

Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE QUIMICA

DETERMINACION DE COEFICIENTES DE TRANSFERENGIA de masa en una columna de absorcion empacada para el sistema etanol-dioxido de carbono-agua

ESIS

Que para Obtener el Título de: INGENIERO QUIMICO

Presenta: Adolfo García Quintero



Universidad Nacional Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

TESIS 1979 4.2. 134 .08 -TONA_ ******

à



N. C. K. K. M.

JURADO ASIGNADO ORIGINALMENTE SEGUN EL TEMA

PRESIDENTE:	PROFR. ING. GRACIELA MARTINEZ ORTIZ
VOCAL:	PROFR. ING. ROBERTO ANDRADE CRUZ
SECRETARIO:	PROFR. DR. FRANCISCO J. LOZANO GARCIA

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA: DEPARTAMENTO DE INGENIERIA QUIMICA. D.E.S. FACULTAD DE QUIMICA



SUSTENTANTE:

AND GARCIA DR

ASESOR:

Con todo cariño a mi Familia:

Severiano Rufina Severiano Rocío Dagoberto

INDICE

INTRODUCCION

I.- FUNDAMENTOS TEORICOS

1.1.- Transferencia de Masa Interfacial Líquido-Gas. 1.2.- Equipo de Absorción Gaseosa. 1.3.- Diseño de Equipo.

11.- DESCRIPCION DEL EQUIPO Y TECNICA EXPERIMENTAL

2.1.- Descripción del Equipo. 2.2.- Diagrama de Flujo. 2.3.- Técnica Experimental.

III.- RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1.- Cálculos. 3.2.- Resultados.

IV.- CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

NOMENCLATURA Apendice Bibliografia

INTRODUCCION

El objetivo de la presente tesis fue determinar experimen-talmente los coeficientes de transferencia de masa del sistema Eta nol-Dióxido de Carbono-Agua, para usarse en el diseño de torres em pacadas. Esto último, con el objeto de recuperar el etanol que contiene la mezcla gaseosa que se desprende en la fermentación -anaeróbica de la melaza en la obtención de etanol.

La melaza que se procesa en la industria alcoholera contiene en promedio un 55% de azúcar fermentable, lo que equivale aproximadamente a 5×10^6 metros cúbicos de dióxido de carbono que se desprenden anualmente. Si consideramos que la mezcla gaseosa que se forma contiene 1% de etanol, se desperdiciara aproximadamente -100 toneladas al año.

El precio de venta del alcohol etílico sin considerar im--puestos, costos de transporte y envase, oscila alrededor de 15 pesos por litro, referido a 96°GL. Por lo que el valor del alcohol etílico que se pierde será de aproximadamente dos millones de pe-sos al año.

El material que exponemos a continuación, lo hemos ordenado en cuatro capítulos:

El capítulo I contiene el desarrollo teórico para calcular los coeficientes volumétricos totales de transferencia de masa, a partir de la información experimental obtenida.

El capítulo II muestra el diseño y construcción de las partes principales del equipo empleado, así como el procedimiento de operación y el método de análisis químico.

El capítulo III presenta una secuencia de cálculo para el -Kya y K_Xa, empleando las ecuaciones anteriormente deducidas. Además, se listan los coeficientes de transferencia de masa para to-das las corridas experimentales.

El capítulo IV presenta el análisis hecho en la información obtenida.

CAPITULO I

FUNDAMENTOS TEORICOS

1. Transferencia de Masa Interfacial Líquido-Gas

Cuando se ponen en contacto dos fases parcialmente misci--bles, se origina un proceso de transporte de masa de una fase a la otra a través de la interfase. El potencial que origina el proceso se expresa como gradiente de concentración y manifiesta la desviación de las condiciones del equilibrio termodinámico. Debe emplearse la actividad para expresar el gradiente, pero se utiliza la concentración por dos razones: 1.- La densidad de flujo molar se aproxima a cero cuando el gradiente de concentración tiende a cero; 2.- Puede emplearse cuando los fluidos se mueven a régimen turbulento o laminar.

1.1.- Mecanismos de Transporte de Masa

A) Transporte por Difusión Molecular.- Si las fases involucradas en un proceso de transferencia interfacial se encuentran es tancadas, los componentes que se están transfiriendo lo harán me-diante un mecanismo denominado difusión molecular. Hay que considerar que la velocidad de transporte dentro de cada fase depende del gradiente de concentración existente en ellas, y que al mismo tiempo el gradiente de concentración entre ambas fases del sistema origina el proceso de transporte interfacial.

La velocidad del transporte puede ser descrita en términos de densidad de flujo molar, moles/(tiempo área), considerando el área normal a la dirección del flujo. La densidad de flujo molar de un componente, para una mezcla binaria, relativo a un sistema de ejes coordenados fijos, se expresa de la siguiente manera:

$$N_{A} = x_{A} (N_{A} + N_{B}) - c \cdot D_{AB} \cdot \nabla x_{A}$$

La ecuación (a) resulta de la suma de dos cantidades vectoriales: el vector $x_A (N_A + N_B)$, es el flujo molar de A resultante del movimiento global del fluido, y el vector J'' = c • $D_{AB} \nabla x_A$, que es el flujo de A resultante de la difusión molecular, super---

puesta al movimiento global. Esta ecuación puede ser utilizada p<u>a</u> ra obtener expresiones que nos proporcionan los perfiles de conce<u>n</u> tración. Con tal fin, plantearemos un balance de masa en estado estacionario en un elemento de volumen $\Delta U \cdot \Delta V \cdot \Delta W$, fijo en el espacio (ver Fig. 1), a través del cual fluye una mezcla binaria de A y B. (1)



Fig. 1

Entrada de A a través de $_$ Salida de A a través de ... (2) la cara situada en U $_$ la cara situada en U + Δ U ... (2)

$$N_{AU} \begin{vmatrix} \Delta V \cdot \Delta W = N_{AU} \end{vmatrix} = \begin{pmatrix} \Delta V \cdot \Delta W \\ u + \Delta u \end{vmatrix}$$
(3)

También existen términos de entrada y salida en las direc-ciones V y W. Expresando el balance de materia completo y divi--diendo entre $\Delta U \cdot \Delta V \cdot \Delta W$, en el límite cuando el elemento de volumen tiende a cero, se obtiene:

Expresando la ecuación (4) en notación vectorial queda:

 $\nabla \cdot \mathbf{N}_{\mathbf{A}} = \mathbf{0} \qquad \dots \quad (5)$

La ecuación (5) es la ecuación de continuidad para el comp<u>o</u> nente A de la mezcla binaria en estado estacionario, y describe la variación de A con respecto a puntos fijos en el espacio.

Se pueden obtener formas más útiles, sustituyendo la expresión de densidad de flujo molar. Así, sustituyendo la ecuación -(1) en la (5) obtenemos:

$$\nabla \cdot (\mathbf{x}_{A} (\mathbf{N}_{A} + \mathbf{N}_{B}) - \mathbf{c} \cdot \mathbf{D}_{AB} \cdot \nabla \mathbf{x}_{A}) = 0$$

y haciendo uso de la relación:

 $N_A + N_B = c \cdot v''$

c

donde v" = $x_A v_A + x_B v_B$

$$y x_A = c_A /$$

obtenemos:

$$\nabla \cdot \mathbf{c}_{A} \cdot \mathbf{v}^{\prime \prime} = \nabla \mathbf{c} \cdot \mathbf{D}_{AB} \cdot \nabla \cdot \mathbf{x}_{A} \qquad \dots \tag{6}$$

La ecuación (6) es completamente general y puede ser emple<u>a</u> da para obtener el perfil de concentración para un proceso de dif<u>u</u> sión molecular. La única restricción es que sea en ausencia de d<u>i</u> fusión térmica o de presión. Podemos hacer la suposición adicio-nal de que D_{AB} y c sean constantes, entonces:

$$\nabla \cdot \mathbf{c}_{\mathbf{A}} \cdot \mathbf{v}^{\prime \prime} = \mathbf{D}_{\mathbf{A}\mathbf{B}} \cdot \nabla \mathbf{c}_{\mathbf{A}} \qquad \dots \quad (7)$$

$$\mathbf{v}^{\prime\prime} \nabla \mathbf{c}_{\mathbf{A}} + \mathbf{c}_{\mathbf{A}} \cdot \nabla \mathbf{v}^{\prime\prime} = \mathbf{D}_{\mathbf{A}\mathbf{B}} \cdot \nabla^{2} \mathbf{c}_{\mathbf{A}} \qquad \dots \quad (8)$$

. (6)

y de acuerdo a la ecuación de continuidad para la mezcla obtenemos:

$$\nabla \cdot (\mathbf{N}_{A} + \mathbf{N}_{B}) = 0$$
$$\nabla \cdot (\mathbf{c} \quad \mathbf{v}^{\prime\prime}) = 0$$
$$\mathbf{c} \cdot \nabla \cdot \mathbf{v}^{\prime\prime} = 0$$

por lo tanto:

$$\nabla \cdot \mathbf{v}^{\mathbf{i}} = 0$$

entonces:

 $\mathbf{v}^{\prime\prime} \cdot \nabla \mathbf{c}_{\mathbf{A}} = \mathbf{D}_{\mathbf{A}\mathbf{B}} \cdot \nabla^2 \mathbf{c}_{\mathbf{A}} \qquad \dots \qquad (9)$

cuando los fluidos se encuentran estancados v" = 0

$$D_{AB} \cdot \nabla c_A = 0 \qquad \dots (10)$$

Las ecuaciones (9) y (10) se pueden aplicar en sistemas con temperatura y presión constantes, en movimiento o estancadas, respectivamente.

B) Transporte por Difusión de Remolino.- En aplicaciones prácticas de operaciones de transferencia de masa los fluidos se mueven bajo régimen turbulento.

El régimen turbulento se debe al movimiento desordenado de grandes grupos de moléculas, y en algunos casos estos grupos son lo suficientemente grandes para ser visibles a simple vista. La turbulencia no puede ser descrita completamente por una sola expr<u>e</u> sión matemática, por lo que es necesario combinar la teoría con la evidencia experimental para obtener una descripción adecuada del fenómeno.

Un experimento clásico reportado por Osborne Reynolds en 1883, demuestra las diferencias cualitativas entre el régimen lami nar y turbulento. Reynolds introdujo una corriente de colorante soluble en agua, haciendo uso de un capilar, en el centro de un tu bo de vidrio por el cual fluía agua a una cierta velocidad prome-dio. La velocidad de la corriente del colorante se hizo igual a la del agua en el punto de inyección. El experimento mostró que a baja velocidad del agua, el filamento de colorante retiene su iden tidad, tendiendo a ensancharse un poco durante su paso corriente abajo, debido a difusión molecular. A velocidades un poco mayores el filamento de colorante se quiebra en porciones de considerable tamaño; corriente abajo estas porciones o remolinos se apartan aún más y el colorante introducido es homogeneamente disperso. A velo cidades definitivamente altas, la actividad de los remolinos es ex tremadamente violenta y la región en que la coloración se hace homogénea se acerca al punto de inyección del colorante. De la ob-servación visual se nota que los remolinos aparecen después de rebasar cierto límite de velocidad y que este límite está separado del régimen laminar por una región de transición. El experimento de Reynolds y otros medios de observación mostraron que la forma-ción de remolinos empieza en el centro del tubo y forma un núcleo central de actividad; el diámetro de este núcleo aumenta en propor ción con la velocidad promedio, y conforme nos alejamos del centro de éste la turbulencia irá en disminución, y ya en la pared del tu bo las condiciones serán semejantes al régimen laminar. Los remolinos viajan a través de la corriente mediante un movimiento for-tuito, éstos continuamente se forman, se fragmentan, desaparecen y se reforman. Además, remolinos grandes contienen otros pequeños y todo esto causa variaciones en la velocidad.

Concluyendo: La transferencia de masa en una corriente turbulenta es esencialmente un proceso de mezclado, donde la masa es transportada por el desplazamiento de los remolinos y en la cual la difusión molecular puede ser despreciada, aunque exista entre y dentro de cada remolino del flujo turbulento.

Se ha intentado describir este proceso de transporte, pero las dificultades para expresar en forma adecuada la turbulencia, determinar experimentalmente las condiciones interfaciales y evaluar las resistencias al proceso, ha llevado a los investigadores a proponer modelos matemáticos.

El modelo más antiguo, denominado de "Película Estancada", fue propuesto por Nernst en 1904 y fue la basa de la "Teoría de la Doble Película" para absorción gaseosa enunciada por Whitman en --1923, y será en base a ésta que desarrollaremos nuestras ecuacio-nes de diseño. El modelo supone que cuando un fluido bajo condi-ciones de turbulencia, fluve sobre una fase que lo limita, la velo cidad local se aproxima a cero en la interfase, además de que en este límite sólo el flujo normal a la interfase es el que corres-ponde a la densidad de flujo molar de transferencia y el fluido en contacto inmediato con la interfase puede decirse que se encuentra estancado. En la región turbulenta del fluido, debido al rápido desplazamiento de los remolinos que provocan un mezclado total, los gradientes de concentración son muy pequeños, por lo que no existe una resistencia apreciable al transporte de masa. Por lo tanto, la resistencia al transporte está confinada casi totalmente en la película estancada, donde son aplicables las ecuaciones dedu cidas para la difusión molecular.

La mayor falla de este modelo es que predice una dependencia de la densidad de flujo molar con el coeficiente de difusión molecular elevado a la primera potencia; siendo que en la región turbulenta la densidad de flujo sería proporcional al coeficiente de difusión molecular "D_{AB}" elevado a una potencia cero, ya que no existe transporte por difusión molecular. En la película estancada donde el transporte es por difusión molecular, N_A es proporcional a "D_{AB}"; por lo tanto, si una potencia "Dⁿ" fuera empleada para representar el proceso total, el exponente "n" tendría que es-tar entre cero y la unidad. (2) Por lo tanto, fue necesario desarrollar el concepto de coeficiente de transferencia de masa, para que éste agrupara la resis tencia total al proceso, involucrando la región turbulenta la de transición y la película estancada. Esto condujo a expresar la -densidad de flujo molar de la siguiente manera:

Densidad		Coeficiente		Diferencia	
de	=	de	х	de	 (11)
Flujo Molar		Transferencia		Concentración	

La ecuación (11) agrupa todas las resistencias al proceso, de tal manera que el coeficiente de transferencia varía en forma muy complicada. Ecuaciones típicas, que expresen el proceso de transferencia interfacial son las siguientes:

$$N_{E} = k_{y} (y_{E} - y_{Ei}) ... (12)$$
$$N_{E} = k_{x} (x_{Ei} - x_{E}) ... (13)$$

Donde vemos que es necesario emplear las concentraciones de la interfase, que son normalmente imposibles de medir, por la dif<u>i</u> cultad de tomar muestras de los fluidos en la interfase. Lo que se hace experimentalmente, es tomar muestras y analizar las concen traciones de soluto en el seno de la corriente principal y bajo es tas condiciones sólo un efecto total puede ser determinado.

La "Teoría de la Doble Película" nos ayuda a resolver el problema. Esta considera que a cada lado de la interfase se en--cuentra una película estancada, las cuales están en equilibrio en todos los puntos de la interfase. Supone además, que la interfase no ofrece resistencia al transporte de masa.

Las ecuaciones (12) y (13) no presentan la diferencia de concentración en unidades relacionadas. Para obtener el efecto to tal de transferencia de masa, es necesario expresar el perfil de concentración en forma continua, de tal manera que las ecuaciones (12) y (13) puedan ser combinadas. Con tal propósito, se utiliza la ecuación de equilibrio líquido-gas, aceptando la consideración hecha por Whitman. La ecuación de equilibrio líquido-gas rela ciona la concentración del soluto en la fase líquida con la concen tración del soluto en la fuga gas, y se expresa de la siguiente ma nera:

$$y^{\#} = f(x)$$
 ... (14)

Para sistemas diluidos, esta función es frecuentemente li-neal y llega a ser:

donde m es un factor de distribución que relaciona la concentra--ción del soluto en la fase gas, en equilibrio con la concentración del soluto en la fase líquida. Donde m es la pendiente de la curva de equilibrio en x. Basándonos en la consideración hecha por Whitman, tenemos:

$$y_{Ei} = m x_{Ei}$$
 ... (16)

ahora multiplicando la ecuación (13) por m y rearreglando obten<u>e</u> mos:

$$(m \times_{E_i} - m \times_{E}) = N_E m / k_x$$
 ... (17)

combinando las ecuaciones (15) y (16) con la (18), nos resulta:

$$(y_{Ei} - y_{E}^{\#}) = N_{E} m / k_{x}$$
 ... (18)

La ecuación (18) está escrita en términos adecuados para su marse a la ecuación (12), obteniendo la siguiente expresión:

$$N_{E} = \frac{y_{E} - y_{E}^{\#}}{\frac{1}{k_{y} m} + \frac{m}{k_{x}}} \dots (19)$$

La ecuación (19) está expresada ahora en términos de resistencia total, para la fase gas. Una expresión similar podemos obtener para la fase líquida:

$$N_{E} = \frac{x_{E}^{\#} - x_{E}}{\frac{1}{m \ k_{y}} + \frac{1}{k_{x}}} \qquad \dots (20)$$

En las dos ecuaciones anteriores tenemos, el flujo molar la diferencia de concentración y la resistencia total a la transferen cia de masa, que denominaremos como coeficiente de transferencia de masa total, quedando éstos de la siguiente manera:

$$\frac{1}{K_{y}} = \frac{1}{k_{y}} + \frac{m}{k_{x}} \qquad \dots (21)$$

$$\frac{1}{K_{x}} = \frac{1}{m k_{y}} + \frac{1}{k_{x}} \qquad \dots (22)$$

Sustituyendo las ecuaciones (21) y (22) en (19) y (20), obtenemos las siguientes expresiones:

$$N_{E} = K_{y} (y_{E} - y_{E}^{\#})$$
 ... (23)

$$N_{E} = K_{x} \left(x_{E}^{\#} - x_{E} \right) \qquad \dots (24)$$

Ecuaciones similares podemos obtener conteniendo la difere<u>n</u> cia de concentración en unidades de relación mol.

$$N_{E} = K_{Y} (Y_{E} - Y_{E}^{\#})$$
 ... (25)

$$N_{E} = K_{X} (X_{E}^{\#} - X_{E})$$
 ... (26)

La representación gráfica de las diferencias de concentra-ción que originan el proceso se presentan en la figura 2.



Fig. 2

1.2.- Equipo de Absorción Gaseosa.

La absorción gaseosa es una operación unitaria en la cual uno o más componentes gaseosos se disuelven en un líquido, al es-tar en contacto con él, dando como resultado una solución de las especies que se difundieron. La operación puede ser un fenómeno puramente físico o puede involucrar una reacción química en el seno de la solución que se forma.

El equipo industrial empleado para esta operación unitaria puede clasificarse en dos tipos diferentes:

a.- Equipo de contacto continuo.b.- Equipo de contacto por etapas.

En el equipo de contacto continuo la interfase gas-líquido se mantiene en todo el equipo. El equipo más común son las torres empacadas, en las que estamos interesados por ser el equipo seleccionado para llevar a cabo nuestra experimentación. Consisten en una estructura rígida, cilíndrica, colocada sobre cimientos adecua dos y llenas con algún material inerte, llamado empaque; se operan usualmente a contracorriente, el solvente es distribuido sobre el empaque fluyendo hacia abajo sobre las piezas de éste, formando pe lículas delgadas, mientras el gas fluye hacia arriba entre los espacios libres del empaque moiado. Debe tenerse especial cuidado en asegurar una distribución adecuada de las corrientes a través del empaque, pues aún de haber logrado una distribución uniforme del líquido en la parte alta de la columna, éste tiende a fluir ha cia la pared de ésta, llamándosele a este fenómeno "acanalamiento", por lo que en columnas altas es necesario dividir la altura del em paque en varias secciones, con el objeto de colectar el líquido de las paredes y redistribuirlo.

Los materiales de construcción de las columnas empacadas d<u>e</u> penden de las condiciones de corrosión y pueden variar desde madera, metal, vidrio, plástico, hasta cerámica; en cuanto al empaque

se han propuesto distintas formas, medidas y materiales para su -construcción. Todos ellos deben ser inertes a los fluidos que serán procesados, proporcionar la mayor área interfacial posible, ser estructuralmente fuertes para permitir su fácil manejo e inst<u>a</u> lación, presentar bajo costo por unidad de volumen y mantenimiento, además de una larga vida bajo las condiciones de operación.

Entre las formas más comunes están los anillos Raschig, que se fabrican en acero, porcelana y carbón, sillas Berl que se fabr<u>i</u> can en los mismos materiales, al igual que los anillos Lessing, -Pall y sus tamaños varían entre media pulgada y seis pulgadas. El objetivo es tener una máxima eficiencia de absorción; este límite puede ser alcanzado, si el empaque presenta un área máxima al moj<u>a</u> do para el contacto interfacial.

Para elegir las características físicas del empaque, se han definido algunos parámetros sobre éstos. Uno de estos parámetros es a_V, definido como unidad de superficie activa húmeda por unidad de volumen empacado, y es un valor promedio, ya que el grado de mo jado del empaque varía de punto a punto dentro de la columna. Este promedio no es proporcional a la superficie específica total del empaque seco "Av", aunque naturalmente empaques pequeños tenderán a dar mayor superficie mojada por unidad de volumen. Esta falta de proporcionalidad se debe a tres causas:

- I.- Desigualdad en la distribución del líquido sobre la sección transversal de la columna.
- II.- Incapacidad del líquido para mojar cada una de las piezas del empaque.
- III.- Superficie inactiva en puntos de contacto en los cuales el líquido permanece estancado y ha sido saturado con soluto.

La fracción del total de la superficie externa que está mojada y activa, no ha sido medida directamente y depende principalmente del gasto del líquido y muy poco de la velocidad del gas.(3) En adición a la naturaleza del empaque, debe considerarse la resistencia que oponga al flujo de gas, ya que la potencia requerida para forzar el gas a fluir a través del empaque representa, frecuentemente, el principal costo de operación de una torre empacada. La potencia es proporcional al producto del gasto de gas por la caída de presión a través de la columna, por lo que los datos de caída de presión son importantes para el diseño. Ya que no se ha logrado obtener correlaciones satisfactorias para caídas de presión en empaques comerciales operando a contracorriente, lo que se ha hecho es graficar la caída de presión contra el gasto, para determinado tipo de empaque.

En la operación normal de una torre empacada, el líquido que fluye sobre el empaque ocupa una apreciable fracción del espacio vacío existente en el volumen empacado, reduciendo la sección abierta al flujo de gas y haciendo apreciablemente mayor la caída de presión que cuando el empaque está seco.

Para un determinado gasto líquido, la caída de presión aumenta linealmente, al ir aumentando la velocidad del gas. Esta r<u>e</u> lación que se grafica como una recta $\Delta P/H$ vs G, tendrá una pen--diente constante, hasta un punto denominado "punto de carga", donde la pendiente de la relación se incrementará. Cuando se pasa el punto de carga, la observación visual mostrará una mayor cantidad de líquido secuestrado en la parte alta del empaque por el líquido. El líquido habrá así llenado una gran parte del empaque, y el gas tendrá que burbujear a través de él. Esta condición es algunas v<u>e</u> ces llamado "inundación visual". Para un gasto ligeramente mayor al que corresponde a la inundación visual tiene un segundo cambio en la pendiente de la relación, y a este punto se le denomina "pu<u>n</u> to de inundación". (4)

1.3.- Diseño de Equipo

El problema en el diseño de equipo de absorción, consiste en calcular la altura y el diámetro del equipo para obtener una d<u>e</u> terminada separación. El problema puede ser resuelto por dos mét<u>o</u> dos distintos, uno utilizando el concepto de etapas de equilibrio, y el otro basado sobre velocidades del proceso difusional. La selección del método depende de la clase en la cual la operación se llevará a cabo, pero sea cual fuere el método empleado, implica el conocimiento de la ecuación de equilibrio líquido-gas del sistema involucrado. Nuestra operación es una absorción gaseosa realizada en una columna empacada, por lo que nuestras ecuaciones estarán r<u>e</u> lacionadas con las velocidades de los procesos difusionales defin<u>i</u> das en secciones anteriores.

Consideremos la columna empacada de nuestra experimentación para determinar las ecuaciones de diseño. (Ver. Fig. No. 3)



Fig. 3

Para operaciones en estado estacionario, un balance de mat<u>e</u> ria para una sección diferencial de la torre, se expresa de la siquiente manera:

$$dG = dL$$
 ... (27)

Y un balance parcial para el componente que nos interesa, sobre la misma sección diferencial nos da:

$$d(Gw_{G}) = d(Lw_{L}) \qquad \dots (28)$$

Esta ecuación nos relaciona las composiciones de las dos fa ses en contacto en cualquier punto a lo largo de la torre; noso--tros también podemos expresarla de la siguiente manera:

$$d(GsY) = d(LsX)$$
 ... (29)

Como la rapidez de cambio de un componente dentro de una f<u>a</u> ses debe ser igual a la rapidez de transferencia en la otra fase, obtenemos las siguientes expresiones:

Ls d X =
$$K_X (X_E^{\#} - X_E) d A$$
 ... (32)

En donde dA es la diferencial del área de transferencia interfacial asociada con la sección transversal de la torre. Esta área de transferencia en una torre empacada es muy difícil de me-dir, por lo que es más conveniente expresarla como:

El término "a" de la ecuación anterior es el área interfa--

cial por unidad de volumen de empaque y es función de una combinación de las características del empaque y del líquido retenido, por lo que depende también de los gastos de las dos fases. Puesto que "a" no se conoce generalmente para las columnas empacadas, se le combina con el coeficiente de transferencia para dar una enti-dad con unidades de cantidad transferida por unidad de tiempo por unidad de concentración por volumen de empaque. Así las ecuacio-nes (31) y (32) toman la siguiente forma:

Gs dY -
$$K_{Y}a$$
 ($Y_{E} - Y_{E}^{\#}$) dH ... (34)
Ls • dX = $K_{X}a$ ($X_{E}^{\#} - X_{E}$) dH ... (35)

Estas dos últimas ecuaciones pueden emplearse para obtener la altura requerida de la torre integrando sobre el cambio total de concentración en las corrientes de la torre:

$$H = \int_{0}^{H} dH = \frac{Gs}{K_{U}a} \int_{Y_{E1}}^{Y_{E2}} \frac{dY}{(Y_{E} - Y_{E}^{\#})} \dots (36)$$

$$H = \int_{0}^{H} dH = \frac{Ls}{K_{\chi}a} \int_{\chi=1}^{\chi=2} \frac{dx}{(x\# - x_{E})}$$
 ... (37)

Las ecuaciones (36) y (37) podremos usarlas para determinar los coeficientes volumétricos totales. Así

$$K_{\gamma}a = \frac{G_{s}}{H} \int_{Y_{F1}}^{Y_{E2}} \frac{d\gamma}{(\gamma_{E} - \gamma_{F}^{\#})} \dots (38)$$

$$K_{\chi^a} = \frac{L_s}{H} \int_{X_{E1}} \frac{dX}{(X_E^{\#} - X_E)} \dots (39)$$

En las ecuaciones (38) y (39) podemos observar que el único término que no obtenemos directamente es la integral que aparece en ellas, ya que tienen que ser resueltas gráficamente. Para esto es necesario tener las concentraciones de equilibrio, $Y^{\#}$ y $X^{\#}$, las cuales obtendremos haciendo uso de la curva de equilibrio y la relación de concentraciones totales en ambas fases a lo largo del e<u>m</u> paque, denominada línea de operación. (6)

La curva de equilibrio se construyó a partir de datos de presión de vapor de soluciones de etanol en agua a $20^{\circ}C$ (8), tran<u>s</u> formadas a unidades de relación mol.

Υ _E	×E	
0.0000	0.0000	
0.01158	0.0427	
0.02201	0.0989	
0.03011	0.1666	
0.03668	0.2594	$Pt = 585 \text{ mm} \cdot \text{de Hg}$
0.04185	0.3908	
0.04576	0.5873	

La línea de operación se puede obtener con sólo disponer de las concentraciones de ambas fases, en la entrada y a la salida del equipo, siendo éstas las coordenadas de dos puntos que grafica dos en un sistema de ejes coordinados, y unidos por medio de una línea recta, representan la línea de operación.

Para deducir una expresión analítica de la línea de opera-ción, a partir de las concentraciones de las corrientes de entrada, planteamos un balance parcial de etanol, procediendo de la siguie<u>n</u> te manera:

Balance parcial de etanol

 $Gs \cdot Y + Ls \cdot X = Gs \cdot Y_{F2} + Ls \cdot X_{E1}$... (40)

como en nuestra experimentación $X_{F1} = 0.0$

$$Gs \cdot Y + Ls \cdot X = Gs \cdot Y_{F2} \qquad \dots \qquad (41)$$

dividiendo la ecuación (41) entre Gs, obtenemos:

$$Y_{\rm F} = -(Ls/Gs)X + Y_{\rm E2}$$
 ... (42)

siendo ésta la ecuación de la línea de operación, con pendiente - (Ls / Gs) y ordenada al origen Y_{F2} .

Las concentraciones en relación mol de ambas fases en la en trada y en la salida del equipo, se obtienen de la siguiente manera:

Balance total de materia

$$G_1 + L_2 = G_2 + L_1$$
 ... (43)

del balance total desconocemos los gastos G_1 y L_2 . El gasto L_2 lo podemos obtener por un balance parcial de agua:

$$L_{1} = W_{A1} = L_{2} = W_{A2}$$

$$L_{2} = (L_{1} + W_{A1} + W_{A2}) \qquad \dots (44)$$

ahora del balance total obtenemos G, :

$$G_1 = G_2 + L_1 = L_2$$
 ... (45)

Obteniendo las siguientes expresiones para las concentraciones en relación mol:

$$Y_{E1} = \frac{(G_1 \cdot WE1) / ME}{(G_1 \cdot WC1) / MC} = \frac{gr. mol \ de \ Etanol}{gr. mol \ de \ CO_2}$$
$$Y_{E2} = \frac{(G_2 \cdot WE2) / MC}{(G_2 \cdot WC2) / MC} = \frac{gr. mol \ de \ Etanol}{gr. mol \ de \ CO_2}$$



Ya con la curva de equilibrio y la línea de operación, pod<u>e</u> mos obtener las concentraciones de equilibrio, $Y^{\#}$ y $X^{\#}$, como procederemos a continuación (ver Fig. 4):



Para un punto (X_E, Y_E) , sobre la línea de operación la concentración de equilibrio Y[#] correspondiente a Y_E, es aquélla que está en equilibrio con una solución de concentración X_E. La concentración X[#] correspondiente a X_E, es aquélla que está en equil<u>i</u>brio con un vapor de concentración Y_E.

La determinación de las concentraciones de equilibrio cubr<u>i</u> rá todo el rango de la línea de operación, con las que evaluaremos las integrales que aparecen en las ecuaciones (38) y (39). (5).

CAPITULO II

DESCRIPCION DEL EQUIPO Y TECNICA EXPERIMENTAL

2.1. - Descripción del Equipo

2.1.1.- Partes Principales

A) Columna.- El trabajo experimental se realizó en una columna de vidrio de 15 cm de longitud, 5.2 cm de diámetro externo y 4.7 cm de diámetro interno, empacada con anillos Raschig de 1/4 de pulgada. Sobre el empaque se colocó un distribuidor de líquido construido con dos placas circulares de acrílico de 2.5 cm de diámetro, con un corte de 3 mm de profundidad y 1.9 cm de diámetro, dejando un borde de 3 mm de espesor. A la placa superior se le perforó un orificio de 4 mm de diámetro y a la inferior cuatro or<u>i</u> ficios de 0.9 milímetros. (Fig. 5)



Fig. 5

El distribuidor del líquido fue sostenido por una placa de acrílico (Fig. 6), a la cual se le hizo un corte circular de 2.5 mm de ancho, donde se ajustó el tubo de la columna, la unión fue sellada con cinta de teflón. Esta placa fue de 1.2 cm de espesor y se le hicieron varias perforaciones: dos de 5 mm de diámetro p<u>a</u> ra la salida del gas, una conectada al cromatógrafo y la otra de venteo a la atmósfera; un tercer orificio que sirvió para pasar un tubo de unión al distribuidor del líquido, por medio de este tubo se controló la altura del distribuidor sobre el empaque, para este efecto se colocó, sobre la parte superior de la placa, una rondana cortada en acrílico y sujetada por medio de tornillos de 1.5 mm de diámetro, que ajustaba el tubo de unión a la altura deseada. Se le practicaron otros cuatro orificios, colocados uno en cada esqu<u>i</u> na para sostener la placa inferior por medio de tornillos. Además se le perforó un orificio que sirvió de pozo para colocar un term<u>ó</u> metro.





La placa inferior (ver Fig. 6), fue de iguales dimensiones que la superior; se le hicieron cinco perforaciones para la distr<u>i</u> bución del gas, y éstas fueron calculadas al igual que las del di<u>s</u> tribuidor del líquido, por el siguiente método de cálculo. (7)

1.- Calcular

 $\Delta P = (P_G - P_L) \cdot g/g h$

 $\Delta P_d = 0.10 \cdot \Delta P$

2.- Calcular el NRe para el flujo total aproximado del plato distribuidor y seleccionar el coeficiente de orificio Cd, de la f<u>i</u> gura 12 del capítulo III de la citada referencia.

3.- Determinar la velocidad del fluido a través de los orifi--cios, medida a la temperatura y densidad de operación:

Uori = Cd
$$(2 g_{c} \cdot \Delta P_{d} / \rho_{G})^{1/2}$$

El cociente de Uo/Uori da la fracción de área abierta en el distribuidor.

4.- Calcular el número de orificios por unidad de área del distribuidor, Nori, con la siguiente ecuación:

Nori =
$$(1/(d_{ori})^2) (4/\pi) + (Uo/Uori)$$

En la ecuación anterior se tienen dos incógnitas, d_{ori} y Nori, y para resolverla se supone un diámetro de orificio y se e<u>n</u> cuentra el correspondiente Nori. Se construye una tabla con los diferentes valores supuestos e inferidos y seleccionamos aquel Nori que corresponda al d_{ori} más pequeño que pueda perforarse.

A la placa inferior también se le hizo un corte circular de 2.5 mm de ancho, donde se ajustó el tubo de vidrio de la columna; sobre la parte lateral se hicieron dos orificios de 3.5 mm de diámetro que llegaban hasta la mitad de la placa, los cuales se comunicaron hacia la parte interna de la columna, además se le adicionó un acumulador para recibir el gas, en el cual se colocó un termómetro ajustado por medio de un tapón de hule. (Fig. 7)



Fig. 7

B) Baño de Temperatura Constante.- A este equipo lo describiremos ampliamente, ya que fue construido en el laboratorio expre samente para la experimentación que se realizó.

El baño de temperatura consistía de un recipiente de 35 cm de alto por 45 cm de diámetro, en el que se instaló un agitador – acoplado a un motor eléctrico, un termómetro de – 10 a 120°C, un – control de temperatura, cuyo elemento primario de medición fue un termistor, y el elemento final de control una resistencia de cale<u>n</u> tamiento. (Fig. 8)

El aparato se calibró para determinar la temperatura corres pondiente a cada posición de las perillas de ajuste. La calibra-ción se hizo de la siguiente manera: se colocaban las perillas de ajuste en una posición y se dejaba que el control alcanzara el pun to de ajuste, se anotaba la temperatura y se proseguía a la si---guiente posición; así se procedió hasta obtener la calibración del rango deseado.



Figura 8





- I F 1 : Rotámetro con capacidad para medir gastos de líquido de<u>s</u> de 0.05 cm³/s hasta 0.2 cm³/s.
- I F 2 : Rotámetro con capacidad para medir gastos de gas desde $50 \text{ cm}^3/\text{s}$ hasta 250 cm $^3/\text{s}$.
- I P 1 : Manómetro indicador de presión en el recipiente de CO,
- I P 2 : Manómetro indicador de presión de la descarga del recipiente de dióxido de carbono.
- 1 T 1 : Termómetro de 10 a 120°C.
- 1 T 2 : Termómetro de 10 a 120°C.
- R 1 : Recipiente de dióxido de carbono a 60 Kg/cm²
- R 2 : Recipiente de agua con capacidad para 50 lt.

C A - 1 : Columna de absorción de etanol.

C A - 2 : Secador de dióxido de carbono, lleno con sílica gel.

C A - 3 : Columna de saturación del dióxido de carbono con etanol.

- V 1 : Válvula de globo.
- V 2 : Válvula de diafragma.
- V 3 : Válvula de globo.
- V 4 : Válvula de aguja de 3/8 de pulgada.
- V 5 : Válvula de aguja de 3/8 de pulgada.

2.3.- Técnica Experimental

La operación se inició haciendo fluir el dióxido de carbono, por fuera del saturador de etanol, para eliminar el aire en la línea de conducción de gas, éste salía del tanque a una presión de - 0.5 Kg/cm^2 . Esta presión de descarga del tanque de dióxido de car bono fue seleccionada de entre aquéllas que mantuvieran el gasto deseado para la caída de presión existente en el equipo. El dióx<u>i</u> do de carbono se hacía fluir a través de la columna de secado, antes de pasar al resto del equipo.

Después se hacía fluir el dióxido de carbono a través del saturador de etanol, hasta alcanzar el equilibrio en la saturación del gas.

El gasto de la mezcla gaseosa se midió con un rotámetro calibrado, a esta mezcla se le tomaban muestras antes de entrar al distribuidor por medio de una válvula de salida, como consecuencia de esto el gas perdía presión y el líquido inundaba el acumulador del gas obstaculizando su paso normal, lo que motivó que antes de bombear el líquido se hiciera el análisis cuantitativo del gas de alimentación. Una vez hecho esto, se hacía fluir el líquido (agua destilada), desde un tanque de nivel constante por medio de una -bomba peristáltica, ajustando el gasto deseado con el control de velocidad de ésta, y midiéndolo con un rotámetro calibrado.

Debido a que la bomba peristáltica generaba oscilaciones en el gasto del líquido, se colocó en la línea de conducción de éste, antes del rotámetro de medición, un dispositivo que amortiguara t<u>a</u> les oscilaciones. Este consistía en un matraz con agua hasta la mitad de su volumen, colocado en posición invertida, y sellada su boca con un tapón de hule y cinta de teflón. Al tapón de hule se le hicieron dos perforaciones por donde se introdujeron dos tubos de vidrio, uno por donde entraba la corriente líquida, que se vertía sobre el nivel del agua, y el otro que servía de salida. (Di<u>a</u> grama de Flujo) Tanto la corriente líquida como la gaseosa después de abandonar la columna tenían sus respectivas tomas de muestra.

La operación se llevó a cabo isotérmicamente, alimentando gas y líquido a una temperatura constante; para esto las corrien-tes de alimentación se hicieron pasar a través del baño de temper<u>a</u> tura constante. El calor de dilución del etanol en el agua no ca<u>u</u> só diferencias apreciables de temperatura que involucraran desviaciones mayores de 0.1% en la densidad del gas y que introdujera un error mayor en la toma de muestras de gas.

Se colocaron termopozos a la entrada y a la salida de la c<u>o</u> rriente gaseosa para instalar termómetros que nos indicaran la te<u>m</u> peratura de operación.

Rotámetros

Los rotámetros que midieron los gastos del líquido y gas fueron calibrados de la siguiente manera, respectivamente: Por me dio del control de velocidad de la bomba se fijaba un gasto de líquido, manteniendo la posición en el rotámetro, se recibía el líquido a la salida de éste en una probeta midiéndose el tiempo que transcurría para recibir cierta cantidad de líquido, expresando el gasto en centímetros cúbicos por segundo. Se repetía la operación tres veces para cada punto de su escala, obteniéndose así una serie de gastos con sus correspondientes posiciones. Los datos se ajustaron mediante el método de mínimos cuadrados a la mejor recta que los representara, para de aquí obtener los gastos de operación. (Apéndice)

Para calibrar el rotámetro que midió el gasto de la mezcla gaseosa, se hizo fluir ésta a través de la línea de conducción, y a la salida del rotámetro la corriente se introdujo a un tubo de vidrio, donde con jabonadura se formaba una burbuja, la cual se desplazaba a lo largo del tubo. Este tubo se graduó hasta 500 cm³ en intervalos de 50 cm³. Esta calibración fue hecha una vez que - se tuvieron los rotámetros adecuados para la operación, es decir, que manejaran los gastos deseados para el experimento.

La selección de lor rotámetros se hizo como sigue: se instalaban rotámetros, uno para el líquido y otro para la corriente de gas, se hacían fluir las corrientes de alimentación, y se deter minaba cuál era el gasto máximo que podían registrar, después se hacía fluir el gas a través del saturador de etanol y se tomaban muestras de gas a la entrada de la columna y de líquido a la salida de la misma para analizar las concentraciones. Esto nos demostraba si los tiempos de residencia de las corrientes eran suficien temente grandes para lograr una buena transferencia de masa. Así se hicieron fluir gastos de gas desde 20 hasta 220 cm³/s, y para la corriente líquida desde 0.07 hasta 0.20 cm³/s, y para la co---rriente líquida desde 0.07 hasta 0.20 cm³/s. Se encontró que para gastos menores de 150 cm³/s, para el gasto de gas no proporcionaban una adecuada transferencia de etanol, como consecuencia se selec-cionó un rotámetro que midiera gastos de 150 hasta 200 cm³/s. Para la corriente líquida se usó un rotámetro que midiera de 0.07 hasta 0.15 cm³/s.

Análisis Cuantitativo

El análisis se realizó mediante cromatografía de gases en un cromatógrafo Gow-Mac con detector de celdas de conductividad térmica. Se analizó la corriente de gas de entrada, que consistía de dióxido de carbono y etanol; y la corriente líquida de salida, que consistía de etanol y agua, esta corriente contenía dióxido de carbono pero en cantidades despreciables. El agua de entrada se encontró pura por análisis cromatográfico. En base a los compuestos a determinar se seleccionó helio como gas de arrastre y una c<u>o</u> lumna porapak "R".

Las condiciones de operación de la columna del cromatógrafo, inyector y detector, así como los gastos de helio a través de la columna de operación y de referencia del cromatógrafo se seleccionaron de acuerdo a los tiempos de retención óptimos, y se buscó que los picos de los compuestos salieran separados. Se probaron distintas temperaturas de operación del cromatógrafo, con el objeto de optimizar el tiempo de análisis, siendo el etanol el de ma-yor tiempo de retención con seis minutos a 120°C en la columna y -145°C tanto en el inyector como en el detector; el gasto de helio fue de 60 centímetros cúbicos por segundo, que fue el óptimo para el diámetro de la columna porapak "R" empleada.

En cuanto al uso del cromatógrafo se hicieron distintas -pruebas para conocer la calibración área-masa adecuada, que debiéramos usar. Lo que se hizo fue preparar una solución de etanol en aqua de una composición en peso conocida e invectar una muestra. obteniendo en el registrador un pico para cada componente: primero el agua y luego el etanol. El tamaño del pico tuvo que ajustarse con la atenuación del cromatógrafo y el tamaño de la muestra, así se encontró que para una muestra de tres microlitros de solución acuosa de etanol se necesitaba una atenuación de 256 para el agua v 16 para el etanol. Para el dióxido de carbono se invectaron -tres mililitros con lo cual se necesitó una atenuación de 512. --Se trató de usar para la calibración área-masa, el método de norma lización de áreas, pero los resultados obtenidos no fueron satis-factorios, debido a que el detector no tuvo la misma respuesta para cada compuesto; también se trató de usar el método de factores de corrección, al final se encontró que la calibración absoluta -nos proporcionaba la mayor exactitud; se procedió de la siguiente se prepararon soluciones de etanol en agua de composición manera: conocida, desde 2% hasta 25% en peso, se inyectaron y se obtuvie-ron un par de picos para cada solución, entonces se graficó el área del pico del componente contra los miligramos del mismo en la muestra de la solución patrón tomada. Esta calibración tuvo que ser ajustada por el método de mínimos cuadrados al polinomio que mejor representara los puntos experimentalmente obtenidos. (Apéndice)

El cromatógrafo requería aproximadamente tres horas para al canzar las condiciones de operación seleccionadas, en tanto que el baño de temperatura alrededor de 20 minutos para llegar al punto de ajuste colocado, por lo que también debía iniciarse su opera--ción antes de hacer cualquier experimento. A continuación, se expone la secuencia de pasos que se hacían en cada experimento:

I.- Abrir la válvula del tanque de helio y ajustar la presión a 1 Kg/cm² con el manómetro.

II.- Revisar fugas en el cromatógrafo, septum de inyección y en todas las conexiones de tubería de conducción de gas y líquido.

III.- Ajustar los gastos de helio en las columnas del cromató grafo por medio del medidor de burbuja. En el calentamiento del aparato se usó hasta 20 centímetros cúbicos por segundo por columna, para minimizar el gas de arrastre.

IV.- Hacer la conexión eléctrica del cromatógrafo a la línea de 117 volts.

V.- Cerrar el circuito principal con su interruptor.

VI.- Colocar la perilla de la columna en la posición de temperatura de 120°C.

VII.- Colocar la perilla del detector en la posición de temp<u>e</u> ratura de 145°C.

VIII.- Colocar la perilla del inyector en la posición de temp<u>e</u> ratura de 145°C; la graduación de esta perilla no estaba ajustada a la calibración del manual, por lo que se tuvo que recalibrar la graduación para saber qué posición nos daba la temperatura deseada. Igual problema se presentó con la perilla del detector.

IX.- Poco antes de alcanzar las temperaturas fijadas en el cromatógrafo, se iniciaba la operación del baño de temperatura -constante. X.- Cerrar el circuito de la corriente eléctrica de los filamentos del detector, con el correspondiente interruptor ajustándola a 150 mA, una vez alcanzadas las temperaturas de operación del cromatógrafo y del baño de temperatura.

XI.- Conectar el registrador a la línea de voltaje regulado y las conexiones de la señal proveniente del cromatógrafo.

XII.- Ajustar el cero de la carta del registrador, el voltaje de amplificación de la señal del cromatógrafo y la velocidad de la carta. Estas últimas condiciones tenían que ser iguales a las que se usaron en la calibración de las curvas área-masa de los compo-nentes; se seleccionaron de acuerdo al tamaño y forma del pico, ya que los picos del agua y etanol no eran simétricos. No se podía sustituir el área por su altura en las calibraciones y demás cálcu los, por lo que se debía buscar una velocidad de carta, con la -cual se obtuvieran picos de buen tamaño para facilitar la medición de su área, en esto también influía el voltaje de amplificación.

XIII.- Abrir la válvula del tanque de CO₂ y ajustar la presión de descarga.

XIV.- Abrir la válvula de flujo hacia el saturador de etanol.

XV.- Ajustar el gasto de gas con la válvula colocada a la s<u>a</u> lida del saturador.

XVI.- Abrir la válvula de muestreo y tomar muestras de gas, una vez alcanzado el equilibrio en la saturación de etanol.

XVII.- Inyectar la muestra de gas y comenzar a correr la carta del registrador. Tomar dos muestras más e inyectar al cromatógrafo.

XVIII.- Hacer fluir la corriente líquida una vez obtenido el análisis del gas de entrada.

XIX .- Después de cinco minutos de haber puesto en contacto la

corriente líquida con la gaseosa, comenzar a tomar muestras del lí quido de salida, recolectándolas en ampolletas de tres mililitros, tapando la ampolleta con algodón. Al momento de tomar las mues--tras, se comenzaba a inyectar al cromatógrafo.

XX.- Después de analizar el primer gasto líquido, se pasa al siguiente conservando el mismo gasto de gas de entrada.

XXI.- Después de recorrer todo el rango de gastos de líquido permisibles, se continúa con el siguiente gasto de gas de entrada, fijándose éste y variando el gasto del líquido.

Para terminar la operación, se procedía de la siguiente manera:

.... Detener el movimiento de la hoja del registrador con su res pectivo interruptor.

..... Apagar el registrador.

- Bajar a cero la corriente de filamentos del cromatógrafo.
- Abrir el circuito de corriente a los elementos del cromatógrafo por medio de su interruptor.
- Cerrar la válvula de la corriente líquida.
- Abrir el circuito de corriente al control de la bomba con su interruptor.

..... Cerrar la válvula del tanque de gas.

- Apagar el control de temperatura del baño.
- Reducir el gasto de gas de arrastre del cromatógrafo.a su décima parte. Colocar el control respectivo en enfriamiento.

CAPITULO III

RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1.- Cálculos

Expondremos la secuencia de cálculo de los coeficientes de transferencia de masa de un experimento, para ilustrar el método de cálculo.

De la experimentación se obtuvieron los siguientes cromatogramas de las corrientes de gas de entrada, G_2 , y líquido de sal<u>i</u> da, L₂. (Ver Fig. 9)



Fig. 9

Experimento No. 1

Para la corriente, G, , obtuvimos la siguiente información:

G2	C02	H ₂ 0	Et OH
Atenuación	512	-	8
Area Directa	15.6566	-	3.295
Area Corregida	15.6566	-	1.6478
Masa	4.6999	-	0.18114
Fracción Masa	96.2289	-	3.7711

Para el dióxido de carbono utilizamos la altura del pico, ya que éste resultó ser simétrico; para los demás componentes usamos el área. De la tabla anterior podemos observar que el pico de etanol fue obtenido a una atenuación diferente a la que se utilizó en la recta de calibración área-masa; esto se hizo con el objeto de obtener un pico de buen tamaño para que se le determinara su área de una manera más fácil. El área así determinada era dividida entre un factor para obtener el equivalente a una atenuación 16, correspondiente a la recta de calibración.

Con la posición del rotámetro del gas de entrada y la recta de calibración-gasto, obtenemos el gasto del gas de entrada, G₂.

Para la corriente líquida, L_2 , obtuvimos la siguiente in-formación:

L ₂	co ₂	H ₂ 0	Et OH
Atenuación		256	8
Area Directa	-	1.6718	4.8218
Area Corregida	-	1.6718	2.41
Masa		2.3736	0.2663
Fracción Masa	-	90.0	10.0

Con la posición del rotámetro del líquido, obtenemos:

L, = 309.6 gr. de Agua / hr.

ahora haciendo uso de la ecuación (46) tenemos que:

 $L_2 = 344.0$ gr. de Agua / hr.

y del balance total expresado en la ecuación (47), obtenemos:

 $G_1 = 1277.1 \text{ gramos/hr}.$

Las concentraciones para el trazo de la línea de operación, quedan como sigue:

> $Y_{E1} = 0.0114$ $Y_{E2} = 0.0374$ $X_{E1} = 0.0000$ $X_{E2} = 0.0434$

El siguiente paso es graficar la línea de operación y la curva de equilibrio sobre un mismo sistema de ejes coordenados para obtener las concentraciones de equilibrio:

۲ _E	Y [#] E	1/(Y _E - Y [#] _E)
0.03740	0.01140	38.46150
0.03200	0.00920	43.85960
0.02600	0.00700	52.63150
0.02000	0.00440	64.10250
0.01780	0.00340	69.44400
0.01140	0.00000	87.71920

Con la información anterior graficamos $I/(Y_E - Y_E^{\#})$ vs Y_E ,

para obtener el valor de la integral, el cual se determina evaluan do el área que marcan sus límites, así:

$$\int_{Y}^{Y} E^{2} \frac{d Y}{(Y_{E} - Y_{E}^{\#})} = 1.48624$$

$$Gs = 1.653 \text{ gr. mol} de CO_{2} / hr. cm^{2}$$

$$H = 9 \text{ cms.}$$

Ahora de la ecuación (41) tenemos:

 $K_{ya} = 0.27294$ gr. mol de EtOH / hr. cm³ (rel. mol)

Para el cálculo de K_Xa se sigue un procedimiento análogo al seguido en la determinación de K_Ya :-

Con los puntos obtenidos para el trazo de la línea de opera ción, graficados junto con la línea de equilibrio en el mismo sistema de ejes coordenados, obtengo las concentraciones de equili--brio $X_E^{\#}$, de acuerdo al método ejemplificado en la figura número tres:

х _Е	× [#] E	$i/(x_E^{\#} - x_E)$
0.00000	0.040	25.0000
0.00500	0.054	20.4080
0.01000	0.070	16.6660 ,
0.01500	0.086	14.0840
0.02000	0.104	11.9047
0.02500	0.128	9.7087
0.03000	0.152	8.1967
0.03500	0.184	6.7114
0.04340	0.258	4.6590

)

Con la información anterior graficamos $I/(X_E^{\#} - X_E)$ contra X_E , para obtener el valor de la integral, el cual se determina - evaluando el área que marcan sus límites. Así:

$$\int_{Y_{E1}}^{X_{E2}} \frac{d X}{(X_{E}^{\#} - X_{E})} = 0.50331$$

Ls = 0.99135 gr. mol de Agua / hr. cm²
H = 9 cms.

ahora de la ecuación (42) tenemos:

 $K_{\chi^a} = 0.05543$ gr. mol de EtOH / hr. cm³ (rel. mol)

3.2.- Resultados

Experimento No.	G ₂ (g/hr)	WGE2	L ₁ (g/hr)	WLE2	К _ү а	К _Х а
1	1311.50	3.77	309.60	10.00	0.2729	0.0554
2	1311.50	3.77	411.91	7.735	0.2679	0.0555
• 3	1311.50	3.77	480.74	7.238	0.3279	0.0682
4	1605.04	3.39	239.83	13.24	0.3687	0.0687
5	1605.04	3.39	454.93	9.533	0.5693	0.1330
6	1605.04	3.39	558.18	7.886	0.6096	0.1399

CAPITULO IV

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El objetivo de esta tesis fue cumplido al realizar la experimentación necesaria para obtener los coeficientes de transferencia de masa a una temperatura constante y en estado estacionario.

El rotámetro de medición de la corriente G_2 tuvo una precisión de 2% en cada posición de su escala. El rotámetro de medi--ción de la corriente L_1 tuvo una precisión de 0.8% en cada posi--ción de su escala. En tanto que el control automático de temperatura tuvo una precisión hasta de 0.25°C.

Experimentalmente fue difícil tomar muestras representati-vas de la corriente G_1 , debido a la dificultad de instalar un dis positivo que permitiera reproducir la toma de muestras. Se conectó una línea para la salida de G_1 abierta a la atmósfera y también un septum sobre la placa superior de la columna, pero ambos intentos no resultaron adecuados para hacer la toma de muestras reprodu cible.

La dificultad fue que no se pudo recolectar la corriente G₁ de tal forma que no afectara las condiciones hidrodinámicas de la columna-líquidos de apoyo, zona de carga e inundación.

El análisis cuantitativo de las muestras de la corriente G_1 presentó hasta un 50% de variación, por lo que no se consideró tal información en el balance de materia. Por lo cual el planteamiento de éste se hizo sólo con la siguiente información: L_1 , X_{A1} , L_2 , X_{A2} , X_{E2} , G_2 , Y_{C2} , Y_{E2} , lo que imposibilitó que el balance de materia fuera comprobado.

Debido al considerable volumen que se pierde de etanol, se intentó emplear la información obtenida como fundamento para escalar la torre empacada a nivel industrial.

Se correlacionó el $K_{\gamma}a$ con los gastos Ls y Gs, empleando los datos experimentales, de los cuales se obtuvo la siguiente expresión (Fig. 10). $K_{va} = 0.06437 \text{ Ls}^{0.564} \text{Gs}^{2.727}$

Esta se utilizó para predecir el K_ya para gastos Ls y Gas a escala industrial y emplear a éstos en el escalamiento de la altura de la zona empacada. Se encontró que la ecuación no puede ser usada para gastos Gs mayores a los experimentales, pues se obtiene valores de K_ya muy superiores a los encontrados en la práctica experimental. Esto nos hace considerar que será necesario hacer la experimentación que nos lleve a determinar el comportamiento del - K_ya para gastos mayores que los ya empleados. Hay que considerar para esto que los gastos reportados en la sección 4.2 fueron optimizados en cuanto a la recuperación de etanol. Se encontró que para cocientes L₁/G₂ > l, dentro del rango de concentraciones usadas, la recuperación era casi nula. Se optimizó en base al tiempo de - residencia de la corriente L₁, el cual se fue aumentando hasta que se logró una recuperación adecuada del etanol que era aliment<u>a</u> do en la corriente G₂.

La recuperación obtenida del etanol en las corridas experimentales se muestran en la tabla I.

TABLA I

Exper	imento N	۰.	*	de	Recuperación
	1				69.50
	2				69.82
	3				75.82
	4				67.30
	5				88.10
	6				87.80

El trabajo que aquí concluye se llevó a cabo en aproximadamente 2 años, distribuidos de la siguiente manera: La selección del tema y el diseño del experimento ocupó 4 meses, y se hizo en base a la consulta de las siguientes publicaciones:



Figura 10

DISSERTATION ABSTRACTS AND MONOGRAPHS IN MICROFORMS* APPLIED SCIENCIE & TECHNOLOGY INDEX* ENGINEERING INDEX ANNUAL*

* Localizadas en el Centro de Información Científica y Humanística de la UNAM.

La construcción e instalación del equipo ocupó once meses, y las corridas experimentales siete meses.

Durante el desarrollo de esta tesis nos encontramos con carencias de material que difícilmente fueron salvadas, ya que ésta no estuvo dentro de los planes de investigación y desarrollo de la facultad. Esto último es confirmado con la falta de continuidad en el desarrollo de la experimentación iniciada.

Todo esto nos hace considerar necesaria la formación de un mecanismo oficial que pueda ofrecer al pasante de licenciatura, i<u>n</u> teresado en el trabajo experimental, la entrada sistemática a los proyectos de investigación de la Facultad, para asegurar al tesista la infraestructura adecuada.

NOMENCLATURA

A	•-	Area de transferencia interfacial (cm ⁻ /cm ⁻) de sección tran <u>s</u>
		versai de la columna).
a		Area interfacial por unidad de volumen de empaque (cm^2/cm^3) .
av		Superficie activa húmeda por unidad de volumen empacado.
Av		Superficie específica de empaque seco.
C	•-	Concentración mol total.
CA	•-	Concentración mol del componente A.
cd		Coeficiente de orificio.
DAB		Difusividad de A en el componente B.
d _{ori}		Diámetro de orificio.
G		Gasto total de gas (gramos/hora).
Gs		Gasto de gas solvente (gramos mol/hora cm ²).
9		Aceleración gravitacional (9.78 m/s ²).
gc		Constante dimensional.
н		Altura de la zona empacada (cm).
h		Altura de columna hidrostática (cm).
k _x		Coeficiente de transferencia de masa en fase líquida
		(g. mol/hr cm~ fracción mol).
k,		Coeficiente de transferencia de masa de fase gas
•		(g. mol/hr cm² fracción mol).
к		Coeficiente total de transferencia de masa. Fase indicada
		por el subíndice (g. mol/ hr. cm ² . relación mol).
L-	·-	Gasto total de líquido (cm ³ /s).
L		Gasto total de líquido (gramos/hora).
Ls		Gasto de líquido solvente (g. mol/hr. cm ²)
Nori		Número de orificios.
P		Presión parcial.

PE	•-	Presión parcial del componente E.
Pt		Presión total.
T		Temperatura (°C)
Uo		Velocidad del fluido dentro de la columna (L ⁻ /S :cm/s)
Uori		Velocidad del fluido a través de los orificios.
U,V,	W	Sistema de ejes coordenados.
v"		Velocidad media molar ($x_A v_A + x_B v_B$)
▼ _A		Velocidad del componente A relativo a ejes estacionarios (cm/s).
∨ _B		Velocidad del componente B relativo a ejes estacionarios (cm/s).
w		Fracción masa.
×		Fracción mol en fase líquida.
x		Relación mol en fase líquida.
У		Fracción mol en fase gas.
Y .		Relación mol en fase gas.
Y [#]		Relación mol de equilibrio en fase gas.
x#		Relación mol de equilibrio en fase líquida.
ΔP		Diferencia de presión.
ΔPd		Diferencia de presión en el distribuidor.
ρ		Densidad. Fase indicada por el subíndice.

52

SUBINDICES

- A .- Componente A
- B .- Companente B
- E .- Componente Etanol

×	Fase líquida en fracción mol.	
x	Fase líquida en relación mol.	
y	Fase gas en fracción mol.	
Y	Fase gas en relación mol.	
1	Corriente en lo alto de la torre empacada.	
2	Corriente en los fondos de la torre empacada	

APENDICE

いたって

Apéndice

Recta de calibración Gasto-Posición para el rotámetro de la corrien te líquida L₁ (Fig. 10)

$L_1(cm^3/s)$	Posición
0.07250	12.2
0.08600	13.2
0.09500	14.0
0.11270	15.4
0.14700	18.2
0.15650	19.2

Curva de calibración Gasto-Posición para el rotámetro de la corrien te G_2 . Los datos experimentales se ajustaron a un polinomio de segundo grado.

G2(cm ³ /s)	Posición
74.67870	6
84.00720	7
116.9700	9
136.3960	10
157.2438	11
168.9581	12





Apéndice

Recta de calibración Masa-Area para el componente CO_2 (Fig. 12)

M(mg)	S (cm ²)	Atenuación	Muestra
0.91567	4.1133	512	0.5
1.83130	7.1840	512	1.0
2.74702	9.8140	512	1.5
3.66268	12.290	512	2.0
4.57837	14.043	512	2.5

Recta de calibración Masa-Area para el componente H₂0 (Fig. 13)

M(mg)	S (cm ²)	Atenuación	
2.144	1.6053	256	
2.408	1.8067	256	
2.470	1.7450	256	
2.835	1.8370	256	
2.933	2.0000	256	

Recta de calibración Masa-Area para el componente C_2H_5OH (Fig. 14)

M(mg)	S (cm ²)		Atenuación	
0.0540	0.6260		16	
0.3040	2.5325		16	
0.4534	4.0130		16	
0.5080	4.7550		16	
0.7378	6.6256		16	







BIBLIOGRAFIA

- Bird, R.B., Warren E. Stewart y E.N. Linghfoot: "Fenómenos de Transporte". Ed. Reverté, S.A. 1973
- (2) Sherwood, T.K., R.L. Pigford y Wilke: "Mass Transfer". Mc Graw Hill Book Company.
- (3) Sherwood, T.K. y R.L. Pigford: "Absorption and Extraction".
 2a. ed. McGraw Hill Book Company. 1952
- (4) McCabe, Warren L. y Julian C. Smith: "Unit Operations of Chemical Engineering". III ed. McGraw Hill Book Company. 1976
- (5) Treybal, Robert E.: "Mass Transfer Operations". 2da. ed. McGraw Hill Book Company. 1955
- (6) Foust, A.S., L.A. Wenzel, C.W. Clump, L. Maus y L.B. Andersen: "Principios de Operaciones Unitarias". Compañía Editorial Continental, S.A. 2da. ed. en español. 1974
- (7) Kunii y Levenspiel: "Fluidization Engineering". Ed. John Willey & Sons. lera. Ed.
- (8) "International Critical Tables". Vol. III, pág. 290.
- (9) Shulman, H.L. y R.G. Robinson: AICHE Journal. Vol. VI.
 No. 3, pág. 469.

TESIS CRUZ Perú Núm. 115 Acc. 1 México 1, D. F. Tel.5-26-89-23