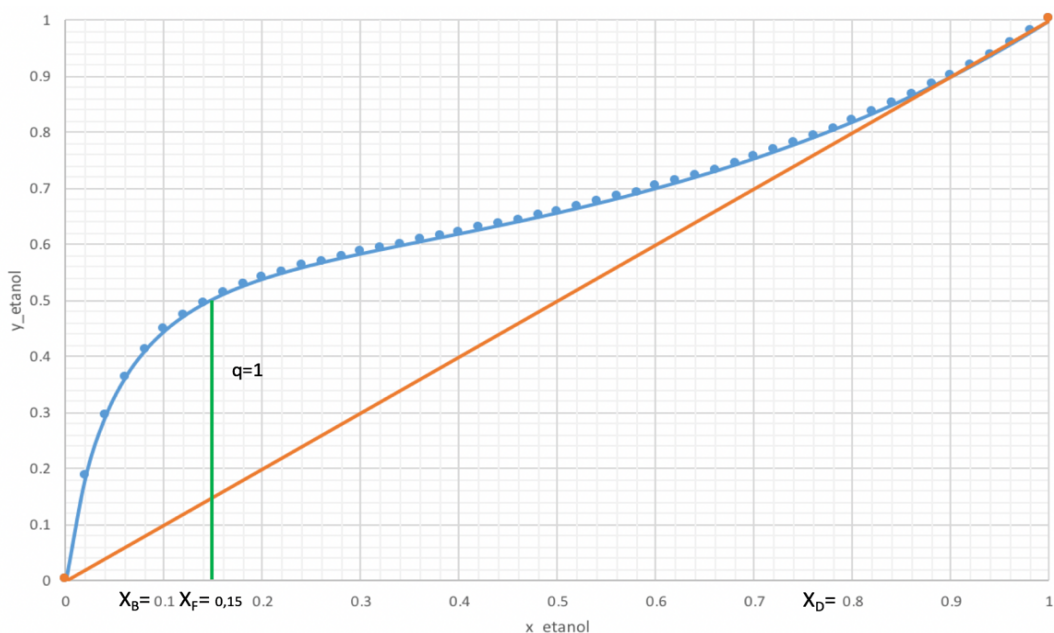
$$\begin{cases} F x_{etanol} = D x_{etanol} + B x_{etanol} \\ F x_{H_2O} = D x_{H_2O} + B x_{H_2O} \end{cases} \rightarrow$$

$$\begin{cases} 622,69 \frac{mol}{h} \cdot 0,15 = 0,8 \cdot D + 0,1 \cdot B \\ 622,69 \frac{mol}{h} \cdot 0,85 = 0,2 \cdot D + 0,9 \cdot B \end{cases}$$

$$D = 44,48 \frac{mol}{h}, \quad B = 578,21 \frac{mol}{h}$$

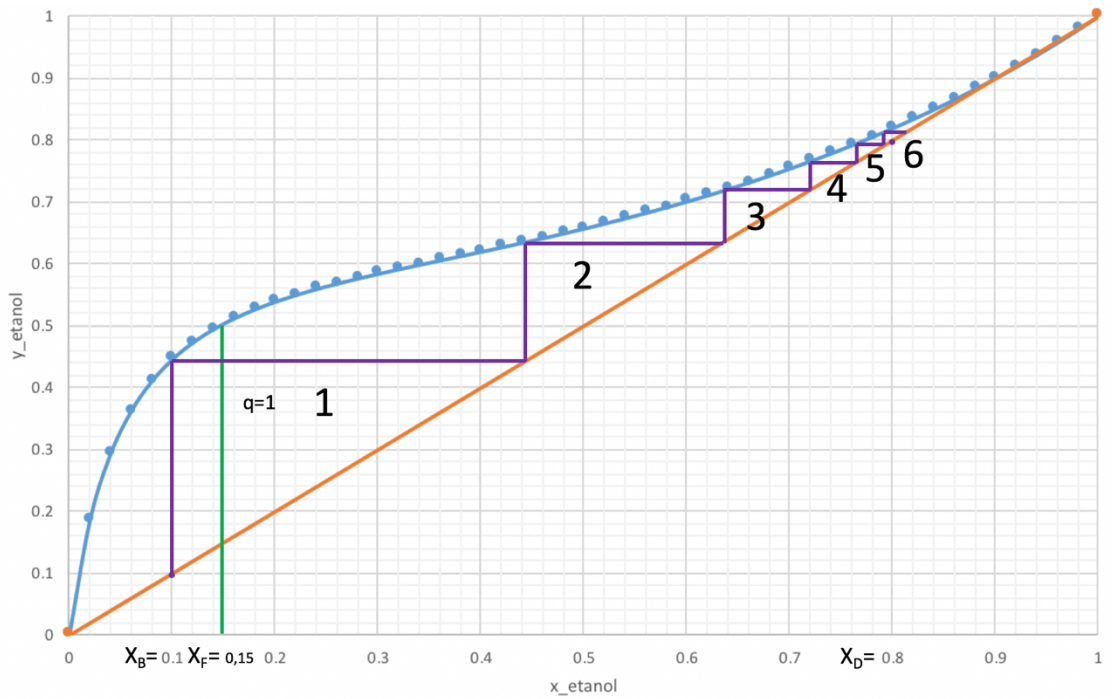
2.4.1.1. McCabe Thiele

Burbuila tenperaturan (78°C) egingo da lehen azterketa, bertan elikadura likidua asean denez $q = 1$ izango da eta grafikoan lerro bertikal baten bidez adieraziko da.



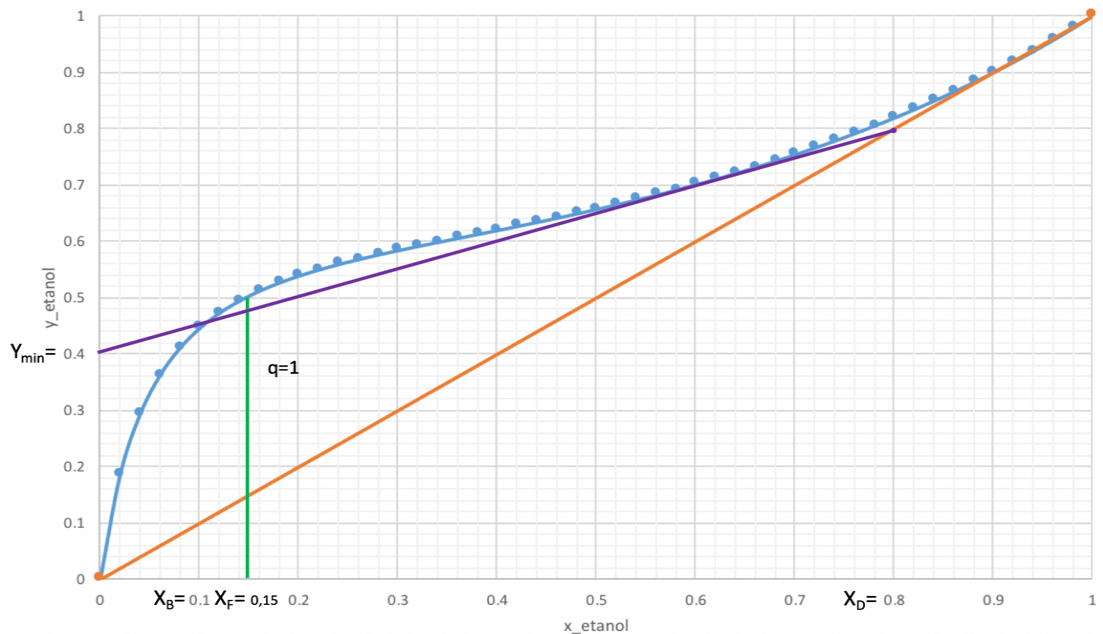
1. Grafikoa: Elikadura zuzena diagraman.

Hasteko, etapa minimo kopurua kalkulatu da eskailerak eginez, horretarako $y=x$ zuzena operazio zuzentzat hartuko da eta oreka lerroarekin etapak lortuko dira. Lortutako etapa minimo kopurua 6 izango da.



2. Grafikoa: Etapa kopuru minimoa.

Jarraian errefluxu tasa minimoa kalkulatu da, kasu honetan doitze erremuko zuzena eta oreka kurba ukitzaile izango dira nahastea azeotropikoa delako. Doitze-zuzenak ordenatu ardatza ebakitzen duen puntuan Y_{\min} balioa lortuko da.



3. Grafikoa: Y_{\min} puntua diagraman.

- Doitze-eremuko ekuazioa

$$y = \frac{R}{R+1} X_n + \frac{X_D}{R+1}$$

- Doitze-eremuko ekuazioa ($X_n=0$)

$$y_{min} = \frac{X_D}{R_{min} + 1} \rightarrow R_{min} = \frac{X_D}{y_{min}} - 1 = \frac{0,8}{0,4} - 1 = 1$$

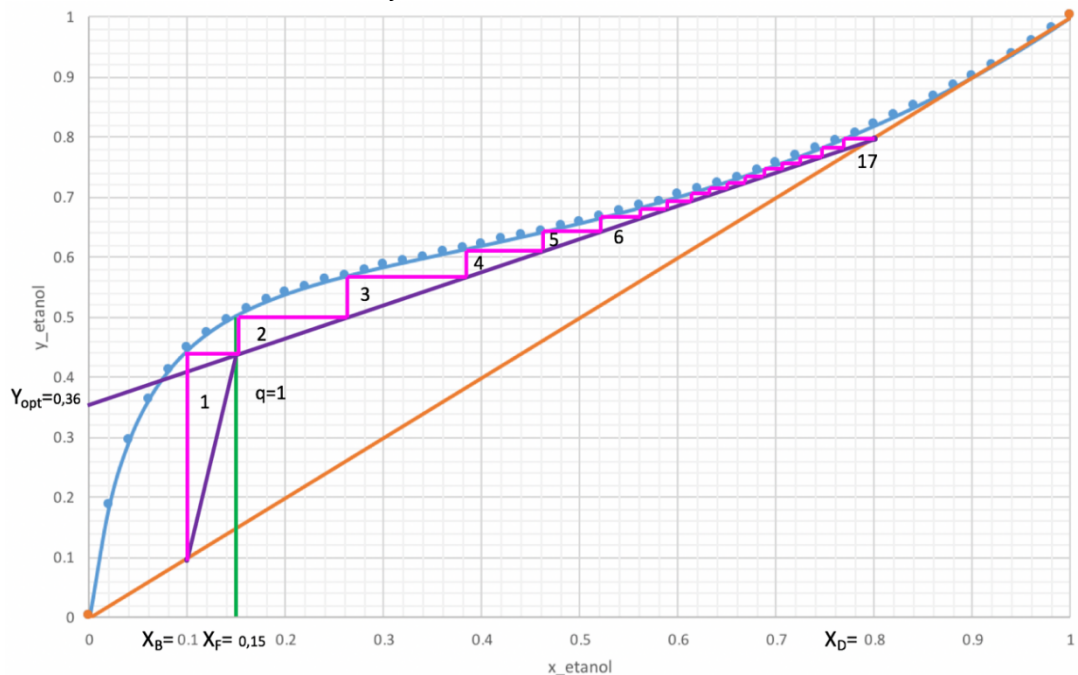
Arestian aipatu den bezala, lege heuristikoetan oinarrituta, errefluxu-tasa balio optimoa errefluxu-tasa minimoa baino 1,1-1,5 bider altuagoa izango da, balio hau ezagututa Y_{opt} balioa lortuko da doitze eremuko ekuazioa erabiliz. Errefluxu-tasa optimoa errefluxu-tasa minimoa baino 1,2 eta 1,5 denean etapa kopuru optimoak kalkulatu dira.

Errefluxu-tasa optimoa minimoa baino 1,2 bider altuagoa denean.

$$R_{opt} = 1,2 \cdot R_{min} = 1,2 \cdot 1 = 1,2$$

Doitze-eremuko zuzenaren y_{opt} -en balioa x-ren balioa 0 denean R_{opt} ordezkatzuz:

$$y_{opt} = \frac{X_D}{R_{opt} + 1} = \frac{0,8}{1,2 + 1} = 0,36$$



4. Grafikoa: Etapa optimo kopurua eta elikadura etapa optimoa ($R=1,2R_{min}$).

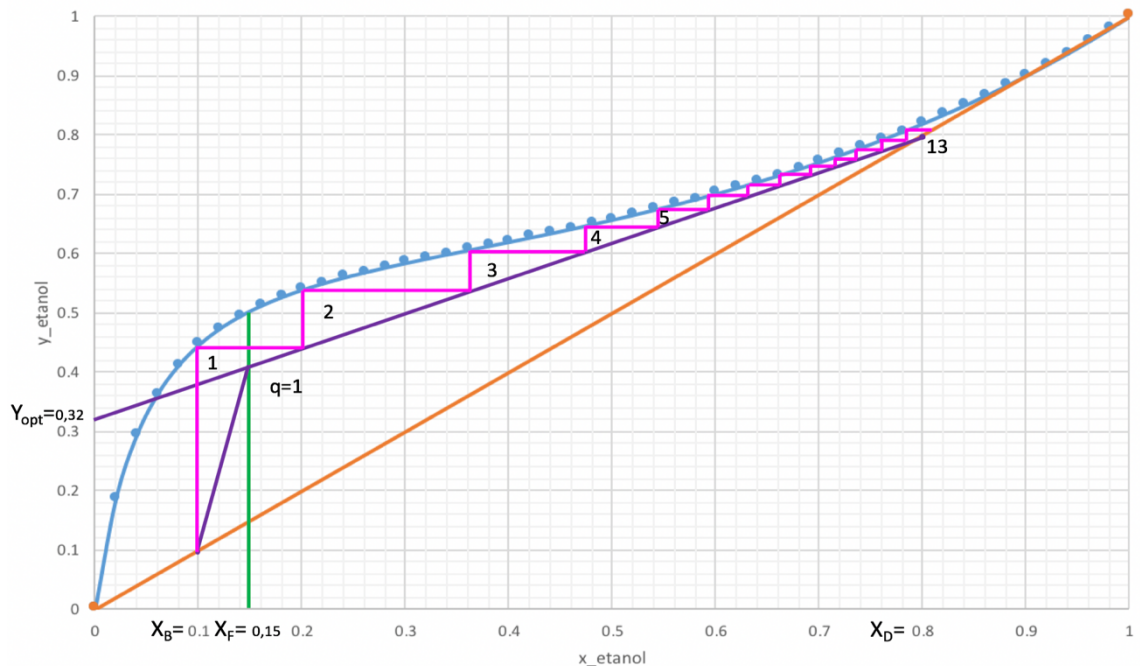
Errefluxu-tasa minimoa baino 1,2 bider altuagoa denean, etapa kopuru optimoa 17 izango da. Elikadura etapa optimoa lehenengoa baina ia bigarrena izango da (irakingailuaren ondorengo etapa).

Errefluxu-tasa optimoa minimoa baino 1,5 bider altuagoa denean

$$R_{opt} = 1,5 \cdot R_{min} = 1,5 \cdot 1 = 1,5$$

Doitze-eremuko zuzenaren y_{opt} -en balioa x -ren balioa 0 denean R_{opt} ordezkatzuz:

$$y_{opt} = \frac{X_D}{R_{opt} + 1} = \frac{0,8}{1,5 + 1} = 0,32$$



5. Grafikoa: Etapa optimo kopurua eta elikadura etapa optimoa ($R=1,5R_{min}$).

Errefluxu-tasa minimoa baino 1,5 bider altuagoa denean etapa kopuru optimoa 13 izango da eta lehenengoa izango da elikadura etapa optimoa (irakingailuan bertan).

Burbuila tenperaturan egin diren kalkulu berdinak giro tenperaturan egingo dira tenperatura ezberdinetan elikatzeak duen eragina aztertzeko.

Giro tenperaturan (25°C) elikadura likidoa azpihoztua denez $q>1$ izango da. Adierazpeneko batz-besteko balio guztiak lehenengo eranskinean kalkulatu dira.

- Elikadura zuzeneko parametroa (q)

$$q = 1 + \frac{\bar{c}_p(T_b - T_F)}{\lambda} = 1 + \frac{80,93 \text{ J/mol K} \cdot (78^{\circ}\text{C} - 25^{\circ}\text{C})}{40,3425 \text{ kJ/mol} \cdot \frac{1000\text{J}}{1\text{kJ}}} = 1,106$$

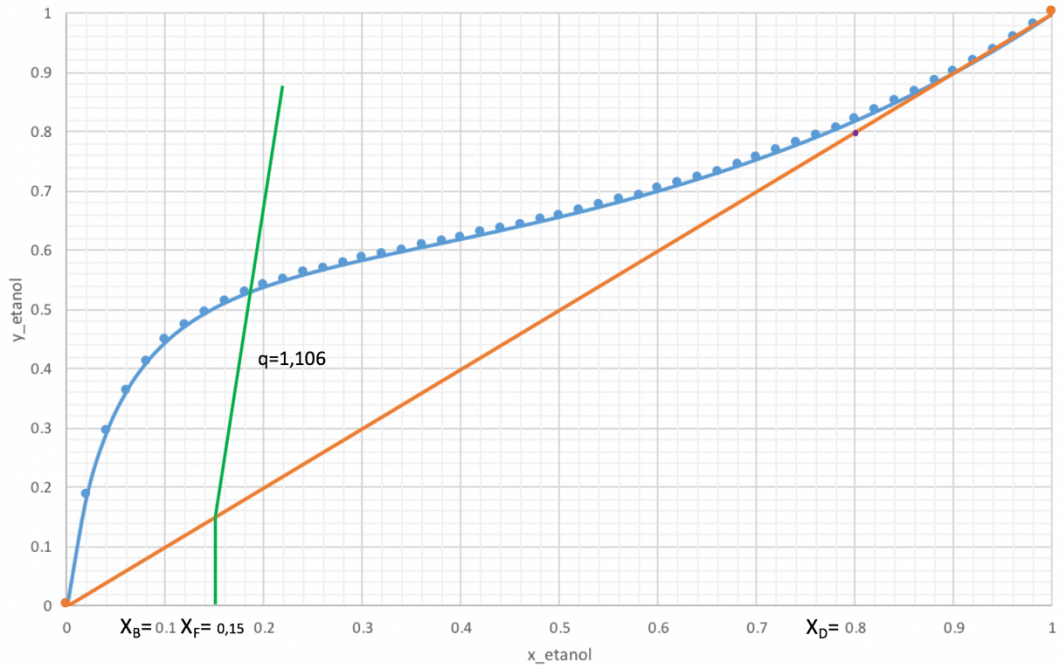
- Elikadura zuzena

$$y = -\frac{q}{1-q}x + \frac{X_F}{1-q} = -\frac{1,106}{1-1,106} \cdot x + \frac{0,15}{1-1,106} \rightarrow y = 10,405x - 1,411$$

Elikadura zuzena grafikan adierazteko balioak emanez egingo da, ordenatu ardatzari hiru balio emanez.

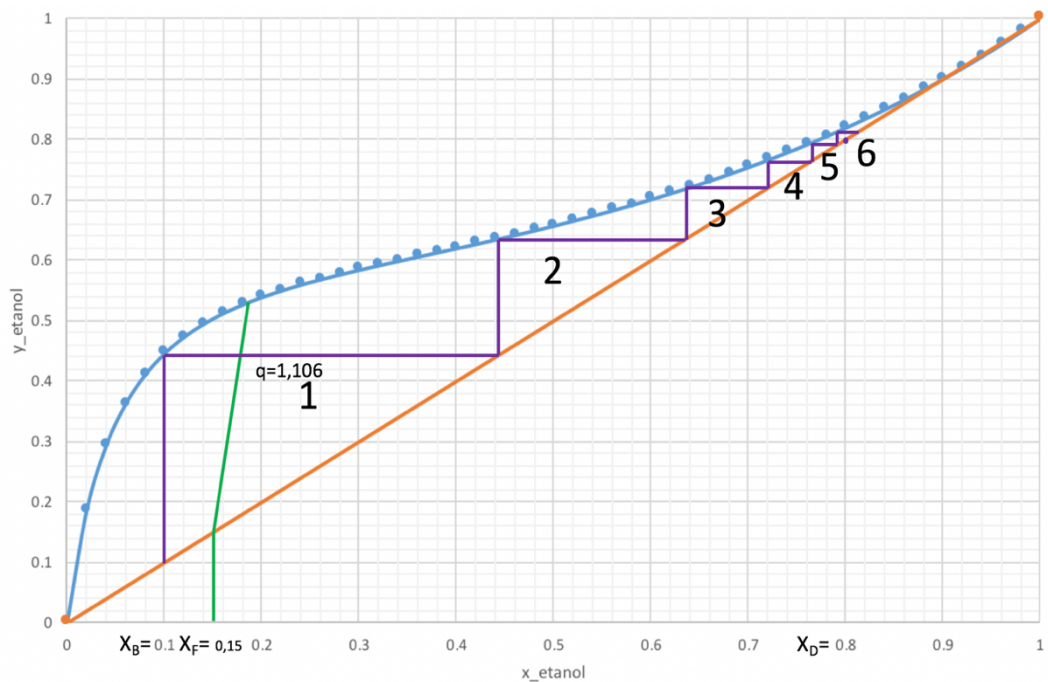
2. Taula: Elikadura zuzenaren balioak.

y	x
0	0,136
0,675	0,20
0,88	0,22



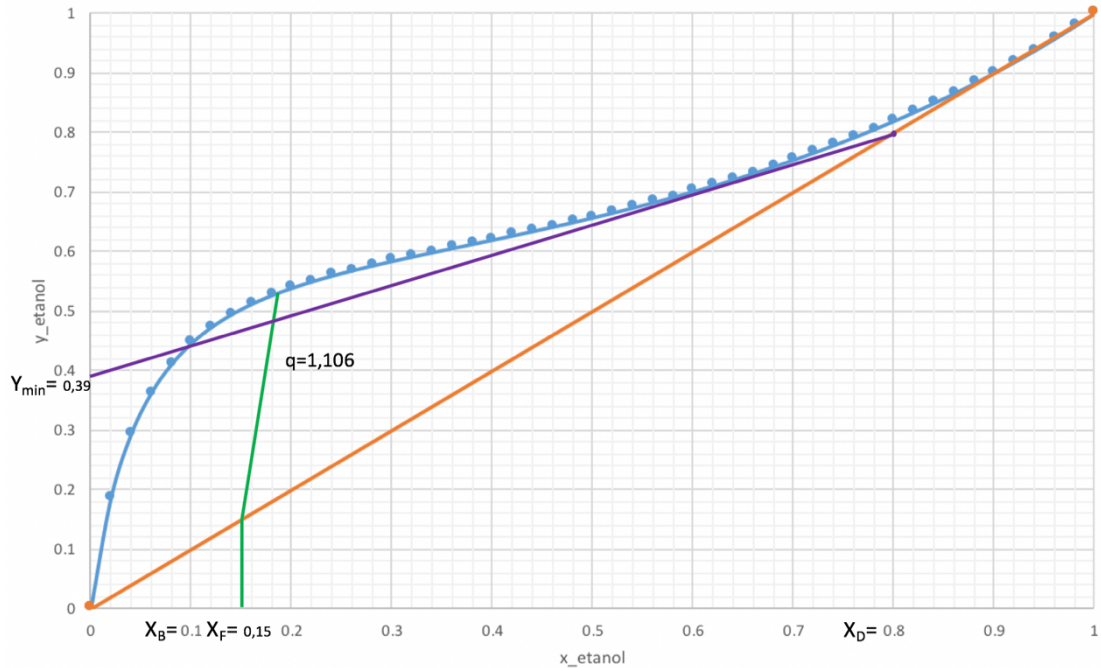
6. Grafikoa: Elikadura zuzena diagraman.

Etapa minimo kopurua aurreko kasuan kalkulatuakoaren berdina izango da oreka kurba eta operazio lerroak berdinak direlako, beraz, etapa minimo kopurua 6 izango da.



7. Grafikoa: Etapa minimo kopurua.

Burbuila tenperaturan egin den moduan errefluxu tasa minimoa kalkulatu da, kasu honetan ere doitze erremuko zuzena eta oreka kurba ukitzaile izango dira nahastea azeotropikoa delako. Doitze-zuzenak ordenatu ardatza ebakitzen duen puntuan Y_{min} balioa lortuko da.



8. Grafikoa: Ymin puntua diagraman.

- Doitze-eremuko ekuazioa

$$y = \frac{R}{R+1} X_n + \frac{X_D}{R+1}$$

- Doitze eremuko ekuazioa ($X_n=0$)

$$y_{min} = \frac{X_D}{R_{min} + 1} \rightarrow R_{min} = \frac{X_D}{y_{min}} - 1 = \frac{0,8}{0,39} - 1 = 1,0513$$

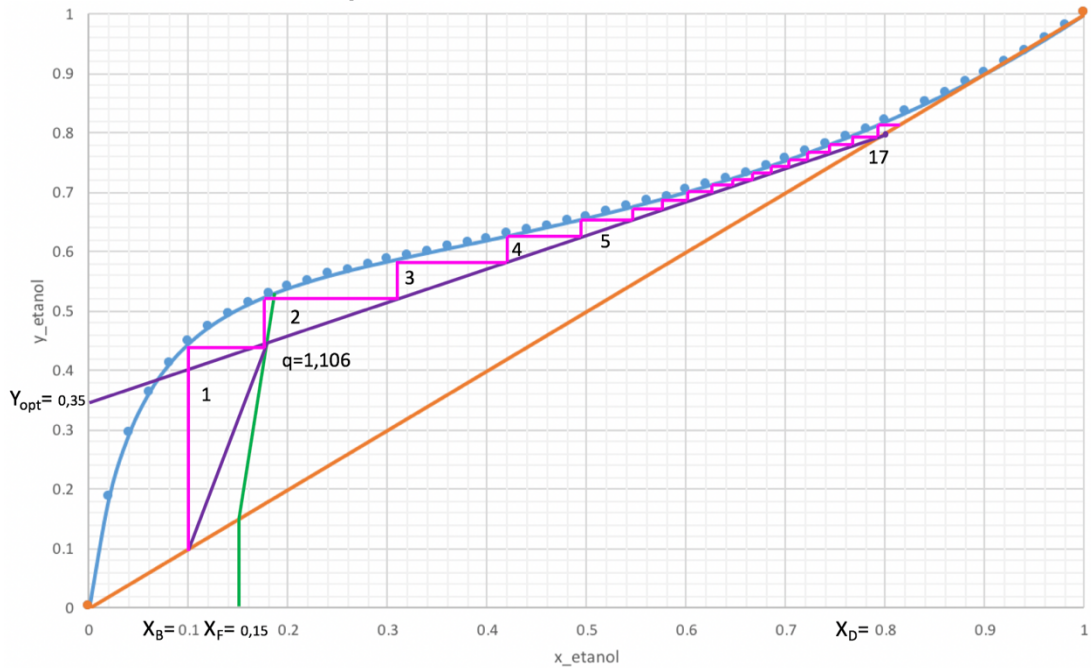
Burbuila tenperaturan egin den bezala, lege heuristikoetan oinarrituta, errefluxu-tasa balio optimoa errefluxu-tasa minimoa baino 1,1-1,5 bider altuagoa izango da, balio hau ezagututa Y_{opt} balioa lortuko da doitze eremuko ekuazioa erabiliz. Errefluxu-tasa optimoa errefluxu-tasa minimoa baino 1,2 eta 1,5 denean etapa kopuru optimoak kalkulatu dira.

Errefluxu-tasa optimoa minimoa baino 1,2 bider altuagoa denean.

$$R_{opt} = 1,2 \cdot R_{min} = 1,2 \cdot 1,0513 = 1,2615$$

Doitze-eremuko zuzenaren y_{opt} -en balioa x-ren balioa 0 denean R_{opt} ordezkatzuz:

$$y_{opt} = \frac{X_D}{R_{opt} + 1} = \frac{0,8}{1,2615 + 1} = 0,3537$$



9. Grafikoa: Etapa optimo kopurua eta elikadura etapa optimoa ($R=1,2R_{min}$).

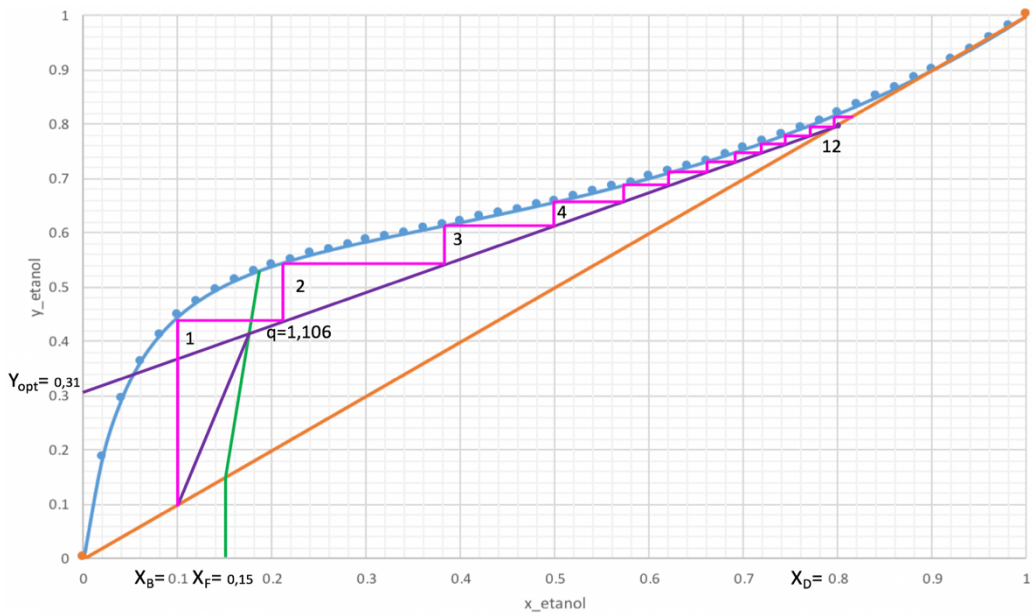
Errefluxu-tasa minimoa baino 1,2 bider altuagoa denean, etapa kopuru optimoa 17 izango da. Elikadura etapa optimoa bigarrena izango da lehenengotik oso hurbil.

Errefluxu-tasa optimoa minimoa baino 1,5 bider altuagoa denean

$$R_{opt} = 1,5 \cdot R_{min} = 1,5 \cdot 1,0513 = 1,5770$$

Doitze-eremuko zuzenaren y_{opt} -en balioa x-ren balioa 0 denean R_{opt} ordezkatzuz:

$$y_{opt} = \frac{X_D}{R_{opt} + 1} = \frac{0,8}{1,5770 + 1} = 0,3104$$



10. Grafikoa: Etapa optimo kopurua eta elikadura etapa optimoa ($R=1,5R_{min}$).

Errefluxu-tasa minimoa baino 1,5 bider altuagoa denean, etapa kopuru optimoa 12 izango da. Elikadura etapa optimoa lehenengo izango da.

2.4.1.1. Ekuazio empirikoak

Lehenengo azterketa burbuila tenperaturan (78°C) egingo da ekuazio empirikoak erabiliz. Lurrun presioak lehenengo eranskinean kalkulatu dira.

- Lurrunkortasun erlatiboa

$$\alpha = \frac{P^{\circ}_{\text{etanol}}}{P^{\circ}_{\text{H}_2\text{O}}} = \frac{0,9952 \text{ bar}}{0,4339 \text{ bar}} = 2,2936$$

Lurrun presioa ezagututa nahaste bitar honen errefluxu minimoa zehaztu daiteke.

- Errefluxu minimoa

$$R_{min} = \frac{1}{\alpha - 1} \left(\frac{x_{LD}}{x_{LF}} - \frac{\alpha(1 - x_{LD})}{(1 - x_{LF})} \right) = \frac{1}{2,2936 - 1} \left(\frac{0,8}{0,15} - \frac{2,2936(1 - 0,8)}{(1 - 0,15)} \right)$$

$$R_{min} = 3,7057$$

- Etapa minimo kopurua

$$N_{min} + 1 = \frac{\ln \left[\left(\frac{x_{LK}}{x_{HK}} \right)_D \left(\frac{x_{HK}}{x_{LK}} \right)_B \right]}{\ln(\alpha_{LK/HK})_{AVG}} = \frac{\ln \left[\left(\frac{x_{LK}}{x_{HK}} \right)_D \left(\frac{x_{HK}}{x_{LK}} \right)_B \right]}{\ln(\alpha_F \alpha_D \alpha_B)^{1/3}} = \frac{\ln \left[\left(\frac{0,8}{0,2} \right)_D \left(\frac{0,9}{0,1} \right)_B \right]}{\ln(2,2936^3)^{1/3}} \rightarrow$$

$$N_{min} = 3,3168$$

- Elikadura etapa optimoa

Etapa kopuru optimoa ezaguna ez denez etapa kopuruak (N) suposatu dira kalkuluak egin ahal izateko. Kirkibide eta Akashah ekuazioetatik elikadura etapa gainetik dauden etapa teorikoak (m) eta elikadura etapa azpitik dauden etapa teorikoak (p) balioen arteko erlazioak lortu dira, tauletako emaitzak lortzeko erlazioez gain, ekuazio sistema sortzeko, $N = m + p$ ekuazioa erabili da.

$$\frac{m}{p} = \left(\left(\frac{B}{D} \right) \left(\frac{x_{HK}}{x_{LK}} \right)_F \left(\frac{x_{LKB}}{x_{HKD}} \right)^2 \right)^{0,206} = \left(\left(\frac{569,16 \text{ mol/h}}{43,78 \text{ mol/h}} \right) \left(\frac{0,85}{0,15} \right)_F \left(\frac{0,1}{0,2} \right)^2 \right)^{0,206}$$

$$= 1,8223$$

3. Taula: Kirkibide emaitzak.

N	m	p
5	3,2284	1,7761
10	6,4567	3,5433
15	9,6852	5,3148
20	12,9136	7,0864
25	16,1420	8,8580
30	19,3704	10,6296

$$m = p - 0,5 \log_{10}(N)$$

4. Taula: Akashah emaitzak.

N	m	p
5	2,6747	2,3252
10	5,25	4,75
15	7,7940	7,2060
20	10,3253	9,6747
25	12,8495	12,1505
30	15,3693	14,6307

Burbuila tenperaturan (78°C) egingo den bezala giro tenperaturan (25 °C) egingo da azterketa ekuazio enpirikoak erabiliz. Lurrin presioak lehenengo eranskinean kalkulatu dira.

- Lurrunkortasun erlatiboa

$$\alpha = \frac{P^{\circ}_{etanol}}{P^{\circ}_{H_2O}} = \frac{0,07818 \text{ bar}}{0,03138 \text{ bar}} = 2,4911$$

Lurrun presioa ezagututa nahaste bitar honen errefluxu minimoa zehaztu daiteke.

- Errefluxu minimoa

$$R_{min} = \frac{1}{\alpha - 1} \left(\frac{x_{LD}}{x_{LF}} - \frac{\alpha(1 - x_{LD})}{(1 - x_{LF})} \right) = \frac{1}{2,4911 - 1} \left(\frac{0,8}{0,15} - \frac{2,4911(1 - 0,8)}{(1 - 0,15)} \right)$$

$$R_{min} = 3,1837$$

- Etapako minimo kopurua

$$N_{min} + 1 = \frac{\ln \left[\left(\frac{x_{LK}}{x_{HK}} \right)_D \left(\frac{x_{HK}}{x_{LK}} \right)_B \right]}{\ln(\alpha_{LK/HK})_{AVG}} = \frac{\ln \left[\left(\frac{x_{LK}}{x_{HK}} \right)_D \left(\frac{x_{HK}}{x_{LK}} \right)_B \right]}{\ln(\alpha_F \alpha_D \alpha_B)^{1/3}} = \frac{\ln \left[\left(\frac{0,8}{0,2} \right)_D \left(\frac{0,9}{0,1} \right)_B \right]}{\ln(2,4911^3)^{1/3}} \rightarrow$$

$$N_{min} = 2,9262$$

- Elikadura etapa optimoa

Etapako kopuru optimoa ezaguna ez denez etapa kopuruak suposatuta dira kalkuluak egin ahal izateko. Kirkibide eta Akashah ekuazioetatik elikadura etapa gaitetik dauden etapa teorikoak (m) eta elikadura etapa azpitik dauden etapa teorikoak (p) balioen arteko erlazioak lortu dira, tauletako emaitzak lortzeko erlazioez gain, ekuazio sistema sortzeko, $N = m + p$ ekuazioa erabili da.

$$\frac{m}{p} = \left(\left(\frac{B}{D} \right) \left(\frac{x_{HK}}{x_{LK}} \right)_F \left(\frac{x_{LKB}}{x_{HKD}} \right)^2 \right)^{0,206} = \left(\left(\frac{578,21 \text{ mol/h}}{44,48 \text{ mol/h}} \right) \left(\frac{0,85}{0,15} \right)_F \left(\frac{0,1}{0,2} \right)^2 \right)^{0,206}$$

$$= 1,8223$$

5. Taula: Kirkibide emaitzak.

N	m	p
5	3,2284	1,7761
10	6,4567	3,5433
15	9,6852	5,3148
20	12,9136	7,0864
25	16,1420	8,8580
30	19,3704	10,6296

$$m = p - 0,5 \log_{10}(N)$$

6. Taula: Akashah emaitzak.

N	m	p
5	2,6747	2,3252
10	5,25	4,75
15	7,7940	7,2060
20	10,3253	9,6747
25	12,8495	12,1505
30	15,3693	14,6307

2.4.2 SIMULAZIO BIDEZKOA

2.4.2.1 DSTWU

NRTL metodoa aukeratuta emari molarrak eta presioa zehaztu dira helburu zehatz bat lortzeko, hau da, % 80 etanol destilatuan (D) eta % 10 etanol hondarrean (B), elikadura % 15a etanola izanik ur nahaste bitarrean. Ezagunak diren balioak zehaztuta errefluxu tasa balioa zehazten da, balioa hau aldakorra izango da etapa kopurua eta elikadura etapa optimoa zehaztu arte.

Simulazioa burutzerakoan sistemak 10 etapa dituela eta elikadura etapa optimoa hamaikagarren etapa dela ebatzi du, soluzio hau ezinezkoa da. Sistema eta sisteman zehar egin diren errore sistematikoak aztertu ondoren errorerik ez dagoela ondorioztatu da baina destilazio dorrearen emaitzak ez dira logikoak. Erabilitako errefluxu tasa 1,5 izan da.

Sistema behin eta berriz aztertu ondoren, etanol ur nahastea oso ez-ideala dela ikusi da. Aurreko ataleko kalkuletan ez dela kontuan izan eta lortutako emaitzak ezin dute zuzenak izan, adibidez ekuazio enpirikoetatik lortutako emaitzak.

DSTWU destilazio zutabea ekuzio enpirikoetan oinarritzen da (Winn-Underwood-Gilliland ekuazioak) eta ekuazio hauek nahaste idealentzat dira baliogarriak. Ez-idealitasunak agertzean eredu honek huts egiten du. Adibidez, lurrunkortasun erlatiboa kalkulatzeko (α), ekuazio enpirikoekin egin bezala, lurren presioen arteko zatiketa egiten du. Zatiketa hori nahastea ideala denean baino ez da baliagarria. Lurrunkortasun erlatiboaren adierazpen zuzena konposatuen arteko lurren-likido faseen frakzioen zatiketa izango litzateke, hau da, K_A/K_B .

- K faktorea

$$K_i = y_i/x_i$$

y_j : Lurren frakzioa

x_j : Likido frakzioa

Adierazpena Raoult-en legea erabiliz sinplifikatzen da nahaste idealetarako lurren presioen arteko zatiketa moduan adieraziz. Raoult-en legeak lurren presioa bider fase likidoko frakzio molarra presio partzialaren berdina dela dio, nahaste idealetan baino ez da erabilgarria.

- Raoult-en legea

$$P_A = x_A \cdot P_A^\circ$$

- Lurrunkortasun erlatiboa nahaste ez-idealetarako

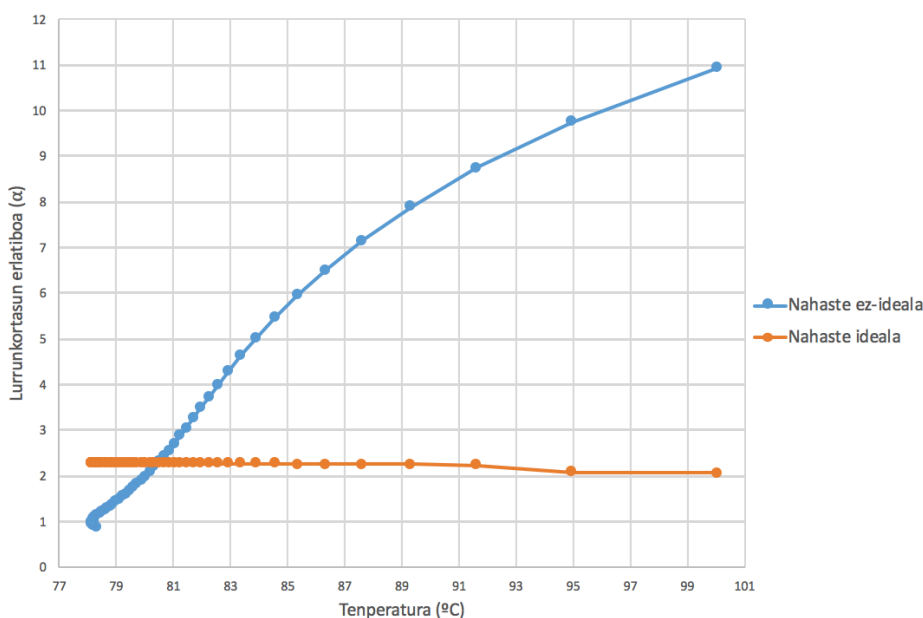
$$\alpha = \frac{K_A}{K_B} = \frac{y_A}{x_A} \cdot \frac{x_B}{y_B}$$

Adierazpen honi Raoult-en legea aplikatuz gero, nahastea ideala dela susposatuko da eta adierazpena hurrengoa izango da.

- Lurrunkortasun erlatiboa nahaste idealetarako

$$\alpha = \frac{K_A}{K_B} = \frac{y_A}{x_A} \cdot \frac{x_B}{y_B} = \frac{\frac{y_A}{x_A} \cdot P_{totala}}{\frac{y_B}{x_B} \cdot P_{totala}} = \frac{\frac{P_A}{x_A}}{\frac{P_B}{x_B}} = \frac{P_A^\circ}{P_B^\circ} \rightarrow \alpha = \frac{P_A^\circ}{P_B^\circ}$$

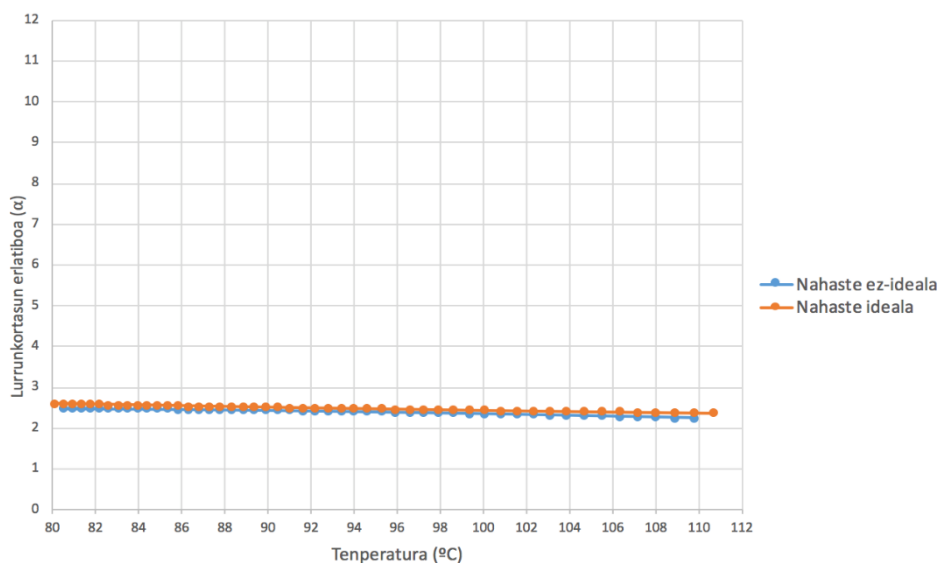
Nahaste ez-ideal batean susposaketa hori egiteak sortzen duen errorearen garrantzia aztertzeke etanol-ur nahastea ez-ideala eta tolueno-bentzeno nahaste idealaren lurrunkortasun erlatiboak alderatuko dira temperaturaren menpe. Etanolaren burbuila puntua 78 °C da eta urarena 100 °C; bentzenoaren burbuila puntua 80,1 °C da eta toluenoarena 110,6 °C.



11. Grafikoa: Etanol-ur nahastearen lurrunkortasun erlatiboa.

11. grafikoan etanol-ur nahastearen lurrunkortasun erlatiboa adierazten da nahaste ez-ideala denean kalkulaturik, Aspen simulatzailearen bitartez, eta nahaste ideala denean ekuazio enpirikokin kalkulaturik. Argi ikusi daiteke etanol-ur nahaste bitarra idealtzat hartzean egiten den errorea, errealitatean ez baita balio konstantea. Balio hori temperaturaren arabera bat eta hamaika balioen artean aldatzen da.

Nahaste ideal baten suposaketak benetako nahaste ideal baten duen eragina aztertzeko, bentzeno-tolueno nahastean suposaketa hori egiteak duen eragin eza aztertuko da.



12. Grafikoa: Tolueno-bentzeno nahastearen lurrunkortasun erlatiboak.

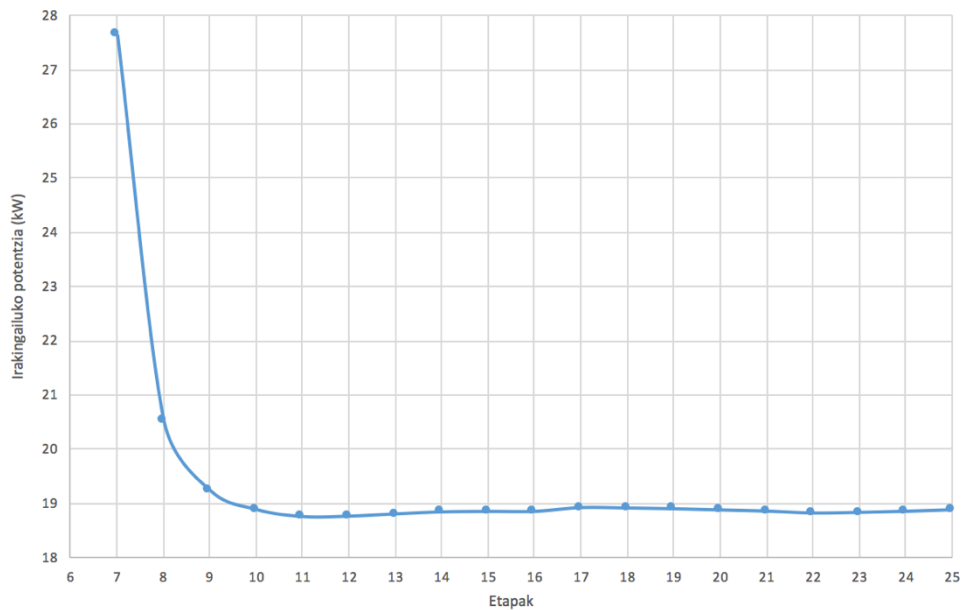
12. grafikoan argi ikusi daiteke nahaste idealaren suposaketak ez duela eraginik, nahasteak duen lurrunkortasun erlatiboan. Etanol-ur eta tolueno-bentzeno nahasteak aztertu ondoren, esan daiteke DSTWU destilazio zutabe teorikoa eta ekuazio enpirikoak ez direla baliagarriak nahaste ez idealentzat.

2.4.2.2. RADFRAC

Kasu honetan ere simulazioak NRTL metodoaren bitartez egin dira. Burutuko den simulazioan kondentsagailu osoa erabiliko da. Sarrerako elikadura emari molarra 612,94 mol/h da eta honen etanol frakzioa, 0,15; irteerako destilatu emarian etanol frakzioa 0,8 izan dadin definitu behar da. Behin dorrea definituta simulazioa burutzen da eta lortutako emaitzak aztertu behar dira.

Aspen simulatzaileari aldatu beharreko aldagai biak definitu behar zaizkio. Lehenengo *Vary*-an destilatutik lortu nahi den etanol ehunekoa sarreratik sartzen den etanolaren arabera definituko da; eta bigarren *Vary*-an, berreskuratu nahi den etanol kopurua finkatuz beharrezkoa den errefluxu balioa aldatu eta bilatuko da.

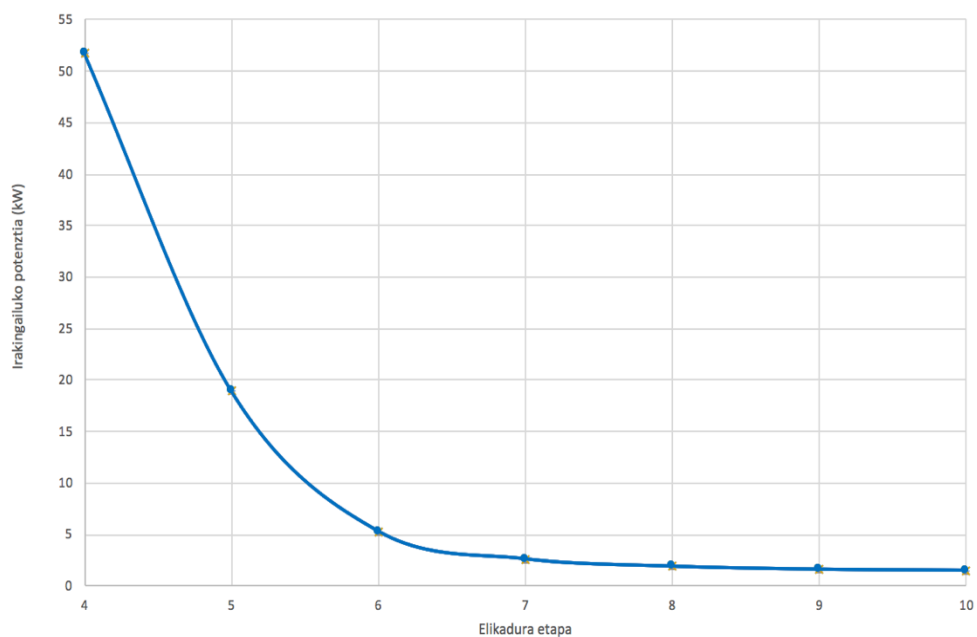
Sensitivity tresnaren bitartez etapa kopurua eta irakingailuko potentziaren arteko erlazio onena aurkitu da, tresna honek irakingailuko energia kontsumoa minimizatzeko etapa kopurua aurkitzen du. Alde batetik aldagaia izango den etapa kopurua definitu da eta bestetik optimizatu nahi den irakingailuko energia kontsumoa. 13. grafikoan aipatutako analisia burutu da.



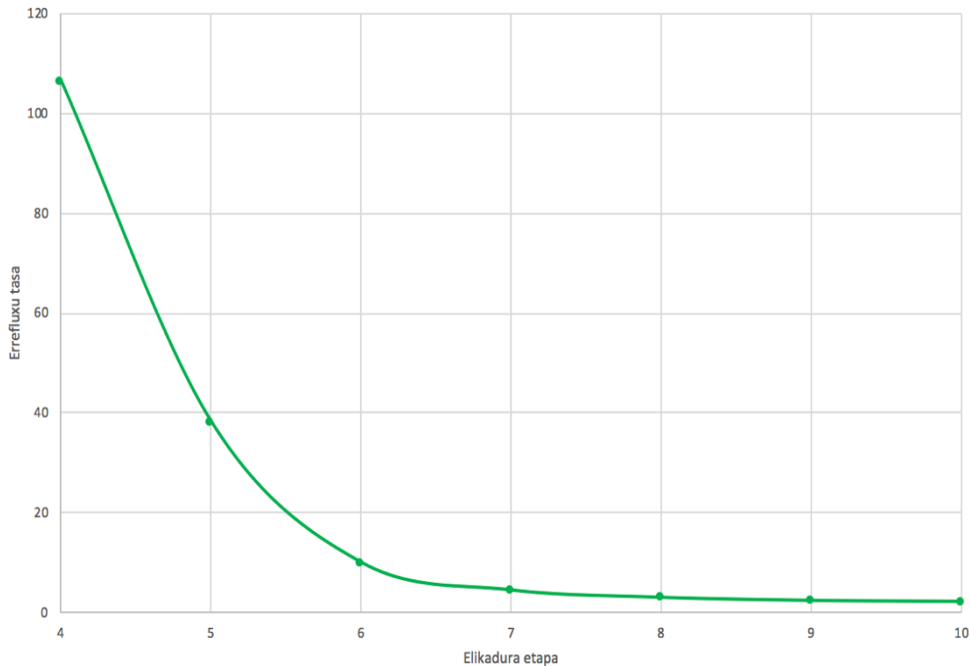
13. Grafikoa: Etapa kopurua irakingailuko potentziarekiko.

Analisa burutu ondoren etapa kopurua hamar baino txikiagoa denean irakingailuko potentzia esponentzialki hazten dela ondoriozta daiteke, bestalde, etapa kopurua hamar baino handiagoa denean irakingailuko potentzia ia konstante mantentzen da. Dorrearen diseinu puntu optimoa 10 etapa eta irakingailuko potentzia 18,87 kW denean da. Balio hauetatik urrun dorrea diseinatzen bada, energia kontsumo altuegia edo dorre egiteko kostu altuak ordaindu beharko dira.

Etapa kopurua hamar etapetan finkatu ostean elikadura etapa optimoa definitu behar da, horretarako beste *Sensitivity* analisi bat burutu behar da. Analisi honetan elikadura etapa optimoa irakingailuko potentziarekiko eta errefluxu tasa optimoarekiko aztertuko da.



14. Grafikoa: Elikadura etapa irakingailuko potentziarekiko.



15. Grafikoa: Elikadura etapa errefluxu tasarekiko.

Sensitivity analisi biak burutu ondoren, biek joera bera dutela ikusi da, hau da, 6. etapatik aurrera potentzia konstantea da eta 6. etapatik atzera berriz esponentzialki hasten da. Joera hau ikusita elikadura etapa optimoa seigarrena dela ondorioztatu daiteke, bertan errefluxu tasa 9,98 delarik eta irakingailuko potentzia berriz 5,31 kW. Beraz, simulazio eta optimizazio guztien ondoren, distilazio dorreak honako diseinu parametroak izan beharko lituzke:

7. Taula: RADFRAC zutabeko diseinu parametroak.

RADFRAC	
Etapakopurua	6
Elikadura etapa	5
Kondentsadore totala	Bai
Errefluxu-tasa	9,98
Elikaduratik destilaturako ratioa	0,071427
Potentzia (kW)	5,31
Destilatuko etanol frakzioa	0,799998
Hondarreko etanol frakzioa	0,100135

2.4.3. PROZEDURA ESPERIMENTALA

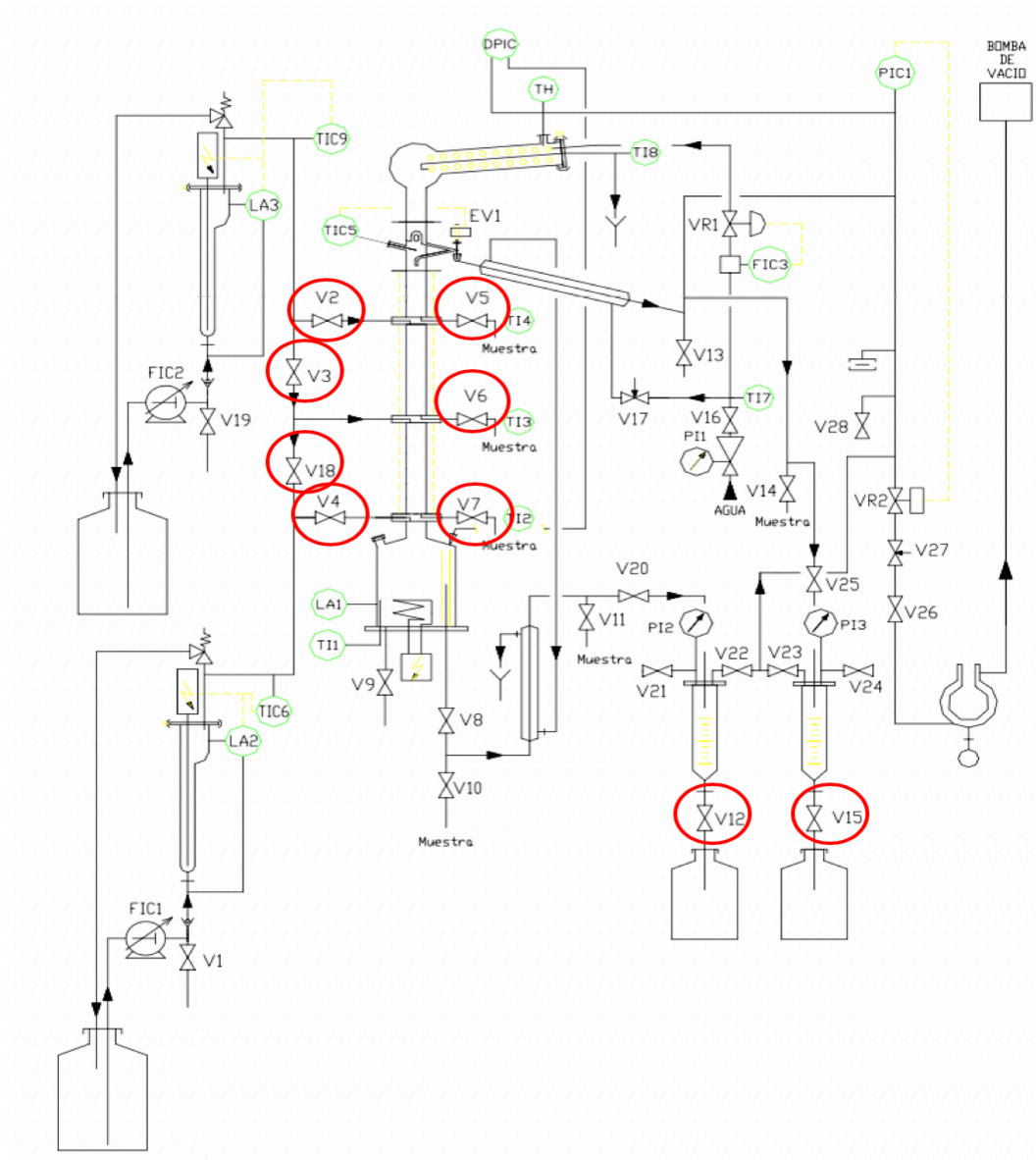
Eskuzko ebazpenean egin den bezala kasu honetan ere, elikadura giro tenperaturan eta nahastearen burbuila tenperaturan burutuko da. Kasu bakoitzean hiru aldagaien aldaketak duen eragina izango da aztergai; errefluxu tasa, elikadura puntua eta irakingailuaren potentzia. Aldagai guztien eraginak destilatuaren purutasunean duen eragina aztertuko da.

Dorrea elikatzeko bigarren bonba (5) erabili da (ikus 21. Irudia), lehengo bonbak erroreak eman baititu. Bigarren bonbak emaria dorrearen goialdetik elikatzen du,

emaria nondik elikatu aukeratzeko V2, V3, V4 eta V18 balbulak erabili dira. Goialdetik elikatzeke V2 balbula ireki eta beste guztiak itxi behar dira, erdialdetik elikatzeke V3 ireki, V4 eta V18 itxi eta V2 ireki edo itxi, azkenik behealdetik elikatzeke V3, V4 eta V18 ireki eta V2 ireki edo itxi. Dorrean zehar laginak hartzeko V5, V6 eta V7 balbulak erabili dira zehaztutako uneetan. Irteerako emarien neurketa V12 eta V15 balbulekin, probetak eta kronometroekin burutu da denbora tarte zehatz batean emariak neurtuz.

2.4.3.1. Bonba kalibrazioa

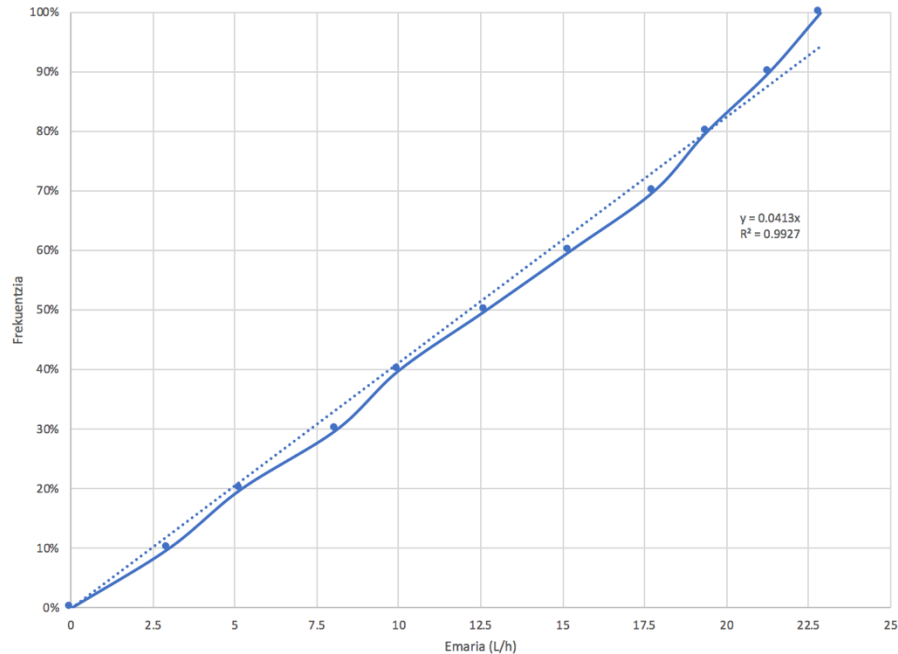
Elikadura 15 L/h-tan definitzeko bonbaren kalibrazioa egin behar da. Erabilitako bonba [7] Sera enpresako mintzdun bonba magnetikoa da, bonba mota hauek aurreratze elektrikoa duen potentzia handiko iman baten bitartez funtzionatzen dute; imanak oszilazio bitartez mekanikoki mintza bonbaren burura mugiarazten du emaria zehaztasunez dosifikatuz. Bonbaren gailkarga termikotik babesteko plastikozko karkasa sendoa du bonbaren inguruan.



21. Irudia: Balbulen eskema.

Erabilitako bonba kalibratzerako orduan arazo ugari izan ziren, bonbaren joan-etorria (*stroke*) eta frekuentzia zehazteko. Bonbaren joan-etorria balio finko baten utzi zen bonbak puntu horretan baino ez zuelako ongi funtzionatzen, aldagai bakarria frekuentzia izan zen eta ordenagailu software bidez kontrolatu zen.

Bonba kalibratzeko % 0-tik % 100-ra frekuentziak hamarnaka igoz egin da, kalibrazio zuzen bat lortuz. Kalibrazio zuzen horretan Excel programaren bitartez tendentzia zuzena eta bere ekuazioa lortu dira. Emaria hondarraren V12 balbula erabiliz neurtu da 0,2 L-ko bolumena finkatuz eta denbora neurtuz.



16. Grafikoa: Bonbaren kalibrazio zuzena.

Jarraia den zuzena esperimentalki lortutako datuak dira eta etena den zuzena tendentzia zuzena da. 15 L/h-ko emaria lortzeko tendentzia zuzenaren ekuaziotik frekuentziak % 62-koa izan behar duela lortu da. Bonbak izan dituen erroreeri aurre egiteko laborategiko frogak egin diren artean emariaren neurketak egin dira astero.

Bonbaren kalibrazioan lortutako % 62ko frekuentzia balioa erabiliz bonbako emaria frogatu da, denbora tarte zehatz batean emariak neurtuz. Lortutako batatz besteko emaria 16,53 L/h izan da, balio hau erabiliz egingo dira frogak guztiak.

2.4.3.2 Uholde baldintzak

Zutabearen uholde baldintzak irakingailuko ze potentzian lortzen dan jakin behar da. Horretarako irakingailua potentzia maximoan lanean jarrita dorreak gainezka egiten duen aztertu behar da errefluxu maximoa erabiliz. Dorrea potentzia maximoan, 2 kW, eta R maximoan jarrita ordu batez egon ostean dorrea ez da uholde baldintzetara heldu, horrek dorreak inoiz ez duela gainezka egingo adierazten du. Dorrean zehar izandako karga galera maximoaren batatz bestekoa 2,07 mbar izan da, balio horretatik zenbat eta hurbilago lan egin destilatu puruagoa lortuko da. Hasiera batean 1,85 mbar-eko karga galerekin egin dira saiakerak.

2.4.3.3 Errefluxu tasaren kalkulua

Planta pilotuak errefluxua definitzeko balbula bat erabiltzen du irekita eta itxita dagoen denboraren arabera errefluxu-tasa definitzen da. OUTPUT balioa balbula irekita dagoen denborari dagokio ehunekotan adierazita. Errefluxu-tasa kalkulatzeko erabiltzen den adierazpena hurrengoa da:

$$R = \frac{OUTPUT}{100 - OUTPUT}$$

Saiakeretan erabiliko diren errefluxu-tasa balioak 2, 4, 6 eta 8 dira. Balio horiek lortzeko OUTPUT balioak zeintzuk diren kalkulatu da.

8. Taula: OUTPUT eta errefluxu balioak.

R	OUTPUT (%)
2	66,7
4	80
6	85,7
8	88,9

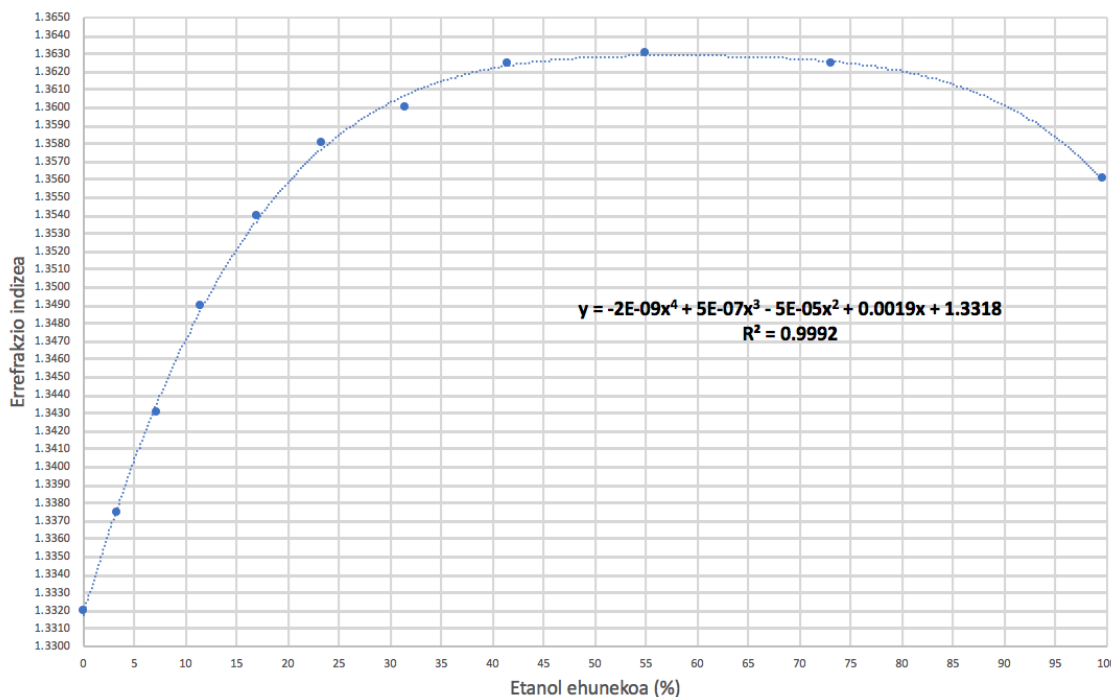
2.4.3.4. Errefraktometroaren kalibrazio kurba

Kalibrazio kurba etanol-ur nahaste bitarraren patroiak erabiliz sortu da. Patroiak 10 ml-ko bolumen oinarrian egin dira, 11 patroi erabili dira ur purutik hasita etanol purura arte.

9. Taula: Kalibrazio kurbako patroiak.

Etanol (ml)	Ura(ml)	% Etanola	Errefrakzio indizea
0	10	0	1.3320
1	9	3.28	1.3375
2	8	7.08	1.3430
3	7	11.56	1.3490
4	6	16.89	1.3540
5	5	23.35	1.3580
6	4	31.35	1.3600
7	3	41.51	1.3625
8	2	54.84	1.3630
9	1	73.08	1.3625
10	0	99.60	1.3560

Erabilitako patroietaik lortutako emaitzetatik (6. Taula), kalibrazio kurba eraiki da. Kurbak etanol-ur nahastearen errefrakzio indizea neurtuz edozein etanol ehuneko kalkulatzeko balio du. Horretarako, Excel programaren bidez kurbaren ekuazioa lortu da, $y = -2 \cdot 10^{-9} x^4 + 5 \cdot 10^{-7} x^3 - 5 \cdot 10^{-5} x^2 + 0,0019 x + 1,3318$. Kurba honek errorea ematen du errefrakzio indizea (y) 1,3625 baino handiagoa denean, balio horiek kalkulatu behar izan direnean grafikoki egin da.



17. Grafikoa: Errefraktometroaren kalibrazio kurba.

2.4.3.5. Saiakerak

Elikadura tenperatura bakoitzarekin, giro tenperaturan eta burbuila tenperaturan; errefluxu tasa, dorreko karga galera eta elikadura puntua aldatuko dira. Aldagaietako baten balioak aldatuko dira beste biak konstante mantentzen diren bitartean aldagai horren aldaketak duen eragina aztertzeko.

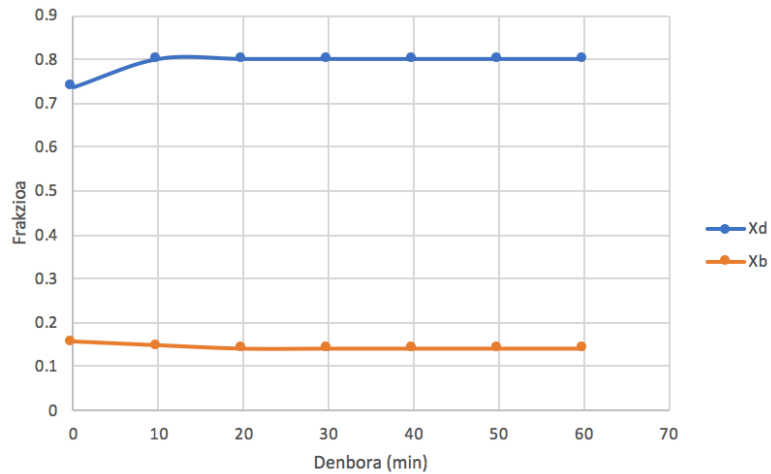
Hasierako saiakerak giro tenperaturan egin dira elikadura erdian eta karga galera 1,85 mbar-etan mantenduz. Aldatu den balioa errefluxu-tasa izan da.

10. Taula: Giro tenperaturan errefluxu-tasa aldaketaren emaitzak.

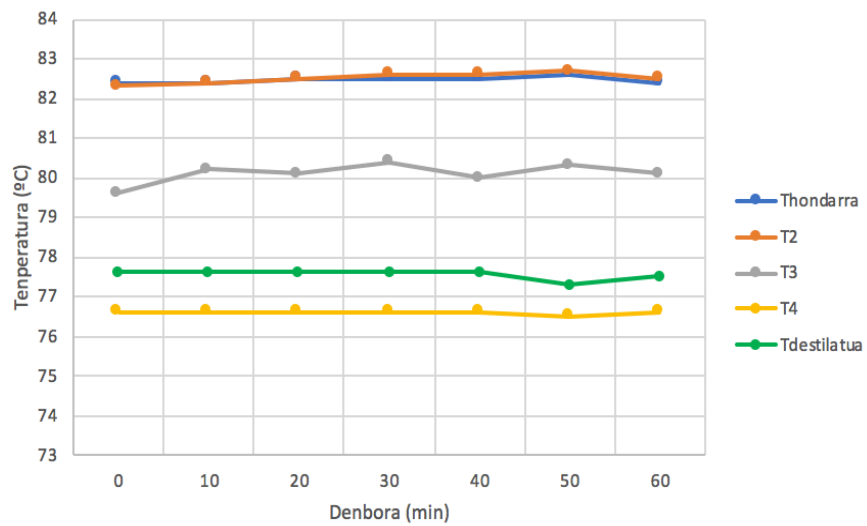
R	Destilatua (D)		Hondarra (B)		Irakingailua Q(kW)
	Frakzioa (X _D)	Emaria (L/h)	Frakzioa (X _B)	Emaria (L/h)	
2	0,7308	0,5280	0,1628	15,4817	1,7553
4	0,7308	0,5040	0,1367	15,9101	1,6860
6	0,8000	0,3900	0,1417	16,5960	1,8240
8	0,8400	0,2546	0,1552	16,6500	1,7380

Lortutako emaitzetatik helburura gehien hurbiltzen dena errefluxu-tasa 6 denean da, destilatuko helburua betetzen du baina hondarrekoa ez du betetzen bertan lortu nahi den etanol frakzioa 0,10 baita. Errefluxu-tasa 6 denean lortutako emaitzak aztertuko dira.

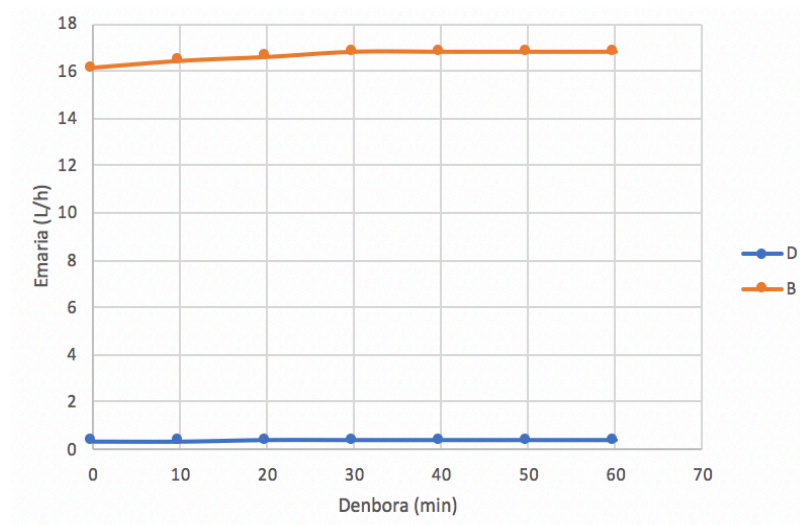
Frakzioak azkenengo 30 minutuetan konstanteak dira hondarrean eta destilatuan. Tenperaturak ia-ia egonkorak dira zutabe osoan zehar, hala ere tenperaturaren dezimalak aldatzea onargarria da.



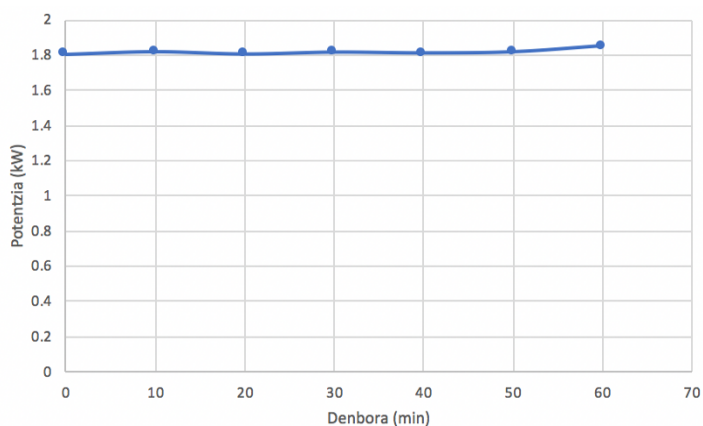
18. Grafikoa: Frakzio molarrak denborarekiko.



19. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.



20. Grafikoa: Emari bolumetrikoak denborarekiko.



21. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.

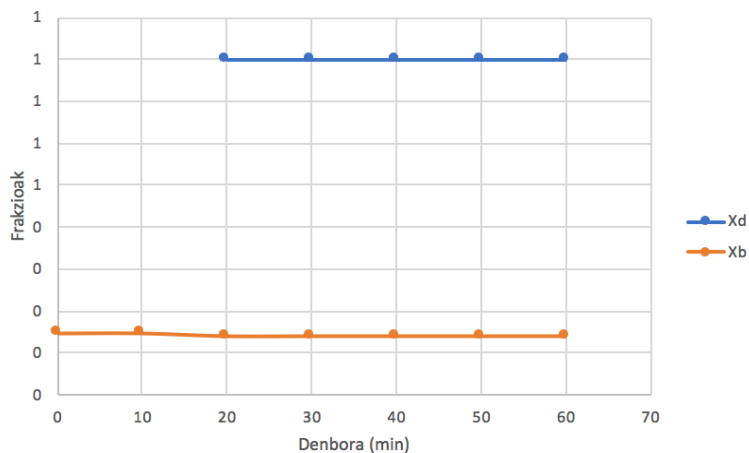
Errefluxu-tasa 6 denean eta erditik elikatuta, karga galera balioak aldatuko dira 1,7 eta 1,55 mbar balioak erabilita.

11. Taula: Giro tenperaturan karga galeren aldaketaren emaitzak.

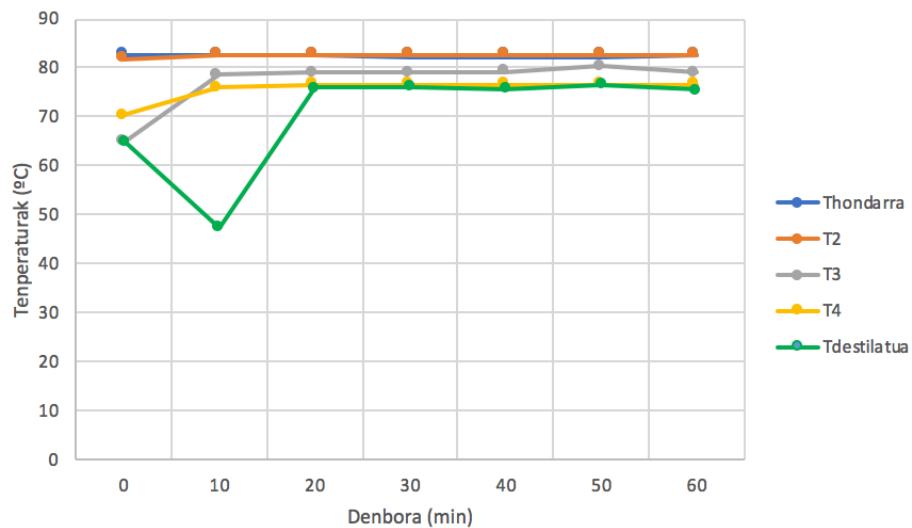
Karga galera mbar	Destilatua (D)		Hondarra (B)		Irakingailua Q(kW)
	Frakzioa (X_D)	Emaria (L/h)	Frakzioa (X_B)	Emaria (L/h)	
1,55	0,8000	0,0667	0,1414	16,7040	1,2800
1,70	0,8000	0,0750	0,1414	16,6320	1,6035
1,85	0,8000	0,3900	0,1417	16,5960	1,8240

Lortutako emaitzetatik helburura gehien hurbiltzen dena karga galera 1,85 mbar da. Destilatuko helburua denek betetzen dute, baina hondarrekoa bete ez arren emaitzarik hurbilenak ditu. Aurreko atalean 1,85 mbar kasua irudikatu denez, beste bietatik gehien hurbiltzen dena irudikatuko da. 1,55 mbar eta 1,7 mbar kasuak alderatuz, 1,55 mbar denean karga galera irakingailuan kontsumitutako potentzia baxuagoa da eta karga galera 1,7 mbar denean destilatu emaria altuagoa da, helburuaren arabera balio batean edo bestean egingo du lan zutabeak. Karga galera 1,7 mbar denean lortutako emaitzak aztertuko dira gehien hurbiltzen direnak baitira.

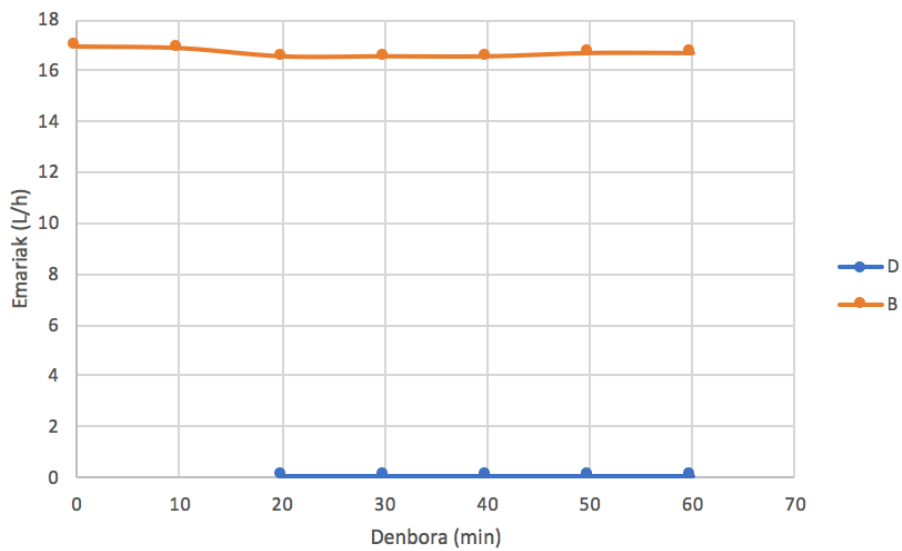
Hogeigarren minututik aurrera balio guztiak konstante dira, hasieran ez dago destilatu emaririk irakingailuak sortzen duen lurruna zutabearen kondentsatzen delako, emariaren balioa nulua denez destilatuaren tenperaturak behera egiten du. Hogeigarren minututik aurrera emaria dago destilatuan eta tenperatura egonkortu egiten da.



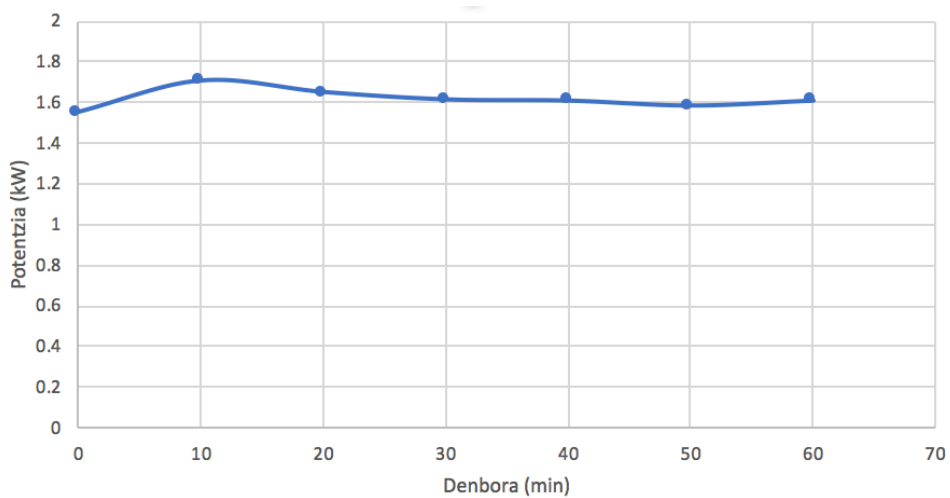
22. Grafikoa: Frakzio molarrak denborarekiko.



23. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.



24. Grafikoa: Emari bolumetrikokoak denborarekiko.



25. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.

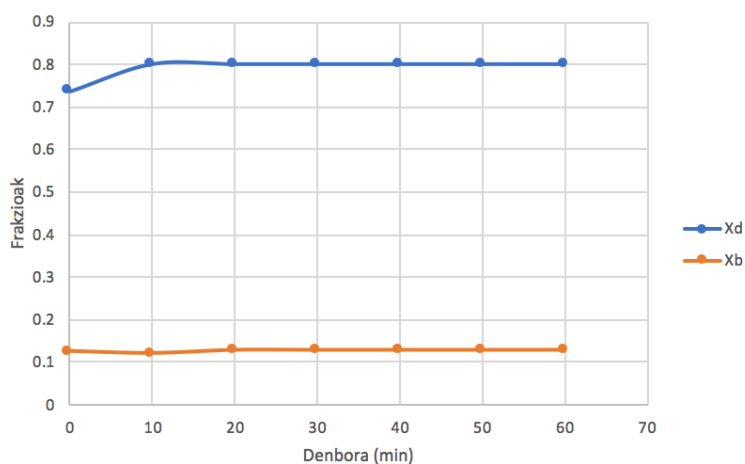
Errefluxu-tasa 6 eta karga galeren balioa 1,85 mbar denean, elikadura puntuak aldatuko dira zutabeen.

12. Taula: Giro tenperaturan elikadura puntuaren aldaketaren emaitzak.

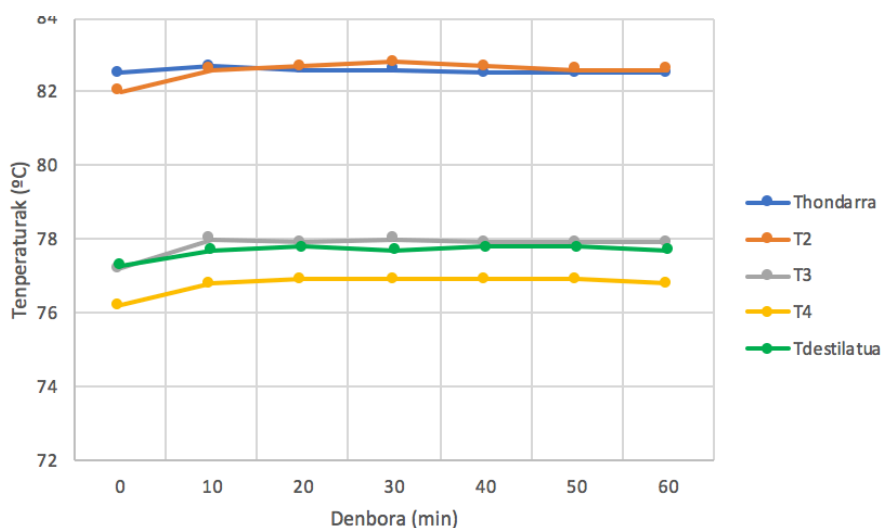
Elikadura puntua	Destilatua (D)		Hondarra (B)		Irakingailua Q(kW)
	Frakzioa (X_D)	Emaria (L/h)	Frakzioa (X_B)	Emaria (L/h)	
Behean	0,8000	0,7200	0,1289	15,6960	2
Erdian	0,8000	0,3900	0,1417	16,5960	1,8240
Goian	0	0	0,1552	16,6054	1,56

Behean elikatuta da helburura gehien hurbiltzen dena, hala ere ez du hondarreko etanol frakzioaren helburua betetzen. Bestalde, goian elikatzen denean ez dago destilatu emaririk elikadurak irakingailuan sortutako lurrun guztia kondentsatzen baitu. Elikadura behean eta goian denean aztertuko da, emaitzarik onenak eta kondentsazioa ikusteko.

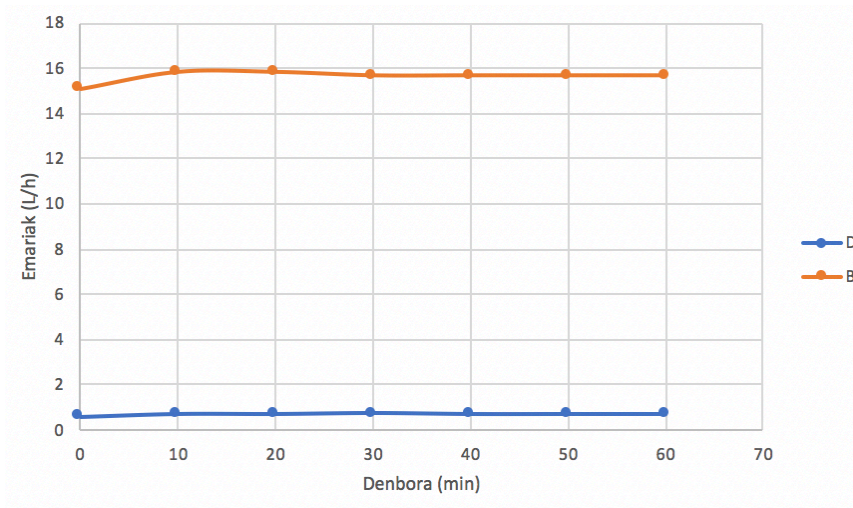
Behean elikatuta hasieran egonkortzeko behar duen denbora izan ezik, saiakera osoan zehar balioak konstanteak dira.



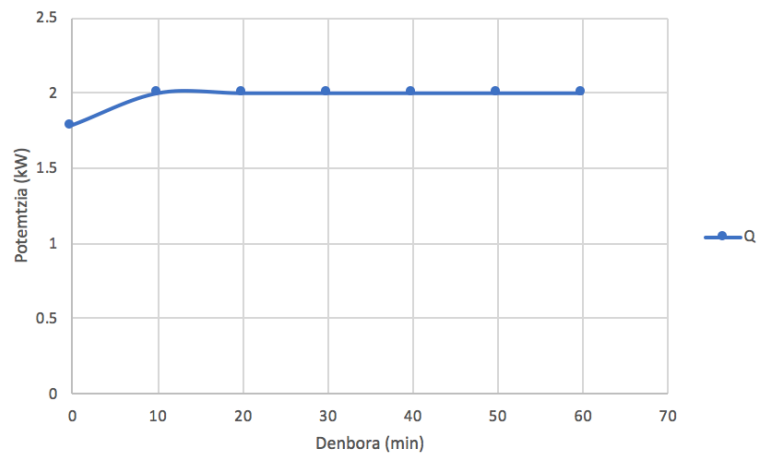
26. Grafikoa: Frakzio molarak denborarekiko.



27. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.

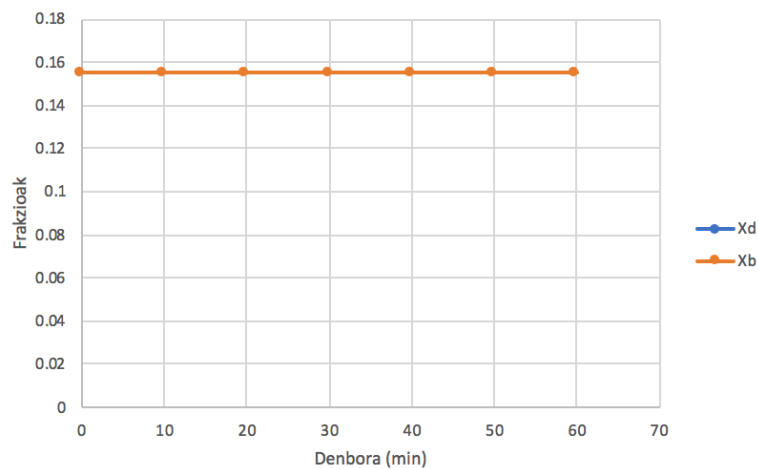


28. Grafikoa: Emari bolumetrikoak denborarekiko.

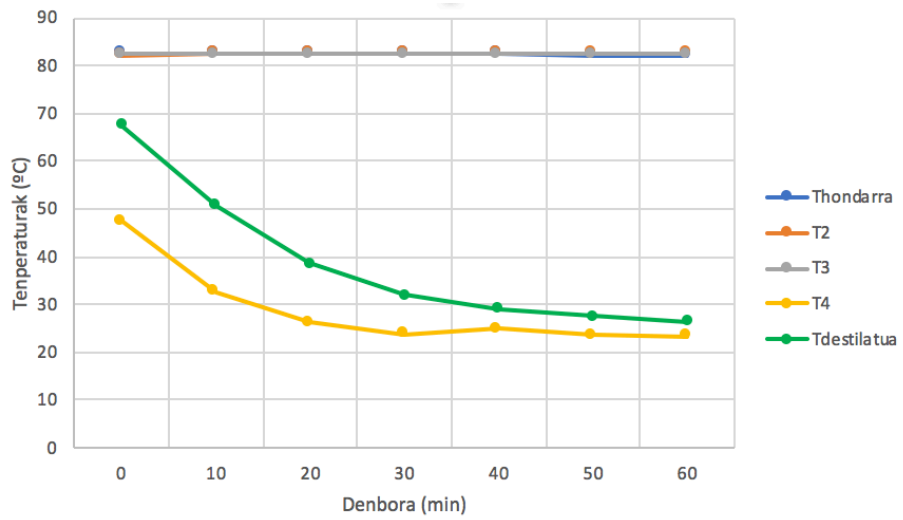


29. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.

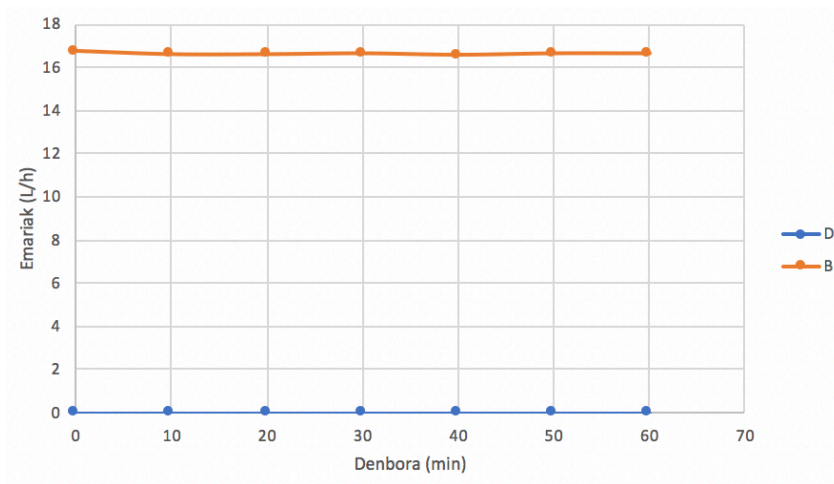
Elikadura goiko aldetik denean, ez dago destilatu emaririk. Hondarreko eta zutabearen behealdeko bi puntuetako tenperaturak konstante mantentzen dira, baina destilatuko tenperatura eta zutabearen goialdeko tenperatura denbora aurrera doan heinean jaisten dira giro tenperaturaren egonkortuz (ikusi 25. grafikoa).



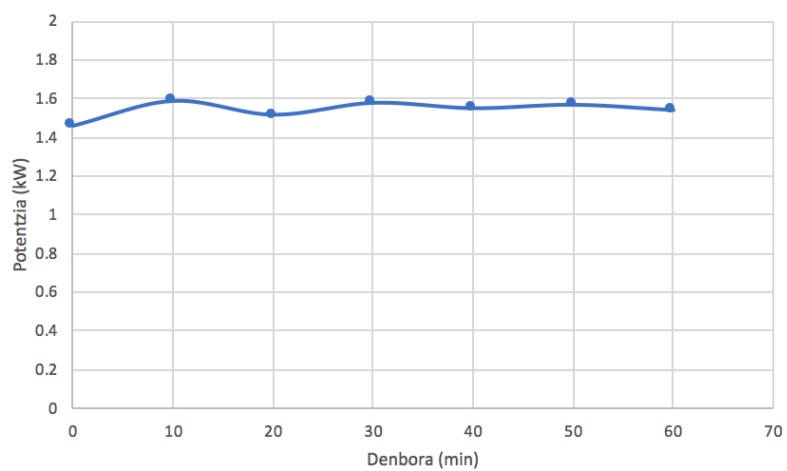
30. Grafikoa: Frakzio molarrek denborarekiko.



31. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.

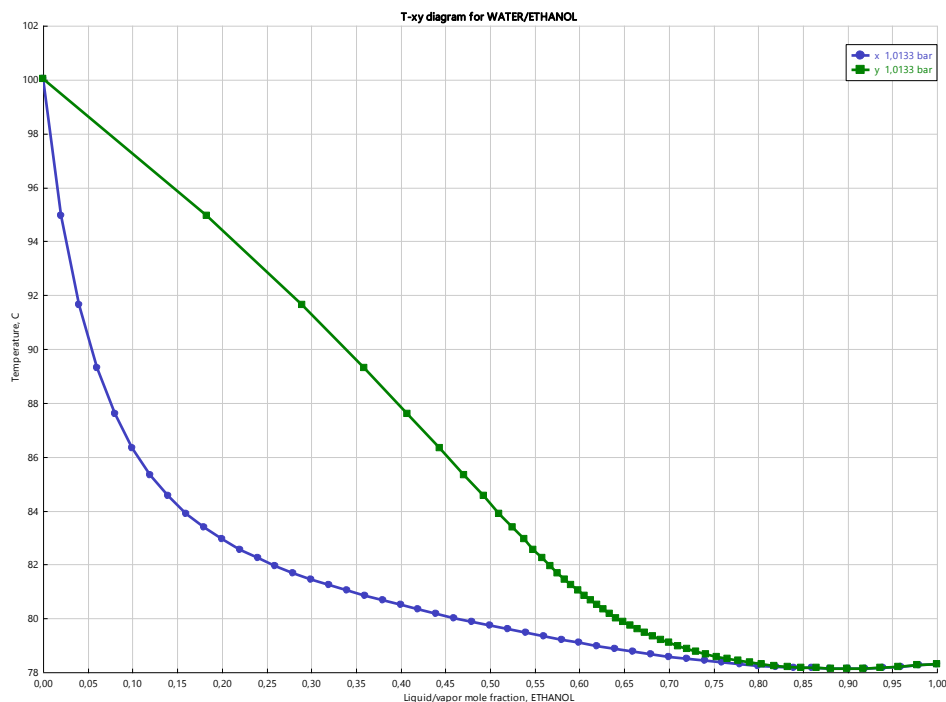


32. Grafikoa: Emari bolumetrikoak denborarekiko.



33. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.

Giro tenperaturan egin diren saiakera berdinak burbuila tenperaturan egin dira. Horretarako nahastearen burbuila puntua bilatu da Aspen-en nahaste bitarraren azterketa eginez. 28. grafikoan etanolaren likido-lurrun frakzioa irudikatu da tenperaturarekiko, bertan etanol frakzioa 0,15 denean nahastearen burbuila tenperatura 84,0153 °C da. Zutabera sartzen den elikadura likido aseia izan dadin, elikadura 83 °C-tan egingo da.



34. Grafikoa: Etanol likido-lurrun frakzioa tenperaturarekiko.

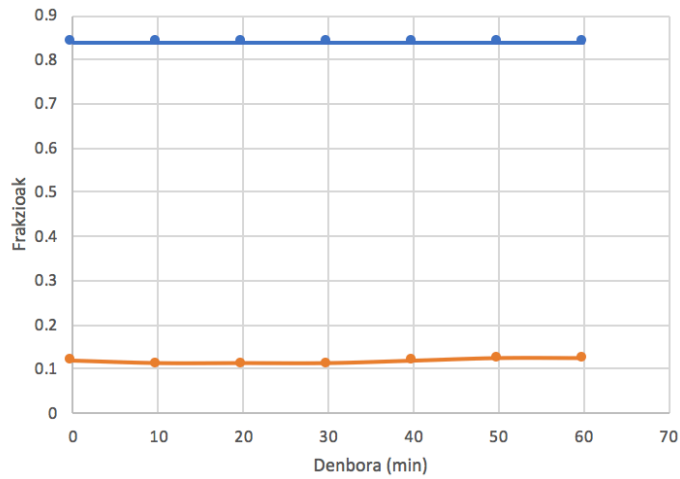
Hasierako saiakerak burbuila tenperaturan egin dira elikadura erdian eta karga galera 1,85 mbar-etan mantenduz. Aldatu den balioa errefluxu-tasa izan da.

13. Taula: Burbuila tenperaturan errefluxu-tasa aldaketaren emaitzak.

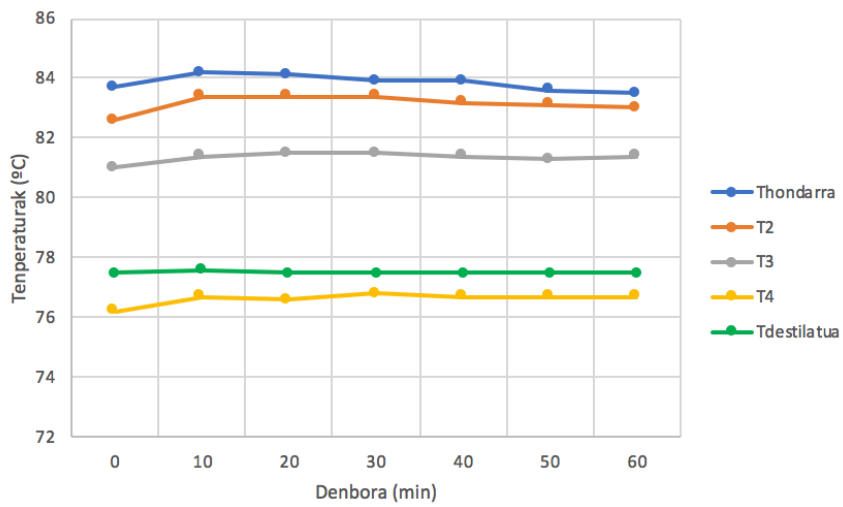
R	Destilatua (D)		Hondarra (B)		Irakingailua Q(kW)
	Frakzioa (X_D)	Emaria (L/h)	Frakzioa (X_B)	Emaria (L/h)	
2	0,5485	1,4700	0,1121	15,6960	1,3933
4	0,7384	1,0000	0,1231	16,1280	1,4713
6	0,8400	0,8400	0,1231	16,2000	1,3570
8	0,8650	0,7200	0,1231	16,2540	1,3355

Lortutako emaitzetatik helburura gehien hurbiltzen dena errefluxu-tasa 6 denean da, destilatuko helburutik (0,80) pasatzen da eta hondarreako ez du betetzen bertan lortu nahi den etanol frakzioa 0,10 baita. Errefluxu-tasa 6 denean lortutako emaitzak aztertuko dira.

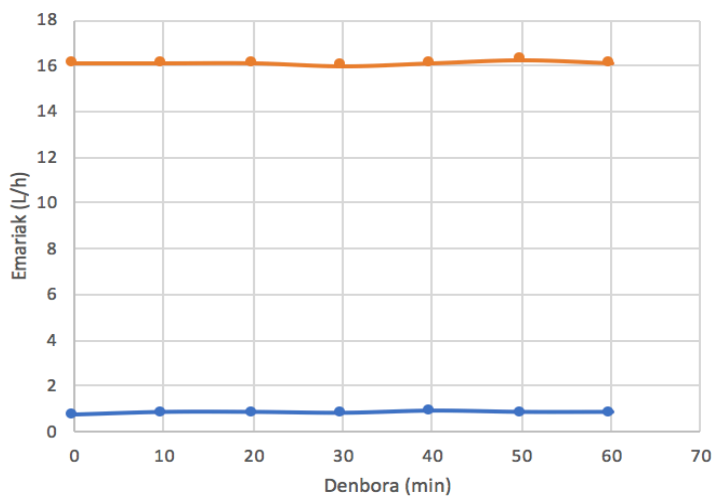
Frakzioak eta emariak konstante dira saiakera osoan zehar. Tenperaturak nahiko aldakorak dira destilatuko tenperatura izan ezik, hala ere tenperaturaren dezimalak aldatzea onargarria da.



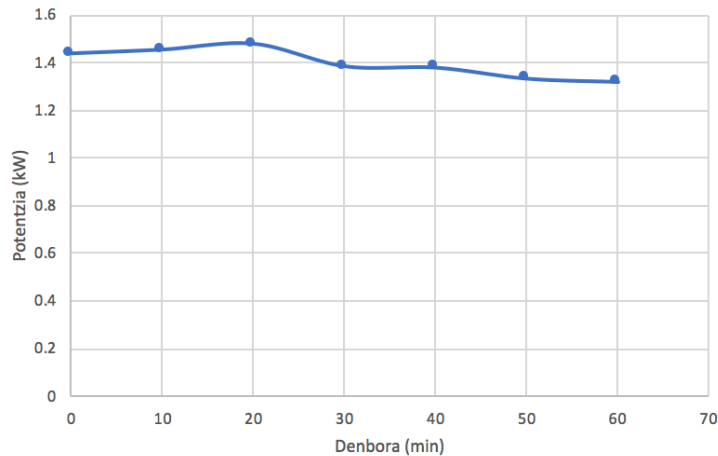
35. Grafikoa: Frakzioak denborarekiko.



36. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.



37. Grafikoa: Emari bolometrikoak denborarekiko.



38. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.

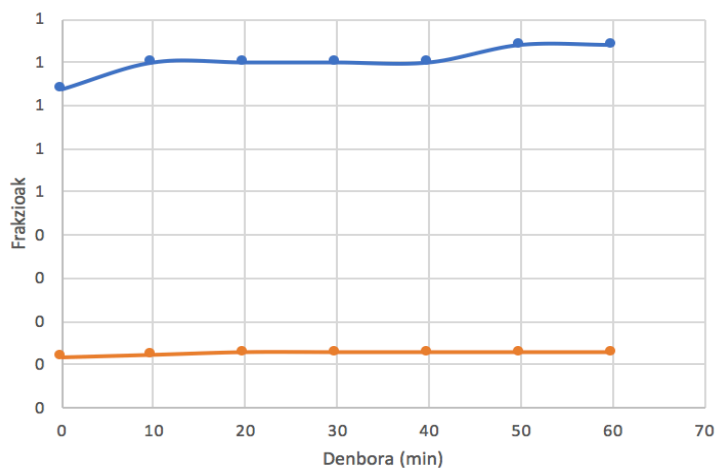
Errefluxu-tasa 6 denean eta erditik elikatuta, karga galera balioak aldatuko dira 1,7 eta 1,55 mbar balioak erabilita.

14. Taula: Burbuila tenperaturan karga galeren aldaketaren emaitzak.

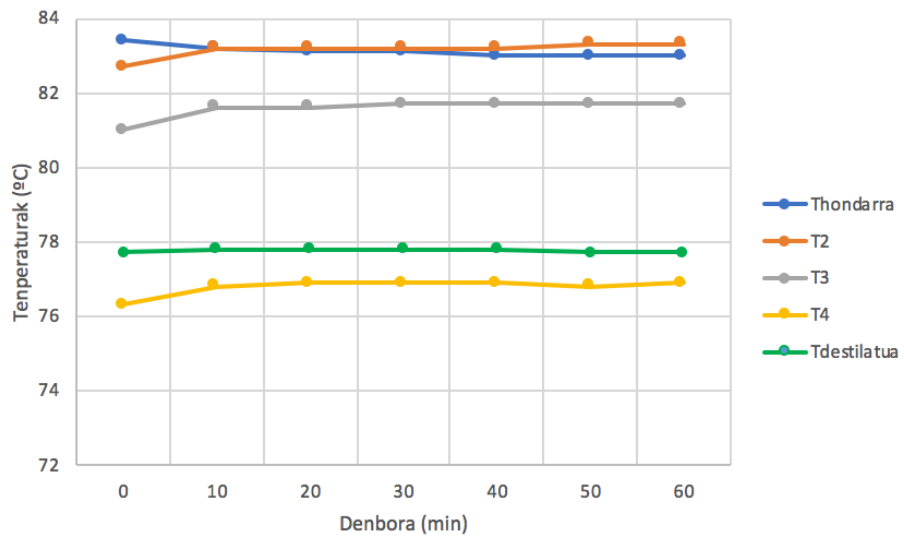
Karga galera mbar	Destilatua (D)		Hondarra (B)		Irakingailua Q(kW)
	Frakzioa (X_D)	Emaria (L/h)	Frakzioa (X_B)	Emaria (L/h)	
1,55	0,8650	0,4800	0,1232	16,3200	0,7493
1,70	0,8200	0,6600	0,1289	16,2720	1,1570
1,85	0,8400	0,8400	0,1231	16,2000	1,3570

Lortutako emaitzetatik helburura gehien hurbiltzen dena karga galera 1,70 mbar da. Destilatuko helburua (0,80) denek betetzen dute, baina hondarrekoa bete ez arren hiru kasuek antzerako emaitzak dituzte. Karga galera 1,55 mbar denean destilatu emaitzarik onenak lortu dira, emari txikia izan arren purutasunik altuena du. Karga galera 1,7 mbar denean lortutako emaitzak aztertuko dira gehien hurbiltzen direnak baitira.

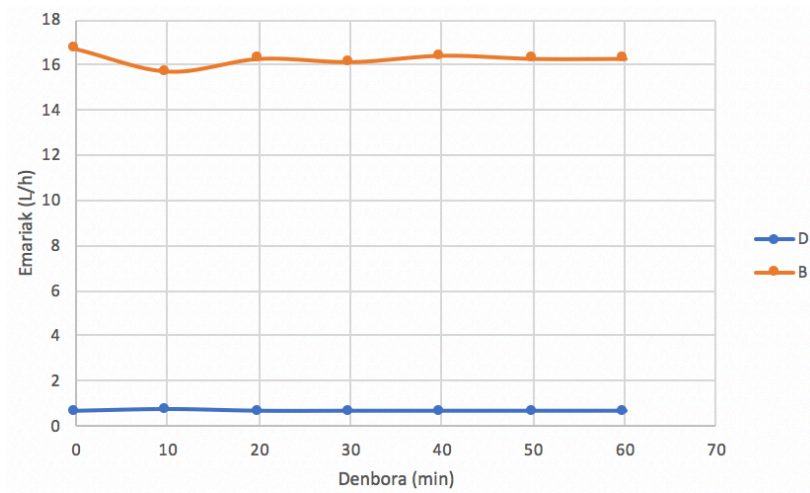
Hamargarren minututik aurrera tenperaturak, emariak eta irakingailuko potentzia konstante dira. Frakzioak aldiz, hondarrean konstante da baina destilatuko frakzioak azkenengo unean gora egiten du.



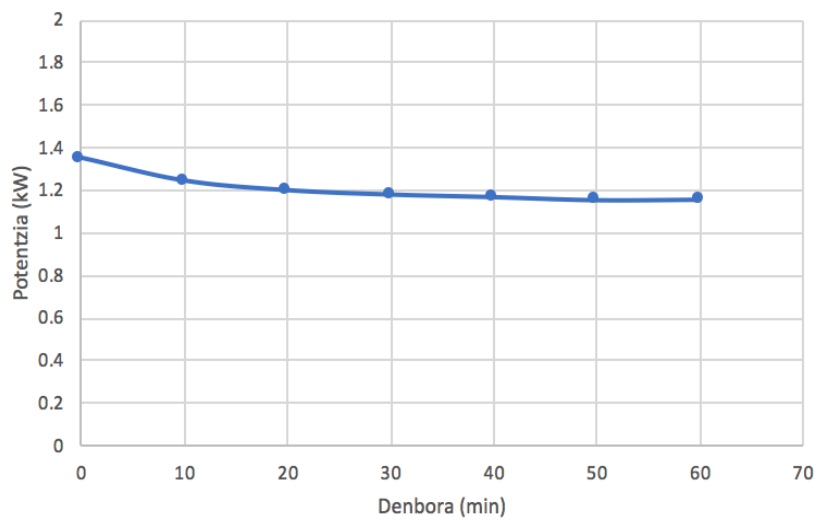
39. Grafikoa: Frakzioak denborarekiko.



40. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.



41. Grafikoa: Emari bolumetrikokoak denborarekiko.



42. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.

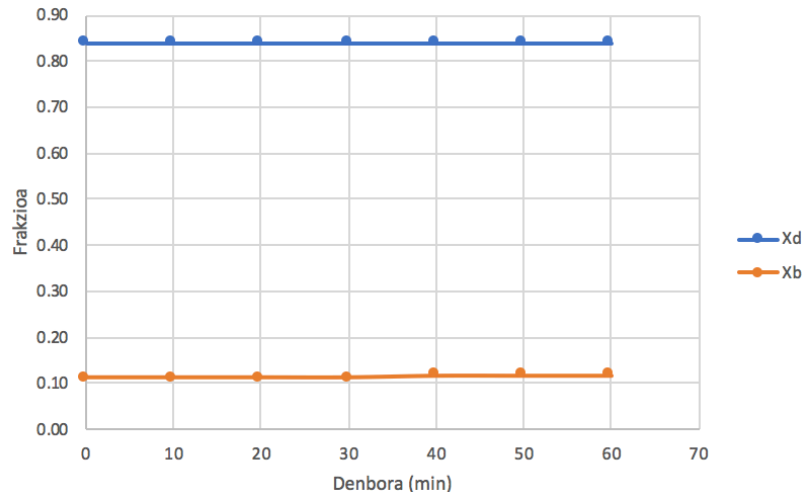
Errefluxu-tasa 6 eta karga galeren balioa 1,85 mbar denean, elikadura puntuak aldatuko dira zutabeen.

15. Taula: Burbuila tenperaturan elikadura puntuaren aldaketa emaitzak.

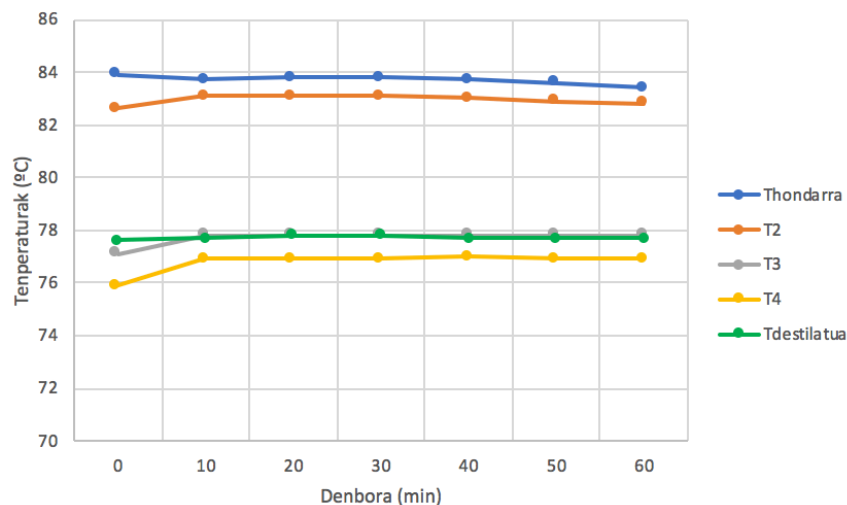
Elikadura puntua	Destilatua (D)		Hondarra (B)		Irakingailua Q(kW)
	Frakzioa (X_D)	Emaria (L/h)	Frakzioa (X_B)	Emaria (L/h)	
Behean	0,8400	0,9000	0,1175	15,9840	1,3930
Erdian	0,8400	0,8400	0,1231	16,2000	1,3570
Goian	0,8650	0,7800	0,1175	16,2360	1,2610

Behean elikatuta da helburura gehien hurbiltzen dena, destilatuan helburua lotzen duen arren hondarrean ez du etanol frakzioaren helburua betetzen. Elikadura behetik denean lortutako emaitzak aztertuko dira.

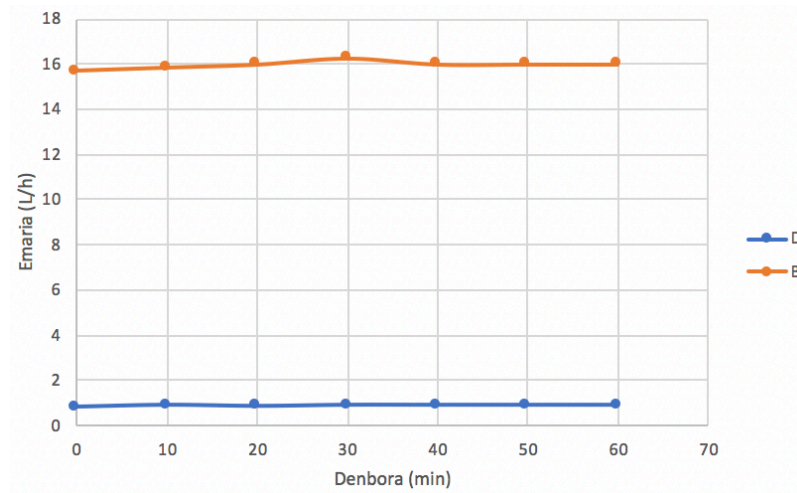
Frakzioak eta emariak saiakera guztian zehar konstante mantentzen dira. Tenperaturak ia konstante dira 10. minututik aurrera, hondarreko eta bigarren puntuko tenperaturak behera egiten dute amaieran. Potentziak aldiz, beherako joera du baina 20. minututik amaierara konstantetzat hartu daiteke.



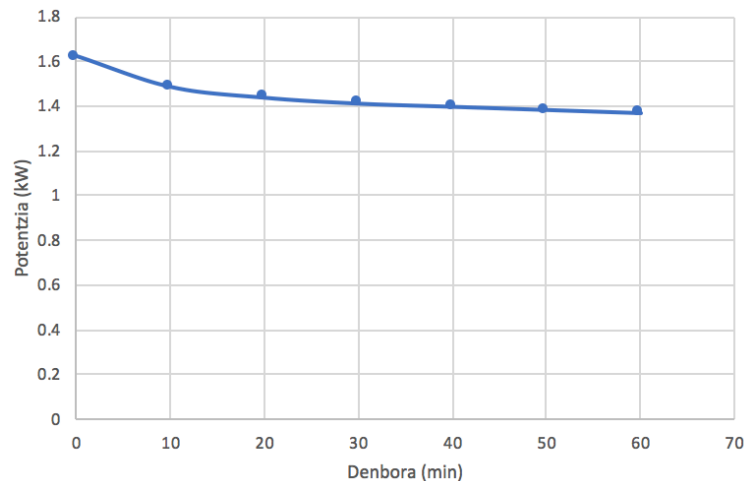
43. Grafikoa: Frakzioak denborarekiko.



44. Grafikoa: Zutabeko tenperaturak denborarekiko.



45. Grafikoa: Emari bolumetrikokoak denborarekiko.



46. Grafikoa: Irakingailuko potentzia denborarekiko.

2.4.4. DATU ESPERIMENTALAK vs SIMULAZIO BIDEZKO DATUAK

Laborategiko saiakeretatik lortutako konfiguraziorik onena Aspen simulatzailean sartu da. Saiakera hori errefluxu tasa 6, karga galera 1,85 mbar eta behetik elikatu denean izan da, lortutako balioak 12. taulan ikusi daitezke

16. Taula: Saiakera onenaren emaitzak moletan.

Elikadura puntua	Destilatua (D)		Hondarra (B)		Irakingailua
	Frakzioa (X_D)	Emaria (mol/h)	Frakzioa (X_B)	Emaria (mol/h)	
-					Q(kW)
Behean	0,8000	3,9322	0,1289	672,5427	2

Aspen simulatzailean RADFRAC zutabea zorrotza erabili da, simulazioa NRTL metodoaren bidez egin da. Sarrerako molarra 676,4749 mol/h eta honen etanol frakzioa, 0,15; errefluxu tasa 6 eta elikadura beheko puntuan definitu dira. Horrez gain, destilatutik lortu nahi den etanol ehunekoa ("Distillate to Feed ratio") sarreratik sartzen

den etanolaren arabera definitu da laborategiko emaitzak erabiliz. Egindako kalkulua hurrengoa izanik:

$$\frac{D}{F} = \frac{3,9322 \text{ mol/h}}{676,4749 \text{ mol/h}} = 0,005813$$

Laborategiko zutabearen altuera kalkulatzeko fabrikatzaileak Multiknit betegarriaren HETP balioa erabiliko da, hau da, etapa teoriko bakoitzari dagokien altuera baliokidea 150 mm dela. Erabilitako zutabea 75 cm-takoa izanik, zutabeak 5 etapa izango ditu baina Aspen-en irakingailua eta kondentsagailua kontuan hartzen direnez, ezarri beharreko etapa kopurua 7 izango da. Zutabea definituta, simulazioa burutu da.

17. Taula: Aspen-eko eta laborategiko emaitzak.

	Elikadura puntua	Destilatua (D)		Hondarra (B)		Irakingailua
	-	Frakzioa (X _D)	Emaria (L/h)	Frakzioa (X _B)	Emaria (L/h)	Q(kW)
Laborategiko saiakera	Behean	0,8000	3,9322	0,1289	672,5427	2
Aspen	-	0,7868	3,9322	0,1274	672,5430	0,3053

Simulaziotik lortutako emaitzak laborategian lortutako emaitzen antzerakoa da eta lortu nahi den helburutik oso hurbil dago, beraz, Multiknit betegarriaren HETP balioa (150 mm) zuzena da eta fabrikatzaileak dioenarekin bat dator. Laborategiko zutabea betegarrikoa izan arren 5 etapaz osatuta dagoela esan daiteke. Bestalde, irakingailuko potentzien artean alde handia dago laborategiko irakingailua adiabatikoa ez delako eta simulatzailekoa bai.

2.4.5. DATU ESPERIMENTALAK ETA SIMULATZAILEKO DATUAK, MCCABE THIELE METODO GRAFIKOAN

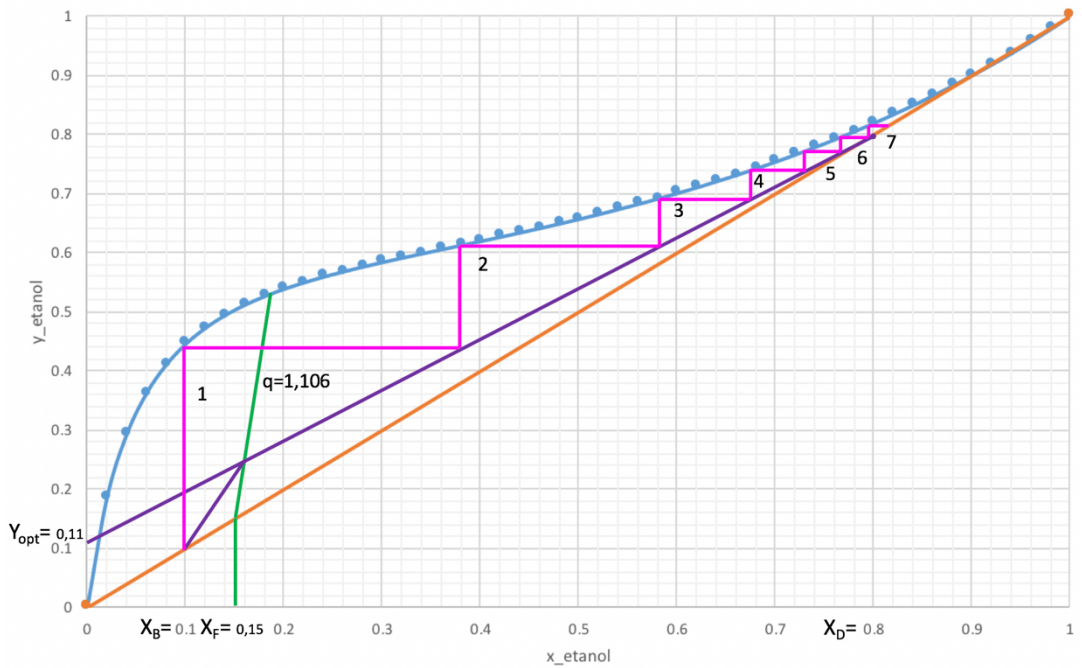
Laborategiko emaitzarik onena, planta pilotuan, errefluxu tasa 6 denean izan da, simulazio bidezkoan aldiz, errefluxu tasa 10 izan da. Balio hauek erabilia McCabe Thiele metodo grafikoa berregingo da kasu bietarako.

- Planta pilotua (R_{opt} = 6)

Doitze-eremuko zuzenaren y_{opt}-en balioa x-ren balioa 0 denean R_{opt} ordezkatzuz:

$$y_{opt} = \frac{X_D}{R_{opt} + 1} = \frac{0,8}{6 + 1} = 0,11$$

Aurreko kasuetan egin den moduan etapak eskailerak eginez kalkulatu dira lortutako etapa kopuru optimoa 7 da. Elikadura etapa optimoa lehenengoa da, hau da, irakingailuan bertan.



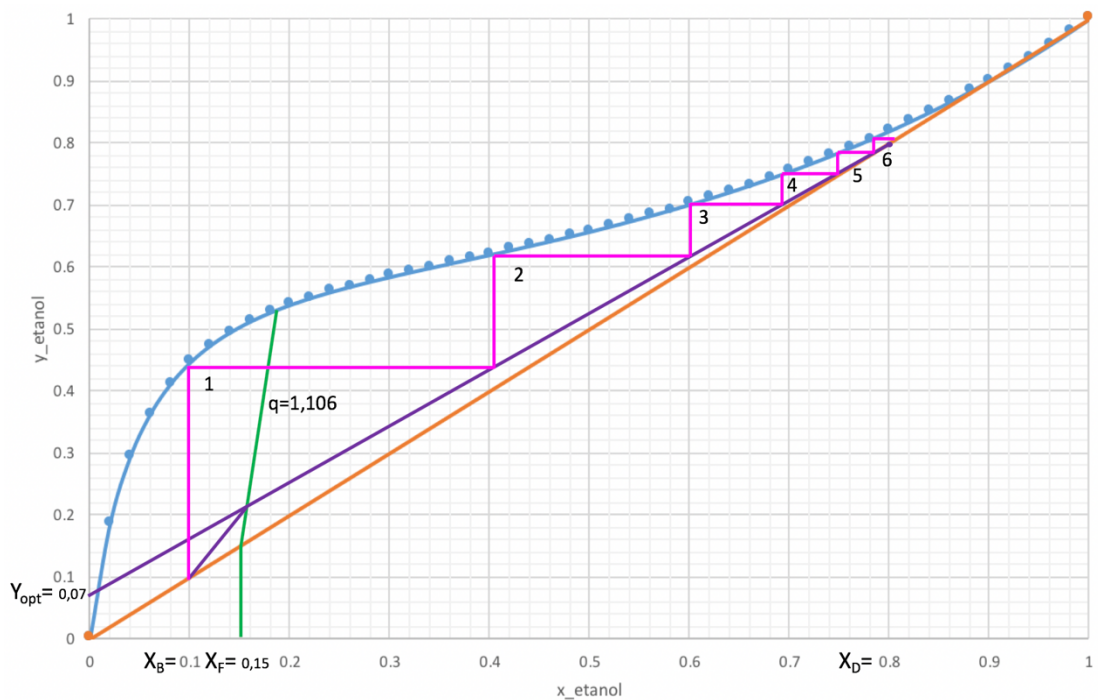
47. Grafikoa: Etapa kopuru optimoa R_{opt} 6 denean.

• Simulatzaila ($R_{opt} = 10$)

Doitze-eremuko zuzenaren y_{opt} -en balioa x -ren balioa 0 denean R_{opt} ordezkatzuz:

$$y_{opt} = \frac{X_D}{R_{opt} + 1} = \frac{0,8}{10 + 1} = 0,07$$

Aurreko kasuetan egin den moduan etapak eskailerak eginez kalkulatuko dira lortutako etapa kopuru optimoa 6 da. Elikadura etapa optimoa lehenengoa da, hau da, irakingailuan bertan



48. Grafikoa: Etapa kopuru optimoa R_{opt} 10 denean.

3. ALDERDI EKONOMIKOAK

3.1. AURREKONTUA

Lan osoan gastuak izan dituen fase bakarra laborategikoa izan da. Planta pilotuak 64000 € balio izan zituen 2008. urtean, bere amortizazio tasa 15 urte dira eta hilabete bitan erabili da. Errefraktometroak 700 € balio ditu, 2018. urtean erosi zen eta 5 urteko amortizazio tasa du, hau ere hilabete bitan erabili da.

Laborategiko materialaren gastua 200 € izan dira eta 5 L-tako etanol tanga bakoitzaren prezioa 45,65 € izan da, tanga bakoitzak duen zerga 50,35 € dira, saiakuntzetan 10 etanol behar izan dira. [8]

Barne orduei dagokienez, irakaslearen orduak 40 €/h balio ditu eta 30 h egin ditu eta ikasleak aldiz 150 h egin ditu, 20 €/h-ko balioarekin.

Kostu ez-zuzenak, ura eta argindarra, kostu zuzenen % 10-a dira.

18. Taula: Barne orduak.

BARNE ORDUAK			
Langilea	Orduko kostua (€/h)	Orduak (h)	Kostua (€)
Irakaslea	40	30	1200
Ikaslea	20	150	3000
			4200

19. Taula: Amortizazioak.

AMORTIZAZIOAK				
Makina/Tresna	Hasierako kostua (€)	Bizitza erabilgarria (hilabeteak)	Hilabeteak	Kostua (€)
Planta pilotua	64000	180	2	711.11
Errefraktometroa	700	180	2	7.78
				718.89

20. Taula: Gastuak.

GASTUAK				
Materiala	Prezioa (€)	Zerga (€)	Kantitatea	Kostua (€)
Etanola	45.65	50.35	2	192
Laborategiko materiala	-	-	-	200
				392

21. Taula: Aurrekontua.

AURREKONTUA	
Sailak	Kostua (€)
Barne orduak	4200
Amortizazioak	718.89
Gastuak	392
Kostu zuzenak	5310.89
Kostu ez-zuzenak (%10)	531.09
Totala	5841.98

Aurrekontuko kostu totala 5841,98 € izan dira.

4. ONDORIOAK

Lan honek hiru fase nagusi ditu: destilazioaren oinarrizko ezagutzak lortzea, destilazioaren funtsa ulertzea eta materia balantzeen ezagutza, horretarako lehenik eta behin, McCabe Thiele metodo grafikoak eta ekuazio enpirikoak erabili dira; ordenagailu bidezko simulazioa Aspen Plus softwarearen bidez burutu da, aurre-diseinu eta zehatzagoa den destilazio zutabeak erabiliz; amaitzeko laborategiko saiakerak Pignat enpresako planta pilotu automatizatuaren bidez egin da.

Ebatzitako prozesuaren hasierako datuak hurrengoak dira:

- Etanol-ur nahaste bitarra, %15 etanola moletan
- Elikadura emaria: 15 L/h

Prozesu honek helburu zehatz bi ditu:

- Destilatuan etanolaren purutasuna % 80 izatea eta,
- Hondoan etanolaren purutasuna % 10 izatea moletan.

Lortutako emaitzak 22. taulan adierazi dira. Eskuz ebatzita, simulatzaile bidez eta planta pilotuko emaitzak alderatuz.

22. Taula: Saiakeretan ortutako emaitzak.

Egoera	McCabe Thiele		Ekuazio enpirikoak		Simulatzailea		Planta pilotua
	78 °C	25 °C	78 °C	25 °C	DSTWU	RADFRAC	
N_{min}	6	6	3,3168	2,9262	-	-	-
N_{opt}	13	12	-	-	10	6	7
R_{min}	1	1,0513	3,7057	3,1837	-	-	-
R_{opt}	1,2 / 1,5	1,2615 / 1,5770	-	-	1,5	9,98	6
Elikadura etapa	1	1	-	-	11	2	2
Karga galera (mbar)	-	-	-	-	-	-	1,85
Potentzia (kW)	-	-	-	-	-	5,31	2

Ekuazio enpirikoetatik eta DSTWU destilazio zutabetik lortutako emaitzek ez dute balio esanguratsurik nahaste idealetarako baitira. Etanol-ur nahastea oso ez ideala denez, McCabe Thiele-ko, RADFRAC destilazio zutabeko eta planta pilotuko emaitzak dira balio dutenak.

McCabe Thiele metodoa materia balantzeetan baino ez da oinarritzen, energia balantzeak alde batera utzita. Horrez gain, errefluxu tasa optimoaren kalkulua lege heuristikotik oinarrituta egin denez eskuzko ebazpenean, RADFRAC eta planta pilotuan lortutako emaitzekin alde handia dago.

Alde hau murrizteko eta ezberdintasunak aztertzeko, RADFRAC-en eta planta pilotuan lortu diren errefluxu tasak McCabe Thiele egiteko erabili dira, 2.4.5. atalean.

23. Taula: *Planta pilotuko eta simulatzaileko errefluxu tasa McCabe Thielen sartuta lortutako emaitzak.*

Egoera	McCabe Thiele	
	Planta pilotua	RADFRAC
R_{opt}	10	6
N_{opt}	7	6
Elikadura etapa	1	1

Kalkulu hau burutu ostean argi ikusten da McCabe Thiele metodo grafikoan errefluxu tasa balio egokia sartuta emaitza errealak emateko gai dela, baina errefluxu tasa hori kalkulazina da simulatzailea edo planta pilotua izan ezean.

RADFRAC zutabe zorrotzak emaitza errealak ematen ditu ez-idealtasunak kontuan hartzen dituelako. Bestalde, helburu jakinak definituta, beharrezko etapa kopurua eta irakingailuko potentzia lortzen ditu. Destilazio zutabeen diseinurako aukerarik onena dela ondoriozta daiteke.

Destilazioaren nondik norakoak eta parametro ezberdinek suposatzen dituzten eraginak ikasteko aproposa da planta pilotua. Aldagaiak eskuz aldatzen direnez saiakera batetik bestera dauden aldaketak momentuan ikusteko aukera ematen du ikasketa prozesua sakonduz.

Simulaziotik lortutako emaitzak laborategian lortutako emaitzen antzerakoa da eta lortu nahi den helburutik oso hurbil dago, beraz, Multiknit betegarriaren HETP balioa (150 mm) zuzena da eta fabrikatzaileak dioenarekin bat dator. Laborategiko zutabea betegarrizkoa izan arren 5 etapaz osatuta dagoela esan daiteke.

5. BIBLIOGRAFIA

[1] Operaciones unitarias en ingeniería química, Séptima edición. Warren L. McCabe, Julian C. Smith, Peter Harriot

[2] Heuristics in Chemical Engineering, Edited for On-Line Use by G. J. Suppes, February, 2002 and Reproduced with Permission from Butterworth-Heinemann, Material from Chemical Process Equipment Selection and Design by Stanley M. Walas. Published by Butterworth-Heinemann, Boston, 1990

[3] Manual del Ingeniero Químico, Volumen II, Séptima edición, Roberth H. Perry / Don W. Green

[4] Rules of Thumb for Chemical Engineers, Fifth Edition, Stephen Hall

[5] Tutorial de Aspen Plus, Introducción de modelos simples de operaciones unitarias, Francisco Espínola Lozano, Universidad de Jaén

[6] Multiknit betegarria

http://www.varunengg.com/multi_knit_mesh_column_packing.html

[7] Bonba Sera Seybert&Rahier D-3476 Immenhausen, <https://www.sera-web.com/es/dosiertchnik/produkte/dosierpumpen/magnetmembranpumpen>

[8] Sul Comercializadora S.L. <https://www.sulsuministros.com/tienda/>

[9] Libro del Web de Química de NIST, National Institute of Standards and Technology, U.S. Department of Commerce

[10] Ghasem/Principles of Chemical Engineering Proceses

6. ERANSKINAK

6.1. KALKULUAU

6.1.1 EMARI MOLARRAK KALKULATZEKO BALIOAK

- Pisuzko frakzioak

$$w_{etanol} = \frac{g_{etanol}}{g_{total}} = \frac{0,15 \cdot 46 g_{etanol}}{0,15 \cdot 46 g_{etanol} + 0,85 \cdot 18 g_{H_2O}} = 0,3108 \frac{g_{etanol}}{g_{total}}$$

$$w_{H_2O} = \frac{g_{H_2O}}{g_{total}} = \frac{0,85 \cdot 18 g_{H_2O}}{0,15 \cdot 46 g_{etanol} + 0,85 \cdot 18 g_{H_2O}} = 0,6892 \frac{g_{H_2O}}{g_{total}}$$

- Bataz besteko dentsitatea (78 °C)

$$\frac{1}{\bar{\rho}} = \frac{w_{etanol}}{\rho_{etanol}} + \frac{w_{H_2O}}{\rho_{H_2O}} = \frac{0,3108 \frac{g_{etanol}}{g_{total}}}{789 \frac{g_{etanol}}{L_{etanol}}} + \frac{0,6892 \frac{g_{H_2O}}{g_{total}}}{972,85 \frac{g_{H_2O}}{L_{H_2O}}} \rightarrow \bar{\rho} = 907,15 \frac{g_{total}}{L_{total}}$$

- Bataz besteko dentsitatea (25 °C)

$$\frac{1}{\bar{\rho}} = \frac{w_{etanol}}{\rho_{etanol}} + \frac{w_{H_2O}}{\rho_{H_2O}} = \frac{0,3108 \frac{g_{etanol}}{g_{total}}}{789 \frac{g_{etanol}}{L_{etanol}}} + \frac{0,6892 \frac{g_{H_2O}}{g_{total}}}{997,13 \frac{g_{H_2O}}{L_{H_2O}}} \rightarrow \bar{\rho} = 921,57 \frac{g_{total}}{L_{total}}$$

- Bataz besteko pisu molekularra

$$\begin{aligned} \overline{PM} &= x_{etanol} PM_{etanol} + x_{H_2O} PM_{H_2O} = 0,15 \cdot 46 \frac{g_{etanol}}{mol_{etanol}} + 0,85 \cdot 18 \frac{g_{H_2O}}{mol_{H_2O}} \\ &= 22,2 \frac{g_{total}}{mol_{total}} \end{aligned}$$

Elikadura 78 °C-tan.

$$F = Q \bar{\rho} \overline{PM} = 15 \text{ L/h} \cdot \frac{907,15 \text{ g}}{1 \text{ L}} \cdot \frac{1 \text{ mol}}{22,2 \text{ g}} = 612,94 \text{ mol/h}$$

Elikadura 25 °C-tan.

$$F = Q \bar{\rho} \overline{PM} = 15 \text{ L/h} \cdot \frac{921,57 \text{ g}}{1 \text{ L}} \cdot \frac{1 \text{ mol}}{22,2 \text{ g}} = 622,69 \text{ mol/h}$$

6.1.2 GIRO TENPERATURAN Q PARAMETROA KALKULATZEKO BALIOAK

Erabilitako datuak NIST datu-basetik [9] lortu dira

- Uraren bero espezifiko (25 °C/298 K) Shomate-ren ekuazioa

$$\begin{aligned}C_{p_{H_2O}} &= A + Bt + Ct^2 + Dt^3 + \frac{E}{t^2} \\ &= -203,6060 + 1523,290 \cdot \frac{298K}{1000} - 3196,413 \cdot \left(\frac{298K}{1000}\right)^2 + 2474,455 \cdot \left(\frac{298K}{1000}\right)^3 \\ &\quad + \frac{3,855326}{\left(\frac{298K}{1000}\right)^2} = 75,377 J/mol K\end{aligned}$$

- Bataz besteko bero espezifiko

$$\begin{aligned}\bar{C}_{pL} &= x_{etanol} C_{p_{etanol}} + x_{H_2O} C_{p_{H_2O}} \\ &= 0,15 \cdot 75,377 J/mol K + 0,85 \cdot 112,4 J/mol K = 80,93 J/mol K\end{aligned}$$

Uraren eta etanolaren lurruntze beroak [10] taula termodinamikoetatik lortu dira.

- Bataz besteko lurruntze beroa

$$\begin{aligned}\bar{\lambda} &= x_{etanol} \lambda_{etanol} + x_{H_2O} \lambda_{H_2O} \\ &= 0,15 \cdot 38,6 kJ/mol K + 0,85 \cdot 40,65 kJ/mol K = 40,3425 kJ/mol K\end{aligned}$$

6.1.3 LURRUNKORTASUN ERLATIBOA KALKULATZEKO PRESIO PARTZIALAK

Burbuila tenperaturan.

- Antoinen ekuazioa

$$\log_{10}(P^\circ) = A - (B/(T + C))$$

- Etanolaren lurrun presioa (78 °C/351 K)

$$\log_{10}(P^\circ_{etanol}) = A - \left(\frac{B}{T + C}\right) = 5,37229 - \left(\frac{1670,409}{351 - 40,191}\right) \rightarrow$$

$$P^\circ_{etanol} = 0,9952 \text{ bar}$$

- Uraren lurrun presioa (78 °C/351 K)

$$\log_{10}(P^\circ_{H_2O}) = A - \left(\frac{B}{T + C}\right) = 5,0768 - \left(\frac{1659,793}{351 - 45,854}\right) \rightarrow$$

$$P^{\circ}_{\text{etanol}} = 0,4339 \text{ bar}$$

Giro tenperaturan.

- Antoinen ekuazioa

$$\log_{10}(P^{\circ}) = A - (B/(T + C))$$

- Etanolaren lurrun presioa (25 °C/298 K)

$$\log_{10}(P^{\circ}_{\text{etanol}}) = A - \left(\frac{B}{T + C}\right) = 5,37229 - \left(\frac{1670,409}{298 - 40,191}\right) \rightarrow$$

$$P^{\circ}_{\text{etanol}} = 0,07817 \text{ bar}$$

- Uraren lurrun presioa (78 °C/351 K)

$$\log_{10}(P^{\circ}_{\text{H}_2\text{O}}) = A - \left(\frac{B}{T + C}\right) = 5,40221 - \left(\frac{1838,675}{298 - 31,737}\right) \rightarrow$$

$$P^{\circ}_{\text{etanol}} = 0,03138$$