

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Química

DETERMINACION EXPERIMENTAL DE COEFICIENTES
DE TRANSFERENCIA DE MASA EN EXTRACCION
LIQUIDO-LIQUIDO

53

ISIDRO CANO ROSAS
INGENIERIA QUIMICA

1974



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.

JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE : ING. RUDI P. STIVALET CORRAL
VOCAL : ING. ANTONIO VALIENTE BARDERAS
SECRETARIO : ING. ROBERTO ANDRADE CRUZ
1er. SUPLENTE : ING. ANTONIO FRIAS MENDOZA
2o. SUPLENTE : ING. JOSE F. GUERRA RECASENS

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

LABORATORIO DE INGENIERIA QUIMICA
DE LA FACULTAD DE QUIMICA

SUSTENTANTE:

ISIDRO CANO ROSAS

ASESOR DEL TEMA:

ING. ANTONIO VALIENTE B.

a la memoria de mi padre

en reconocimiento a todos sus esfuerzos

a mi madre:

con inmenso amor, cariño y agradecimiento
por todos sus sacrificios hechos
para forjarme una carrera

con cariño y agradecimiento
por el gran apoyo moral
que me han brindado
a mis queridas hermanas
Margarita y
Ofelia

a mis queridas abuelitas

Sra. Manuela Noguerón Vda. de Rosas

Sra. Guadalupe Sanchez Vda. de Cano

con cariño fraternal a

Daniel Mosqueda

Vicente Rosas

Virgilio Cano

a mis amigos

Mario Agiss

Jesús Arvizu

Gabriel Castellanos

Humberto Mohedano

Jesús Tapia

Luis Sanchez

Rodolfo Zamora

con admiración

agradecimiento y

estimación

al Ing. Antonio Valiente B.

con infinito amor a Marisela

C O N T E N I D O

	Pag.
INTRODUCCION	5
CAPITULO I GENERALIDADES	
Definición	7
Representación Gráfica	8
Equilibrio	13
Extracción a Contacto Continuo y por etapas	24
Equipo de Extracción	26
CAPITULO II METODOS DE DISEÑO PARA EQUIPOS DE CONTACTO CONTINUO	
Línea de Operación	33
Transferencia de Masa	37
Inundación	48
CAPITULO III EXPERIMENTACION	
Descripción del Equipo	51
Determinación Experimental de la Curva de Equilibrio	55
Determinación Experimental de la Línea de Operación	63
Resultados	72

CONCLUSIONES	84
APLICACIONES (Diseño de una Práctica de Lab.) ...	86
NOMENCLATURA	99
BIBLIOGRAFIA	101

INTRODUCCION

Las operaciones unitarias son fundamentales en Ingeniería Química. El concepto de operación unitaria consiste en dividir un proceso químico en una serie de etapas ó pasos. Estos pasos son los que se pueden encontrar en casi todos los procesos, los pasos u operaciones tienen los mismos principios y técnicas en común.

Por lo general se define como operación unitaria a procesos en los cuales solo existen cambios físicos. Las operaciones unitarias básicamente incluyen flujo de fluidos, intercambio de calor y operaciones de transferencia de masa.

La separación de los constituyentes de una mezcla es un problema muy común en procesos químicos. Si un material es un sólido, la filtración ó la centrifugación sería la respuesta. Cuando la mezcla es homogénea, la respuesta sería la creación ó introducción de una segunda fase, la destilación sería lo mas común, una alternativa muy útil sería la extracción por medio de un solvente.

Sin embargo pese a que la extracción tiene una gran aplicación industrial, aplicaciones en las que se incluye la refinación del petróleo, purificación de vitaminas

y antibióticos y refinación de aceites vegetales, considero que no se le ha puesto demasiado interés en cuanto a su enseñanza en nuestra Facultad; debido a esto, el trabajo efectuado sobre de ésta tesis está enfocado a un estudio detallado sobre la extracción líquido-líquido, estudio que está basado en la experimentación sobre un caso particular de la extracción líq-líq como lo es la extracción a flujo continuo a contracorriente.

Este trabajo comprende dos partes principalmente, la primera de ellas corresponde a la parte teórica, desde generalidades sobre la extracción líquido-líquido, así como las ecuaciones básicas de transferencia de masa, hasta el cálculo de equipo para éste proceso. La segunda parte corresponde a la parte experimental, dándose un informe sobre los experimentos hechos para lograr el objetivo de ésta tesis, terminando con el diseño de una práctica de laboratorio con el objeto de que los alumnos de Ingeniería Química puedan entender mejor el proceso de extracción y así mismo vean la similitud con otras operaciones unitarias de transferencia de masa tales como absorción de gases, extracción sólido-líquido ó lixiviación, y aún destilación.

CAPITULO I

GENERALIDADES

Definición.- La extracción líquido-líquido es uno de los más importantes procesos de transferencia de masa usados por los Ingenieros Químicos, para separar los componentes de una mezcla de líquidos, aprovechando su distribución desigual entre dos líquidos mutuamente insolubles. Este proceso de extracción es un ejemplo de transferencia de masa molecular, que ocurre cuando una frontera del sistema, es permeable únicamente a un tipo de componente (en el caso más simple), por lo tanto no hay movimiento neto del otro componente asociado con ese primer tipo y entonces se dice que es estacionario.

Por ejemplo durante la extracción de benceno a partir del heptano por medio de dietilen-glicol (DEG), la interfase entre el heptano y el DEG es permeable al benceno únicamente, (en realidad el heptano tiene una solubilidad despreciable en DEG); por lo tanto el benceno se difunde desde la masa del heptano, a través del heptano estacionario hasta la interfase líquido-líquido, donde es absorbido por el DEG, en éste proceso no hay transferencia neta del heptano.

Los sistemas usados en extracción líquido-líquido

pueden ser divididos en dos grandes categorías, una en que la transferencia de masa ocurre debido a diferencias puramente físicas en solubilidad, otra categoría en la que los cambios químicos ayudan a la transferencia del material. En la primera categoría podemos incluir la extracción de solutos orgánicos con solventes orgánicos y en la segunda categoría aquellos de metalurgia extractiva, como por ejemplo el procesamiento de uranio y otros metales y minerales y la separación de tierras raras.

Representación Gráfica.- Las operaciones comerciales más importantes de extracción incluyen sistemas con más de dos componentes. Los sistemas ternarios, por ejemplo, en los cuáles una mezcla de dos componentes que denominaremos A y G los separamos por medio de un solvente S, son de los más frecuentes. Debido a que el sistema en estudio es un sistema ternario, es conveniente hacer una representación gráfica de éstos sistemas, y para ello se hace uso de un triángulo equilátero ó de un triángulo rectángulo.

En un triángulo equilátero los tres componentes puros A, G y S se representan en los vértices del triángulo, de tal manera que cualquier punto que esté sobre cualquiera de las líneas que unen a éstos vértices, nos representa una mezcla binaria, cuyos componentes son los

que se colocan en los vértices ó los extremos de esa línea. Así mismo cualquier punto que esté dentro del triángulo nos representa una mezcla ternaria cuya composición podemos leer fácilmente del mismo diagrama. Por ejemplo de la figura 1, los vértices A, G y S nos representan los componentes puros A, G y S respectivamente. La línea \overline{GA} nos dá la concentración del componente A, la línea \overline{AS} la concentración de S y la línea \overline{SG} la concentración de G. También sobre la línea \overline{GA} podemos obtener la concentración de G con sólo restar a 100 la concentración de A, igualmente para la concentración de A sobre la línea \overline{AS} . El punto h nos representa una mezcla binaria de los componentes A y G con 40% de A y 60% de G. El punto i representa una mezcla con 50% de G y 50% de S y el punto j representa 20% de S y 80% de A. El punto k representa una mezcla ternaria cuya composición es de 40% de A, 30% de G y 30% de S.

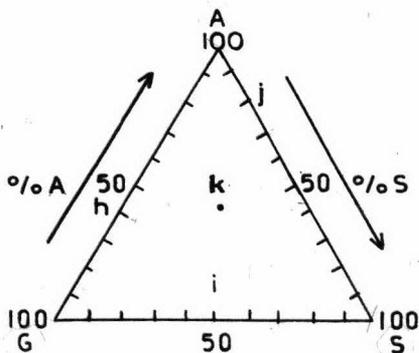


fig. 1

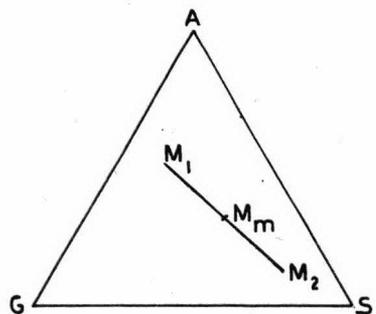


fig. 2

Es interesante hacer notar también que si mezclamos dos mezclas diferentes, el punto que nos representa nuestra nueva solución se encuentra sobre la línea que une los dos puntos de mezclas originales. Por ejemplo, en la figura 2, el punto M_m representa el punto de solución final, al mezclar las soluciones originales M_1 y M_2 . Este punto M_m quedará más cerca ó más lejos de M_1 ó M_2 dependiendo de la proporción en que se añadan éstas dos soluciones originales.

De acuerdo con la figura 3 y haciendo un balance total de materiales tenemos:

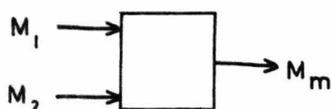


fig. 3

$$M_1 + M_2 = M_m \dots\dots\dots(1)$$

También haciendo un balance parcial de materiales, para el componente A, tenemos:

$$M_1 x_{A1} + M_2 x_{A2} = M_m x_{Am} \dots\dots\dots(2)$$

Donde x_{A1} es la concentración del componente A en la solución 1, x_{A2} es la concentración del mismo componente en la solución 2 y x_{Am} es la concentración en la mezcla final.

$$\text{De (1)} \quad M_1 = M_m - M_2 \dots\dots\dots(3)$$

Sustituyendo (3) en (2):

$$(M_m - M_2) x_{A1} + M_2 x_{A2} = M_m x_{Am} \dots\dots\dots(4)$$

$$M_m x_{A1} - M_2 x_{A1} + M_2 x_{A2} = M_m x_{Am} \dots\dots\dots(5)$$

$$M_2 (x_{A_2} - x_{A_1}) = M_m (x_{A_m} - x_{A_1}) \dots\dots\dots(6)$$

$$\frac{M_2}{M_m} = \frac{x_{A_m} - x_{A_1}}{x_{A_2} - x_{A_1}} \dots\dots\dots(7)$$

La ecuación (7) se puede ilustrar por medio de una línea recta, donde la longitud total de ésta representa la cantidad total de M_m . Colocando las concentraciones x_{A_1} y x_{A_2} en los extremos de la línea y x_{A_m} sobre cualquier punto sobre de ésta, tenemos:

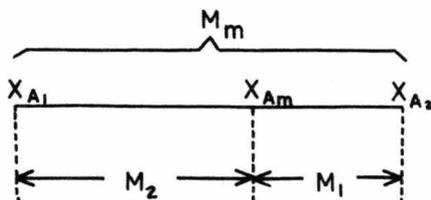


fig. 4

La distancia $x_{A_m} - x_{A_2}$ representa la cantidad de M_1 y la distancia de $x_{A_1} - x_{A_m}$ representa la cantidad de M_2 de tal manera que:

$$\frac{\text{segmento } M_2}{\text{segmento } M_m} = \frac{x_{A_m} - x_{A_1}}{x_{A_2} - x_{A_1}} \dots\dots\dots(7)$$

De la misma manera como se representa la ecuación (7) se pueden representar u obtener otro tipo de relaciones tales como la relación de M_1 a M_m y también M_1 a M_2 .

$$\frac{M_1}{M_m} = \frac{x_{A_m} - x_{A_2}}{x_{A_1} - x_{A_2}} \dots\dots\dots(8-a)$$

$$\frac{M_1}{M_2} = \frac{x_{A_m} - x_{A_2}}{x_{A_1} - x_{A_m}} \dots\dots\dots(8-b)$$

Este procedimiento es comunmente denominado como regla de la palanca y es sumamente útil para cuestiones de cálculo, no sólo en operaciones de extracción, sino que también en otras operaciones, tales como destilación flash ó autoevaporación y destilación binaria.

Los sistemas ternarios también se suelen representar en un triángulo rectángulo, colocando las concentraciones del componente A sobre el lado vertical, y las concentraciones del componente S sobre el lado horizontal.

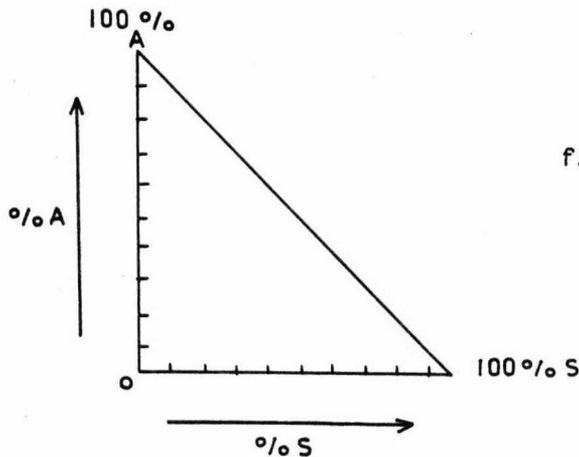


fig. 5

El vértice del ángulo recto nos representa el componente G puro. En éste tipo de diagramas, las lecturas de las concentraciones de los componentes se hace en forma mucho más fácil que en coordenadas triangulares equiláteras . Por ejemplo en la figura 6, el punto h repre-

presenta una mezcla de A, G y S cuya composición es 30% de A, 30% de S y la concentración de G sería la diferencia de 100% ó sea el 40%. La regla de la palanca también se aplica en éste tipo de diagramas.

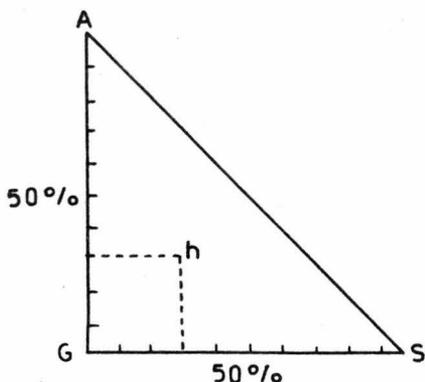


fig. 6

Equilibrio.- La extracción líquido-líquido es un fenómeno de transferencia de masa, cuando la transferencia neta de masa sea igual a cero, el sistema se encontrará en el equilibrio. De acuerdo con la regla de las fases de Gibbs:

$$F = C - P + 2 \dots\dots\dots(9)$$

Dónde C es el número de componentes del sistema y P el número de fases presentes, F es el número de variables intensivas que pueden variarse independientemente, llamándosele a ésto como número de grados de libertad. Para un sistema ternario el número de grados de libertad será igual a 5 menos el número de fases presentes. Respecto a

éste número de fases presentes en un sistema ternario, existen varios casos: si los tres componentes se mezclan en todas proporciones, con formación de soluciones homogéneas, el sistema carece de importancia para la extracción en fase líquida. Los casos de importancia que existen en extracción líquido-líquido son:

Tipo I: Formación de un par de líquidos parcialmente solubles.

Tipo II: Formación de 2 pares de líquidos parcialmente solubles.

Tipo III: Formación de 3 pares de líquidos parcialmente solubles.

Tipo IV: Formación de fases sólidas.

Para el primer tipo de acuerdo con la regla de las fases de Gibbs, F es igual a 3, ésto nos indica que fijando 3 variables, que pueden ser la presión, la temperatura y cualquiera de las dos concentraciones del soluto en las fases conjugadas, nuestro sistema quedará determinado en el equilibrio.

Este primer tipo de sistemas con formación de un par de líquidos parcialmente miscibles, se ilustran por medio de una isoterma llamada curva binodal, donde cualquier punto que se localice fuera de la curva DRPEH (fig. 7), representa un sistema ternario formando una solución homogénea en una sola fase líquida, y cualquier punto que

esté situado abajo de la misma curva, representa un sistema ternario formando dos líquidos inmiscibles.

De la figura 7 se observa que los componentes líquidos A y G, son miscibles en todas proporciones, así mismo también los componentes líquidos A y S. Los líquidos G y S, son parcialmente miscibles y los puntos D y H re-

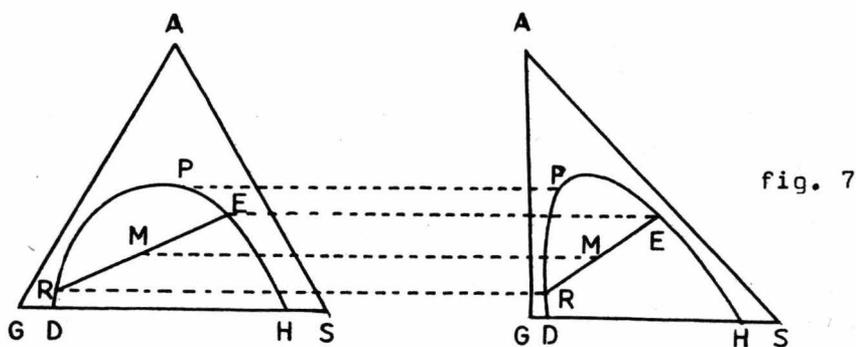


fig. 7

presentan las soluciones saturadas en el sistema binario. La línea isoterma DRPEH llamada también curva de solubilidad ó curva binodal, representa el equilibrio entre dos fases líquidas. El punto M indica una mezcla de A, G y S, formando dos capas líquidas mutuamente insolubles. La composición de ambas capas puede determinarse por medio de los puntos R y E. El punto M de acuerdo con la regla de la palanca, quedará exáctamente, sobre la línea que une los puntos R y E, a ésta línea se le denomina línea de unión.

También es interesante hacer notar cierta nomenclatura, para un sistema ternario en extracción, un soluto A disuelto en un líquido G y con composición determinada por el punto B, se extrae añadiendo un solvente puro S. La composición de la mezcla resultante, de acuerdo con la regla de la palanca, está determinada por el punto M, físicamente ésta mezcla resultante está comprendida por dos capas mutuamente insolubles. A la capa rica en líquido G se le denomina refinado, y su composición está determinada por el punto R, a la capa rica en solvente S, se le denomina extracto y su composición está determinada por el punto E. (fig.8)

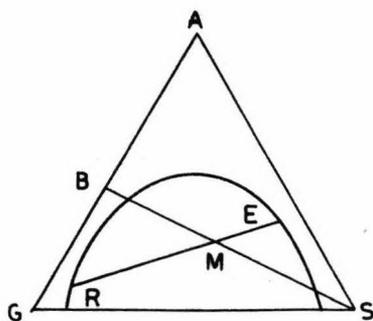


fig. 8

Para cualquier sistema en particular, la pendiente de la línea de unión RE, está determinada por la distribución desigual en el equilibrio del soluto A en dos líquidos mutuamente insolubles G y S. Esta línea de unión debe ser determinada experimentalmente, sin embargo, en el

área de heterogeneidad no nada más existe una línea de unión sino que pueden existir tantas como podamos trazar en ésta área, generalmente la pendiente de dos diferentes líneas de unión no es la misma, ésto es debido a que la pendiente cambia al cambiar la distribución del soluto con la concentración del mismo en el sistema. Si se obtienen experimentalmente 3 ó 4 líneas de unión, se pueden obtener las demás por medio de métodos existentes.

Uno de ellos se ilustra en la figura 9, las líneas RE, R'E', R"E", son conocidas de antemano ya sea por medio de datos experimentales ó recurriendo a la literatura para un sistema ya reportado. Se trazan líneas RG, R'G', R"G", y II' paralelas a la línea AS; también se trazan líneas EF, E'F', E"F" y JJ', paralelas a la línea AG. En el cruce de cada par de éstas líneas, se localizan los puntos H, H', H" y H'", uniendo éstos puntos se traza una línea de interconexión de líneas de unión. Al interpolar ésta línea y al cruzar la curva binodal, se localiza el punto P, llamado punto de pliegue, que es en donde la fase del refinado y el extracto tienen idéntica composición. Para trazar nuevas líneas de unión lo que se hace es seguir un procedimiento similar, pero invertido, por ejemplo, del punto o, se traza una paralela a la línea AS y otra paralela a la línea GA; éstas líneas al cruzar la curva binodal, fijan los puntos r y s, y al unir éstos

dos puntos obtenemos una nueva línea de unión.

Otro método propuesto por Sherwood, es una modificación del ya visto. Se sigue el mismo procedimiento sólo que en éste caso en vez de trazar una paralela a cualquiera de los dos lados, se traza una paralela a la horizontal GS. En éste método que se ilustra en la figura 10, la línea de interconexión cae dentro del mismo diagrama triangular.

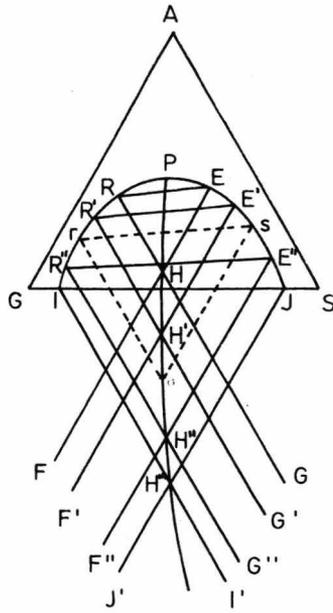


fig. 9

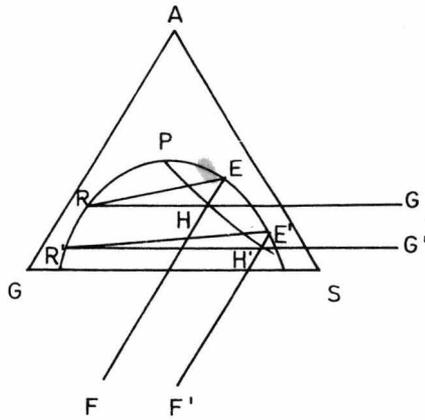


fig. 10

Existe otra forma de representar el equilibrio, haciendo uso de las llamadas coordenadas de Janecke. En este tipo de diagramas las escalas en cualquiera de los ejes de las gráficas pueden aumentarse a voluntad desigualmente si ello es conveniente. En este tipo de coordenadas la regla de la palanca sólo es aplicable si los pesos de las mezclas están calculados como exentos de S, (fig.11) aquí se grafican los componentes puros libres de solvente.

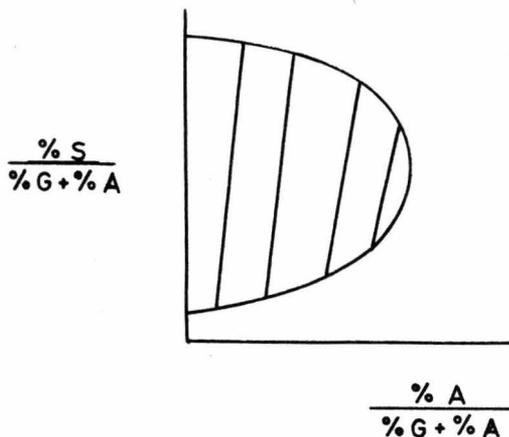
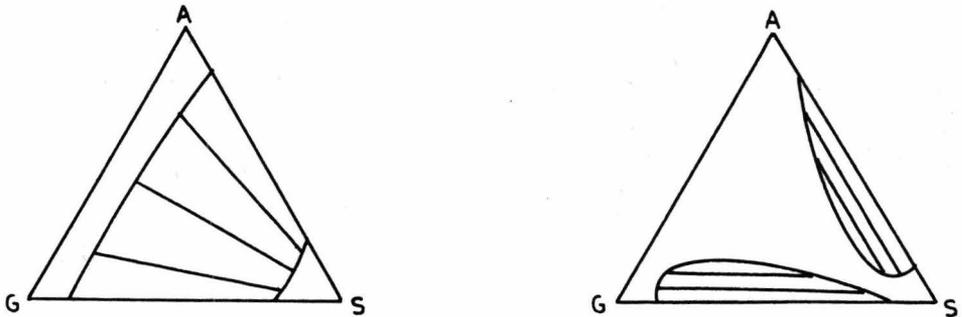


fig. 11

Los otros tres tipos de sistemas no son objeto de estudio en este trabajo, únicamente se ilustra el equilibrio en coordenadas triangulares. Para sistemas del tipo II, los pares de líquidos G y S y A y S son parcialmente miscibles, y G se disuelve en A en todas proporciones, (fig. 12).

fig. 12



El área en el interior de la banda que atraviesa el triángulo, representa mezclas que forman dos capas líquidas y cuyas composiciones están en los extremos de las líneas de interconexión, que pasan por los puntos que representan las mezclas como conjuntos.

Los sistemas del tipo III son relativamente poco comunes y pueden llegar a ser sumamente complejos, hasta la fecha no se ha hallado ninguna utilidad especial en las técnicas de extracción para éstos sistemas. La figura 13 ilustra el equilibrio para éstos sistemas en coordenadas triangulares.

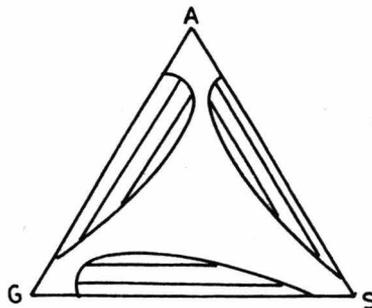
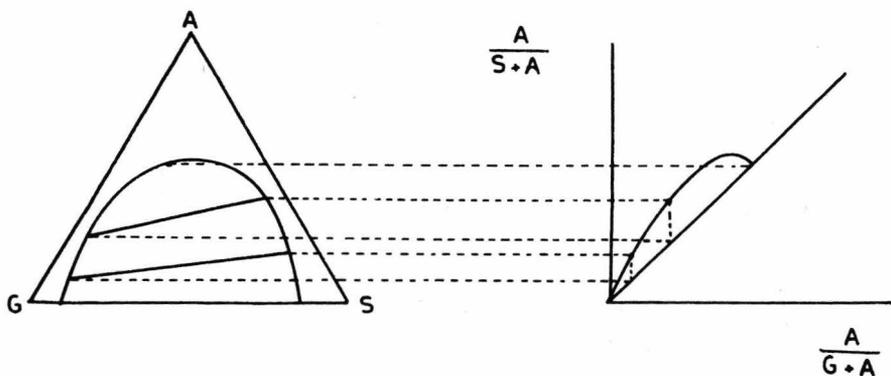


fig. 13

De nuevo con los sistemas del tipo I, en muchos casos y de acuerdo con la característica del equipo donde se lleva a cabo el proceso, es más conveniente representar el equilibrio del sistema en otro tipo de coordenadas por ejemplo, como el utilizado en los procesos de absorción de gases, donde se grafica la concentración del soluto en una fase contra la concentración del mismo soluto en la otra fase conjugada. En el caso de la extracción, lo que se grafica es la concentración del soluto en la fase del refinado contra la concentración del soluto en la fase del extracto.

fig. 14



Este tipo de gráfica llamada curva de distribución la podemos modificar aún más, con el objeto de simplificar otros cálculos como se verá más adelante. Si ambos solventes líquidos, G y S son completamente inmiscibles entre ellos, en el rango de concentraciones que se está trabajando, se puede representar la curva de distribución

en términos de relaciones masa. La figura 15 ilustra la curva de distribución en éste tipo de coordenadas.

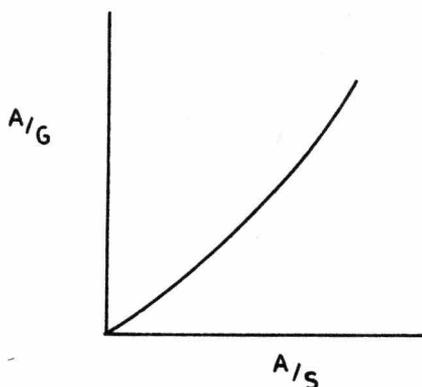


fig. 15

Para un sistema ternario es necesario que el soluto tenga diferente solubilidad relativa en dos solventes líquidos inmiscibles ó parcialmente inmiscibles. La relación de las concentraciones de una sustancia en particular (soluto) disuelta en dos fases líquidas coexistentes en el equilibrio, es llamada coeficiente de distribución.

$$D_A = Y_A/X_A \dots\dots\dots(10)$$

Donde Y_A y X_A son las concentraciones de A en las fases conjugadas, convencionalmente la fase Y es en donde el soluto principal es preferencialmente soluble, por lo tanto es necesario que el coeficiente de distribución para el soluto A sea mayor que la unidad para poder llevar a cabo el proceso.

Como anteriormente se dijo, es necesario conocer los

puntos necesarios para obtener la curva de distribución, ya sea por experimentación ó por datos aportados a la literatura. Sin embargo cuando un nuevo sistema es investigado, y no se tenga información sobre el posible sistema, es sumamente útil hacer una predicción de la distribución, conociendo las propiedades de las sustancias que intervienen. Este trabajo no abarca el estudio de la predicción de la distribución, ni la elección del disolvente a emplear, ni el estudio para la recuperación del mismo, sin embargo es interesante hacer notar la gran importancia que tienen el conocimiento de éstos temas en los procesos de extracción líquido-líquido.

Extracción a Contacto Continuo y por Etapas.- La extracción líquido-líquido puede efectuarse ya sea en contacto por etapas, ó bien por contacto continuo; ésto es según sea el sistema disolvente y la disposición física del aparato empleado.

En la extracción por contacto continuo el disolvente y la mezcla que ha de disociarse están continuamente en contacto en el equipo para la operación completa y de ordinario no hay acercamiento al equilibrio.

La extracción por etapas con un solo disolvente puede efectuarse de varias maneras, aún cuando éste trabajo

no dá los métodos de cálculo en cada caso, no deja de ser importante hacer notar cuáles son esos casos:

Contacto único: Esto implica el uso de una sola etapa en que la solución que ha de dividirse en sus componentes y el disolvente de extracción se ponen en contacto una vez y se separan las fases de extracto y refinado. La operación puede ser por lotes ó continua. La analogía en destilación es la evaporación instantánea ó destilación flash.

Extracción diferencial: Se trata de una operación por lotes, en que se pone en contacto una cantidad dada de la solución primitiva con porciones diferenciales del disolvente de extracción, y se separan porciones diferenciales del extracto a medida que se forman. La operación es exáctamente análoga a la destilación diferencial.

Contacto múltiple con corriente transversa: Puede ser por lotes ó continua, y es una extensión del contacto continuo, en que el refinado se pone en contacto repetidamente con disolvente de extracción nuevo. En el límite, representado por un número infinito de etapas, viene a ser lo mismo que la extracción diferencial.

Contacto múltiple a contracorriente: Este método supone el uso de una cascada de etapas, en que el disolvente de extracción y la solución que ha de extractarse en -

tran por los extremos opuestos de la cascada. Los extractos y los refinados fluyen en direcciones contrarias. La operación tiene más analogía con la absorción de gases que con cualquiera práctica de destilación.

Contacto múltiple a contracorriente con reflujo: Es una operación continua análoga a la destilación fraccionada. Se emplea una cascada de etapas y la solución que ha de dividirse suele alimentar el extractor, entrando por algún punto intermedio de la cascada, mientras el disolvente de extracción entra por un extremo. Las fases de extracto y refinado fluyen a contracorriente y se procura reflujo en el extremo de la cascada por donde sale el extracto.

Equipo de Extracción.- El equipo usado en extracción líquido-líquido es muy variable, pero afortunadamente podemos clasificarlo de acuerdo a las características de operación y construcción.

I.- Equipos de etapa simple.

a-) Mezcladores-sedimentadores:

Horizontales

Verticales

b-) Columnas de platos sin agitación mecánica:

Columna de platos perforados

Columna con tapas de burbujeo

Columna de platos en cascada

II.- Extractores de contacto diferencial.

- a-) Columnas que funcionan por gravedad (no mec)
 - Torres de riego
 - Torres con tabiques
 - Columnas empacadas
- b-) Columnas que funcionan por gravedad (con agitación mecánica):
 - Torres con agitador rotatorio
 - Torres con pulsación
- c-) Extractores centrífugos:
 - Extractor Podbielniak
 - Extractor Luwesta

Para seleccionar un extractor en particular, para una separación dada, se debe basar, principalmente en la experiencia. En general es necesario establecer la recuperación deseada ó posible del soluto, para especificar velocidades de flujo. Los costos de instalación, operación y mantenimiento deberán ser estimados para un extractor dado, el que más satisfaga todos los requerimientos.

Un extractor de etapa simple, mezclador-sedimentador tiene muchas variaciones. El mezclador puede usar agitación mecánica y el sedimentador puede ser desde un tanque abierto, hasta una vasija compleja, conteniendo tabiques

empaques, etc. En un mezclador sedimentador bien diseñado, una alta eficiencia razonable puede ser obtenida. Como un ejemplo de un mezclador-sedimentador horizontal, uno de los diseños, como el de la figura 16, la fase pesada fluye por gravedad en cascada, mientras la fase ligera es bombeada desde el sedimentador.

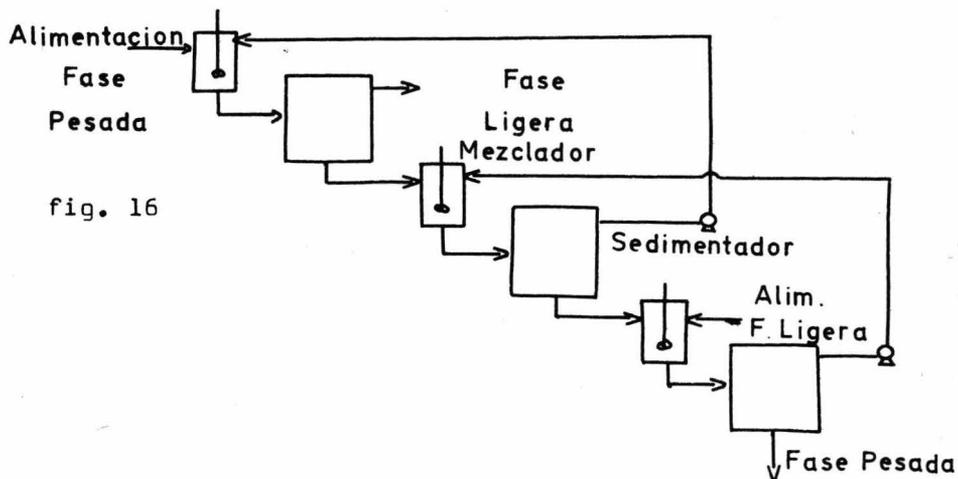


fig. 16

Una columna de platos perforados es un ejemplo de extractores de platos sin agitación mecánica. Puede ser considerada como una serie de columnas de riego, (fig.17)

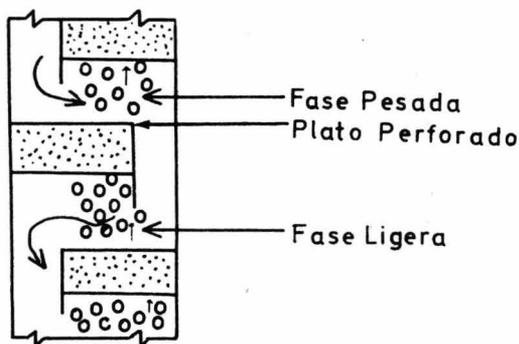


fig. 17

Para propósitos de diseño, un tamaño de orificio de $1/8$ ó $1/4$ de pulgada de diámetro, es deseable. La columna de platos perforados es usada en la refinación de aceites lubricantes, otras aplicaciones en la Industria Petroquímica son también satisfactorias. La columna de tapas de burbujeo, ha encontrado poca aceptación industrial para extracción, la principal desventaja es que se requieren de 5 a 10 platos para efectuar un contacto teórico, lo que significa una altura de torre excesiva.

Los extractores de contacto diferencial, tales como la columna de riego, por su simplicidad no tienen competencia. Consisten en una columna cilíndrica llena con la fase pesada, la fase ligera es introducida en el fondo de la columna. No hay alta eficiencia debido al corto tiempo de contacto.

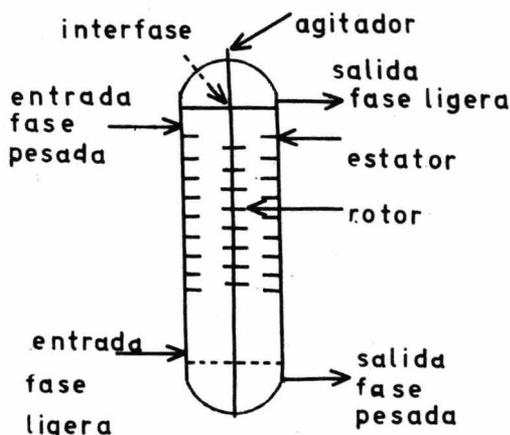
En una torre con tabiques, los tabiques reducen la circulación vertical y aumentan el tiempo de contacto. La eficiencia por plato es baja, pero una eficiencia total de la torre es razonable. La capacidad de la torre de tabiques está limitada por el fenómeno de inundación. Una ventaja de ésta torre es que el costo de mantenimiento es razonablemente bajo si las cargas de alimentación son bajas.

Las torres empacadas son torres verticales rellenas

con pequeños cuerpos llamados empaques, que forman el cuerpo de la torre, la finalidad del empaque es aumentar el área de contacto entre fases para poder tener una mayor área de transferencia de masa. Hay diversos tipos de empaque, como los anillos Rashing, sillas Berl ó Intalox, etc. La capacidad de ésta torre también está limitada por el fenómeno de inundación, sin embargo existen varias correlaciones de inundación para éstas torres empacadas. En general el tamaño del empaque no debe ser mayor de $1/8$ del diámetro de la columna.

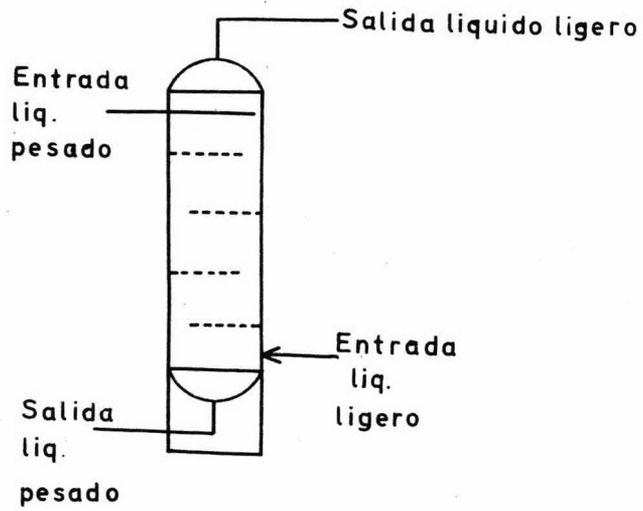
Las torres con agitador rotatorio, son un ejemplo de columnas de separación por gravedad y agitación mecánica. La figura 18 ilustra éste tipo de extractores. La unidad consiste de un número de compartimientos formados por una serie de anillos en el estator. El extractor de disco rotatorio mantiene una dispersión debido a la velocidad del rotor y a las características del disco y no es necesaria una sedimentación después de una alta turbulencia, como es el caso de muchos extractores mecánicos. Como una aproximación, el diámetro de las columnas es 1.3 a 1.6 veces el diámetro interno del estator y es 1.6 a 2.2 veces el diámetro del rotor. La altura del compartimiento es aproximadamente el diámetro de la columna dividida por la raíz cúbica del diámetro de la columna.

fig. 18



Las torres con pulsación, inventadas por Van Dijck en 1935, no fueron usadas industrialmente hasta que surgió la necesidad de procesamiento de aceites nucleares. La agitación mecánica impartida a los líquidos en éstas columnas proveen un alto número de unidades de transferencia, la sustitución de una gran fuerza centrífuga en lugar del flujo por gravedad, hacen posible extractores de volumen pequeño; los extractores centrífugos reducen la cantidad de solvente y el tiempo de residencia (importante en la extracción de algunos antibióticos). La desventaja de éstos extractores son los altos costos de mantenimiento e instalación. Ejemplos típicos de éstos extractores son el extractor Podbielniak, donde la rotación es alrededor de un eje horizontal, y el extractor Luwesta, donde la rotación es alrededor de un eje vertical.

fig. 19



METODOS DE DISEÑO PARA EQUIPOS DE CONTACTO CONTINUO

Línea de Operación.- El equipo usado para los propósitos de éste trabajo, es una columna empacada, por lo tanto la operación efectuada es a contacto continuo a contracorriente y las consideraciones que se hagan serán aplicables sólo a equipo de contacto continuo y especialmente a columnas empacadas.

Cuando un sistema se encuentra alejado del equilibrio tiende a éste, como ya se ha dicho anteriormente, ahora bien el camino que describe el sistema a lo largo del equipo también se puede representar en un diagrama, de una manera análoga a la de la curva de distribución, por medio de una línea llamada línea de operación. Este diagrama puede estar en función de concentraciones, tipo relaciones masa, definiendo el término de relación masa como la relación que existe entre la masa del soluto a la masa del no soluto en cada fase. Esto es para la fase del refinado:

$$Y = \frac{\text{Masa de A (soluto)}}{\text{Masa del no soluto en el refinado.}} \dots\dots(11)$$

Y representa la relación masa en la fase del refi-

nado. Multiplicando y dividiendo la ecuación 11 por la masa total del refinado tenemos:

$$Y = \frac{\text{Masa del soluto/Masa total de refinado}}{\text{Masa del no soluto en el refinado/Masa total de refinado}}$$

Definiendo a la relación masa de soluto/masa total de refinado como fracción masa (y) tenemos:

$$Y = \frac{Y_{\text{soluto}}}{Y_{\text{no soluto}}} \dots\dots\dots(12)$$

Sabiendo que la suma de las fracciones masa es igual a uno, ésto es:

$$Y_{\text{soluto}} + Y_{\text{no soluto}} = 1 \dots\dots\dots(13)$$

Sustituyendo (13) en (12):

$$Y = \frac{Y_{\text{soluto}}}{1 - Y_{\text{soluto}}} = \frac{y}{1 - y} \dots\dots\dots(14)$$

De la misma manera definimos a X como la relación masa en la fase del extracto:

$$X = \frac{x}{1 - x} \dots\dots\dots(14')$$

Haciendo un balance de materiales para una operación a contracorriente y denominando L a la fase del extracto y G a la fase del refinado:

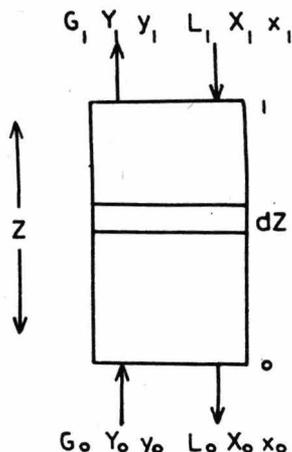


fig. 20

Balance total:

$$L_1 + G_0 = G_1 + L_0 \dots\dots\dots(15)$$

Balance para el no soluto en la fase del extracto:

$$L_s = L_1(1-x_1) = L_0(1-x_0) \dots\dots\dots(16)$$

Donde L_s es el solvente de extracción, es decir el no soluto en la fase del extracto y x es la concentración ó fracción masa del soluto en la misma fase.

Balance para el no soluto en la fase del refinado:

$$G_s = G_0(1-y_0) = G_1(1-y_1) \dots\dots\dots(16')$$

De la misma manera que en el extracto, G_s es el componente asociado al soluto en la fase del refinado.

Balance de masa para el soluto:

$$L_1 x_1 + G_0 y_0 = G_1 y_1 + L_0 x_0 \dots\dots\dots(17)$$

De la ecuación (16):

$$L_1 = \frac{L_s}{1-x_1} \quad \text{y} \quad L_o = \frac{L_s}{1-x_o} \dots\dots\dots(18)$$

Igualmente de (16'):

$$G_o = \frac{G_s}{1-y_o} \quad \text{y} \quad G_1 = \frac{G_s}{1-y_1} \dots\dots\dots(19)$$

Sustituyendo (18) y (19) en (17):

$$L_s \frac{x_1}{1-x_1} + G_s \frac{y_o}{1-y_o} = G_s \frac{y_1}{1-y_1} + L_s \frac{x_o}{1-x_o} \dots\dots\dots(20)$$

Sustituyendo las ecuaciones (14) y (14') en la ecuación (20):

$$L_s X_1 + G_s Y_o = G_s Y_1 + L_s X_o \dots\dots\dots(21)$$

Despejando:

$$G_s (Y_o - Y_1) = L_s (X_o - X_1) \dots\dots\dots(22)$$

$$\frac{L_s}{G_s} = \frac{Y_o - Y_1}{X_o - X_1} \dots\dots\dots(23)$$

La ecuación (22) nos dá la cantidad de soluto transferido desde una fase a otra a lo largo de un equipo de extracción con una determinada altura Z. Para una diferencial de altura la ecuación (22) se transforma a:

$$G_s dY = L_s dX \dots\dots\dots(22')$$

La ecuación (23) nos representa una pendiente que no es otra mas que la pendiente de la línea de operación del sistema: si el solvente asociado al soluto en la fase del

refinado y el solvente de extracción son completamente inmiscibles entre sí, la pendiente de la línea de operación es una constante ya que las cantidades de L_s y G_s son constantes a lo largo de la torre y por consecuencia la línea de operación es una línea recta.

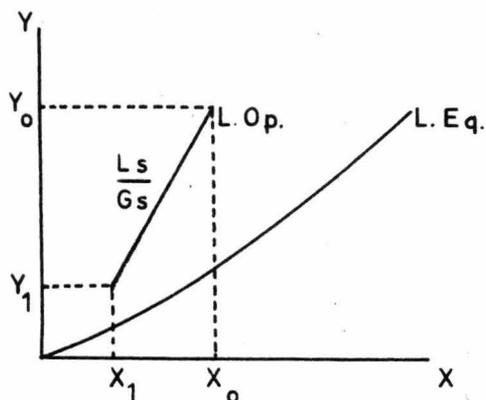


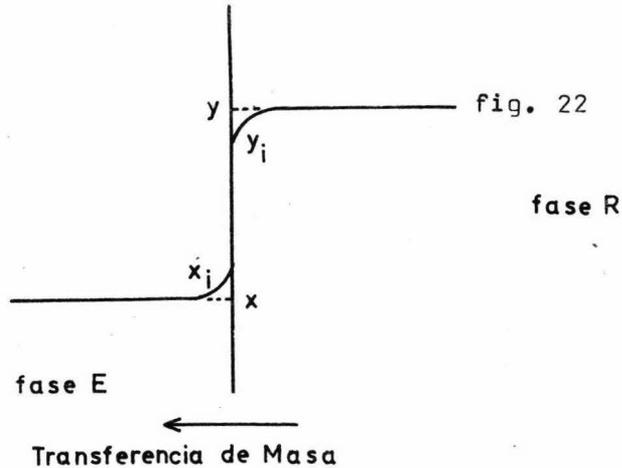
fig. 21

Es interesante notar que para cuestiones de diseño hay valores límites de L_s/G_s ; se puede determinar gráficamente el valor de L_s/G_s mínimo de acuerdo con el diagrama. Una vez con el L_s/G_s mínimo se obtiene el L_s/G_s mayor que la unidad; el valor de éste factor depende en gran parte de un estudio económico del sistema.

Transferencia de Masa.- Para el cálculo del equipo en extracción a contacto continuo, es necesario recurrir a las ecuaciones de transferencia de masa. La altura del aparato influye directamente en el grado de extracción.

Cuando se pone en contacto con una solución líquida un disolvente inmiscible con ella para extraer el soluto de la solución, la transferencia de masa del soluto ocurre a través del límite de fases ó interfase que separa los líquidos. Esta transferencia sólo cesará cuando el potencial químico ó actividad del soluto (referida al mismo estado normal) sea el mismo en ambas fases y se llegue al equilibrio. Es recomendable una aclaración pertinente de que en el equilibrio las concentraciones del soluto en las dos fases no son iguales, aunque las concentraciones del soluto en cada fase serán uniformes. Por consiguiente puede ocurrir transferencia de soluto desde un líquido de baja concentración de soluto a uno de alta concentración, si ésto significa movimiento en la dirección de una caída de potencial químico ó actividad.

Durante el proceso de transferencia de masa habrá no obstante, una caída de concentración del cuerpo de la solución (refinado) a la interfase, en virtud de la cual el soluto pasa a la interfase, y otra caída desde la interfase al cuerpo del disolvente (extracto), lo cual significa en general una discontinuidad de la concentración en la interfase. Esto se ilustra de acuerdo con la figura 22.



Aplicando la clásica teoría de la doble resistencia donde se supone que las dos fases se encuentran en equilibrio en la interfase y que la resistencia a la transferencia de masa está concentrada en películas delgadas sobre ambos lados de la interfase. La transferencia de masa a través de éstas películas se supone que se lleva a cabo por procesos relativamente lentos de difusión molecular, la velocidad de transferencia de masa es proporcional a una fuerza directora, y ésta debe estar en términos de concentraciones. La ecuación que nos representa la velocidad de transferencia de masa desde el lecho del refinado a la interfase es:

$$Vel(R) = k_R A(y-y_i) \dots\dots\dots(24)$$

Donde k_R es el coeficiente de película de transfe -

rencia de masa, representa la resistencia a la transferencia de masa en la fase del refinado; A es el área interfacial a través de la cual se lleva a cabo la transferencia de masa, y $(y-y_i)$ es la fuerza directora donde y es la fracción masa del soluto en la fase del refinado y y_i es la concentración del soluto, en términos de fracción masa, en la interfase del lado del refinado.

Similarmente la ecuación que representa la transferencia de soluto desde la interfase hasta el lecho de la fase del extracto es:

$$Vel(E) = k_E A(x_i-x) \dots\dots\dots(25)$$

Si la transferencia ha alcanzado un estado estacionario, éstas dos velocidades son iguales y el cociente de las ecuaciones de velocidad dá:

$$\frac{y-y_i}{x-x_i} = - \frac{k_E A}{k_R A} = - \frac{k_E}{k_R} \dots\dots\dots(26)$$

El valor numérico de ésta relación es la pendiente de la línea, sobre un diagrama y contra x, relacionando las condiciones en el lecho de la fase, a las de la interfase.

Anteriormente se ha supuesto que la interfase de por sí no presenta resistencia a la transferencia, el siguiente diagrama indica las magnitudes relativas de los

diferentes valores.

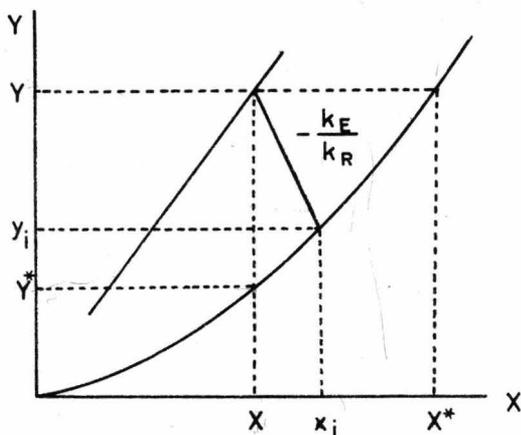


fig. 23

El concepto de la ecuación de velocidad de transferencia usualmente la aplicamos para procesos de extracción que se llevan a cabo en torres empacadas. De acuerdo a la ecuación de velocidad de transferencia de masa, el soluto transferido por hora en un tiempo determinado y en una cierta diferencial de altura de la torre (dZ) es igual a $dL(x)$. Como el valor de L no es constante a lo largo de la torre, es necesario ponerlo en función de L_s (solvente de extracción). De acuerdo a la ecuación (16) $L_s = L(1-x)$ y sustituyendo:

$$dL(x) = dL_s \frac{x}{L-x} = L_s d \left(\frac{x}{1-x} \right) = L_s \frac{dx}{(1-x)^2} \dots (27)$$

Nuevamente sustituyendo la ecuación (16) e igualan-

do a la ecuación (25):

$$dL(x) = Ls \frac{dx}{(1-x)^2} = L \frac{dx}{(1-x)} = k_E A (x_i - x) \dots\dots(28)$$

Como la velocidad de transferencia es para el soluto transferido en una cierta diferencial de altura de torre, y para una dada sección transversal de la torre, multiplicando y dividiendo la ecuación (28) por el volumen dife - rencia de la torre (SdZ):

$$L \frac{dx}{(1-x)} = k_E \frac{A}{SdZ} (x_i - x) SdZ \dots\dots\dots(29)$$

El término A/SdZ es llamado coeficiente volumétrico (a) y se acostumbra asociarlo al coeficiente de transfe - rencia de masa en la forma $k_E a$. Arreglando la ecuación (29):

$$dZ = \frac{L}{k_E a S} \cdot \frac{dx}{(1-x)(x_i - x)} \dots\dots\dots(30)$$

Si un coeficiente total de transferencia de masa es usado, la ecuación se convierte en:

$$dZ = \frac{L}{K_E a S} \cdot \frac{dx}{(1-x)(x^\# - x)} \dots\dots\dots(31)$$

Donde: $\frac{1}{K_E a} = \frac{1}{m k_R a} + \frac{1}{k_E a} \dots\dots\dots(32)$

Y m es la pendiente de la línea de equilibrio.

En términos de la fase del refinado la ecuación de diseño sería:

$$dZ = \frac{G}{k_{RA} S} \frac{dy}{(1-y)(y-y_i)} \dots\dots\dots(33)$$

ó

$$dZ = \frac{G}{K_{RA} S} \frac{dy}{(1-y)(y-y^{\#})} \dots\dots\dots(34)$$

Similarmente:

$$\frac{1}{K_{RA}} = \frac{1}{k_{RA}} + \frac{m}{K_{EA}} \dots\dots\dots(35)$$

En éstas ecuaciones x_i y y_i representan las fracciones masa en la interfase y $x^{\#}$ y $y^{\#}$ representan las fracciones masa en el equilibrio. En las ecuaciones anteriores las cantidades L y G , ó sea las velocidades de flujo, son variables a lo largo de la torre, ésto es debido a que el soluto originalmente disuelto en una fase (G) se transfiere a la otra fase (L). Las ecuaciones se pueden transformar poniéndolas en función de L_s y G_s que permanecen constantes a lo largo del equipo, y ésto se puede hacer partiendo de una fuerza directora en función de concentraciones en relaciones masa. De ésta forma:

$$Vel (R) = K_R A (Y-Y^{\#}) \dots\dots\dots(36)$$

Donde ahora definimos el coeficiente de transferencia de masa como K_g de soluto transferido en la fase del refinado por hora por área interfacial por diferencias de

concentraciones en términos de relaciones masa, a diferencia del coeficiente anterior definido en función de fracciones masa. De acuerdo con la ecuación de velocidad de transferencia de masa:

$$Vel(R) = dG(y) = G_s d\left(\frac{y}{1-y}\right) \dots\dots\dots(37)$$

Sustituyendo la ecuación (14) e igualando a la ecuación (36) a la ecuación (37) tenemos:

$$G_s dY = K_R A (Y - Y^{\#}) \dots\dots\dots(38)$$

Introduciendo nuevamente el coeficiente volumétrico la ecuación (38) se transforma a:

$$G_s dY = K_{Ra} S (Y - Y^{\#}) dZ \dots\dots\dots(39)$$

$$dZ = \frac{G_s}{K_{Ra} S} \frac{dY}{(Y - Y^{\#})} \dots\dots\dots(40)$$

La ecuación (39) representa el soluto transferido a través de una cierta diferencial de altura (dZ), para una altura total, integrando la ecuación (40):

$$Z = \frac{G_s}{K_{Ra} S} \int_{Y_1}^{Y_0} \frac{dY}{(Y - Y^{\#})} \dots\dots\dots(41)$$

De la misma manera, en términos de la fase del extracto:

$$Z = \frac{L_s}{K_{Ea} S} \int_{X_0}^{X_1} \frac{dX}{(X^{\#} - X)} \dots\dots\dots(42)$$

Estas ecuaciones pueden ser expresadas en términos de la altura de la unidad de transferencia (Ho_E ó Ho_R) y el número de unidades de transferencia (NUT_{oE} ó NUT_{oR})

$$Z = Ho_E NUT_{oE} \quad Z = Ho_R NUT_{oR} \dots\dots\dots(43)$$

Donde:

$$NUT_{oR} = \int \frac{dY}{(Y - Y^{\#})} \dots\dots\dots(44)$$

$$NUT_{oE} = \int \frac{dX}{(X^{\#} - X)}$$

Y:

$$Ho_E = \frac{Ls}{K_{Ea} S} \quad , \quad Ho_R = \frac{Gs}{K_{Ra} S} \dots\dots\dots(45)$$

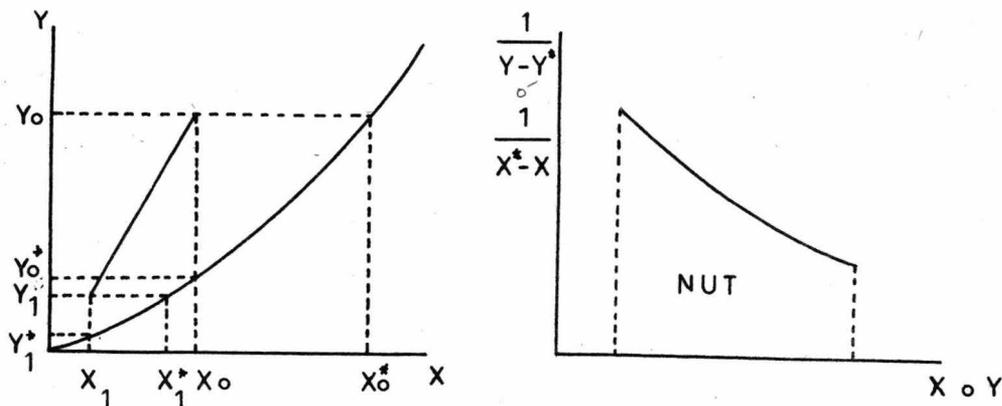
Estas son las ecuaciones rigurosas de diseño. Si la principal resistencia a la difusión se encuentra en la fase del refinado, la ecuación con las unidades de la fase del refinado, es la que se usa; si la principal resistencia a la difusión se encuentra en la fase del extracto, la ecuación con las unidades de la fase del extracto es la que se usa.

Si la distribución de equilibrio del soluto es fuertemente a favor de la fase del extracto, la pendiente m de la curva de equilibrio será muy chica, K_R será casi igual a k_R (ec. 35) y se llega a la conclusión de que la principal resistencia a la difusión está en la fase del refinado.

Análogamente si m es muy grande y el soluto distribuido favorece a la fase del refinado en el equilibrio, de la ecuación (32) K_E será casi enteramente igual a k_E y la resistencia en la fase del extracto es la que gobierna la situación.

Una vez con la línea de operación y la curva de equilibrio, es posible calcular el número de unidades de transferencia, ya sea por métodos gráficos ó analíticos. Uno de los métodos más usuales es el de evaluar el valor de la integral en forma gráfica; de la curva de equilibrio y la línea de operación se leen diferentes valores de X y $X^\#$ ó Y y $Y^\#$ dependiendo de la fase que controle, y se grafican los valores de $1/(X^\#-X)$ contra X ó $1/(Y-Y^\#)$ contra Y , el área bajo la curva en ésta gráfica representa el valor de la integral y por consecuencia el número de unidades de transferencia.

fig. 24



Otro método propuesto por Coulson y Richardson (3) es aplicable en el caso de que la línea de equilibrio pudiera ser considerada como una línea recta, entonces suponiendo el equilibrio en la interfase:

$$y_i = m x_i \dots\dots\dots(46)$$

Y por lo tanto:

$$y = m x^\# \dots\dots\dots(47)$$

Donde y es la concentración de la fase del refinado en equilibrio con la concentración en la fase del extracto x .

De la misma manera que en los métodos anteriores, se puede expresar una ecuación para evaluar la altura requerida de la torre:

$$L_s dY = K_{Ra} S (Y - Y^\#) dZ \dots\dots\dots(48)$$

Integrando ésta expresión para la altura total de la torre:

$$L_s (Y_1 - Y_2) = K_{Ra} (\Delta Y)_{1n} S Z \dots\dots\dots(49)$$

$$Z = \frac{L_s}{K_{Ra} S} \frac{Y_1 - Y_2}{(\Delta Y)_{1n}} \dots\dots\dots(50)$$

Donde $(\Delta Y)_{1n}$ es la media logarítmica de $(Y - Y^\#)_1$ y $(Y - Y^\#)_2$, y los puntos 1 y 2 representan los extremos

terminales de la torre.

Inundación.- En el capítulo anterior, al hablar de el equipo de extracción, particularmente en torres empacadas, se mencionó el hecho de que éstas estaban limitadas por el fenómeno de inundación. El concepto de velocidad de inundación en extracción es el siguiente: Para un flujo definido de una fase dentro de la columna, la velocidad de flujo de la otra fase tiene un límite superior, a ésta velocidad de flujo máxima se le conoce como velocidad de inundación. En una forma más clara, si la velocidad de flujo de una de las fases, bien sea la fase más ligera ó la menos ligera, se mantiene constante y se aumenta gradualmente la de la otra fase, llega un momento en que se produce la coalescencia, (no hay flujo a través de la torre) de la fase más ligera, aumenta la cantidad de dicha fase retenida por la columna y finalmente ambas fases salen mezcladas por la tubería de salida de la fase menos ligera.

Las velocidades de inundación se pueden estimar a partir de correlaciones aportadas a la literatura para torres empacadas. Estas correlaciones toman en cuenta tanto las propiedades físicas del sistema que se trabaja tales como densidades, viscosidades y tensión interfacial, así como las propiedades del empaque usado, tal como

mo el área de la superficie específica del relleno y la fracción de huecos y la porosidad del relleno.

Entre las correlaciones de más importancia se encuentra la de Crawford y Wilke, la de Ballard y Piret y la de Dell y Pratt. La primera correlación se encuentra en cualquier libro de Ingeniería Química que trate sobre transferencia de masa en extracción, la segunda correlación se puede encontrar en el libro de Leva (4) y la tercera en el libro de Coulson y Richardson (3).

Una importante correlación para el mismo equipo y sistema con que se hicieron los experimentos para éste trabajo, fué efectuada por el Ing. Raúl Vera López en su tesis profesional (5), sirviendo ésta misma como base para una práctica de laboratorio sobre inundación.

Es evidente que una columna tiene que operar con velocidades de flujo inferiores a la de inundación, en la práctica se acostumbra trabajar de un 50 a un 70% del punto de inundación.

Una vez conocida el número de unidades de transferencia (ec. 44), si conocemos la altura de la torre Z y su sección transversal, para un flujo determinado de trabajo inferior al de inundación, es posible determinar

experimentalmente los coeficientes totales de transferencia de masa, y éste es el objetivo principal de ésta tesis.

CAPITULO III

EXPERIMENTACION

Descripción del Equipo.- El objetivo primordial de este trabajo es determinar los coeficientes totales de transferencia de masa en una operación de extracción líquido-líquido llevada a cabo por contacto continuo a contracorriente. El sistema usado para tal propósito es el mismo que se ha estado usando en las prácticas escolares de Ingeniería Química en la Facultad. El ácido acético (solute) contenido en una gasolina (Gs), se extrae por medio de agua (Ls). El equipo usado para tal propósito es una columna empacada que se encuentra instalada en el laboratorio de la Facultad de Química.

La fase rica en gasolina también denominada fase dispersa, es alimentada por la parte inferior de la torre, y la fase rica en agua, denominada fase continua es alimentada por la parte superior de la torre.

La columna consta de 13 carretes de cristal Q.V.F. (Quickfit Visible Flow) de 6" de diámetro y 12" de altura cada uno, de los cuales 10 se encuentran rellenos con anillos rashing de vidrio de 3/8 de pulg. En la parte inferior del empaque se encuentra una placa perforada en forma de rejilla, de vidrio, de 5/8 de pulg. y sirve co-

mo soporte del empaque. En la parte superior del empa-- que se encuentra otra placa similarmente perforada a la placa inferior y sirve para uniformizar el flujo de la fase continua; ésta fase es alimentada a la torre por me_o dio de un tubo de cristal de 1" de diámetro y se distri- buye en la torre por medio de un rompedor de flujo. La fase ligera se alimenta a la torre por medio de un tubo de plástico de 1/4 de pulg. y se distribuye también por medio de un rompedor de flujo.

Aparte de los 13 carretes, la columna también consta de otros dos carretes en forma de cachuchas, éstos carre_t es tienen dos bocas, una lateral que sirve como salida de los líquidos, y la otra boca colocada en el extremo terminal del carrete, ésta boca en el carrete inferior, sirve como especie de desagüe de la torre, y la del ca- rrete superior como válvula de venteo, para evitar vapo- res explosivos en el interior de la torre.

La columna en total es sostenida por medio de una estructura tubular, unos resortes unen la columna a ésta estructura, con el fin de que pueda soportar la columna las vibraciones.

Ambas fases, continua y dispersa, son alimentadas desde dos tanques acumuladores; el de la fase continua

se encuentra colocado inmediatamente abajo de la columna y es un tanque de vidrio, también Q.V.F. de forma esférica, y tiene una capacidad de 50 litros de agua. el tanque de alimentación de la fase dispersa es de material plástico PVC y forma rectangular, de 40.5 cm. de lado por 87 cm. de altura.

Ambas fases son alimentadas a la torre por medio de dos bombas de material plástico Delrin, marca Desmo, accionadas por dos motores de 1/3 de H.P. marca Iem. Parte de las líneas de la tubería son de PVC y parte de tubería metálica comercial. Como medidores de flujo se usan dos rotámetros con rangos de 0 a 10 litros por minuto, el de la fase continua y de y de 0 a 80 gal/hr el de la fase dispersa. La línea de la fase dispersa cuenta además con dos filtros para gasolina.

Para recibir los líquidos de salida de la torre se tienen 2 tanques acumuladores más. El de la fase continua es un tanque cilíndrico de lámina galvanizada y con dimensiones de 49.5 cm. de diámetro y 70.5 cm. de altura se encuentra colocado sobre un nivel superior al del tanque de alimentación de ésta misma fase continua; éste tanque tiene una línea de comunicación con el tanque de alimentación y además tiene una línea directa al drenaje. El tanque de salida de la fase dispersa es más bien una

adaptación por medio de un garrafón de polietileno de 50 litros de capacidad. Por último, se cuenta también con un sistema de ventilación, con el fin de evitar vapores explosivos debido a la gasolina.

Antes de empezar el trabajo experimental, se hizo una limpieza general al equipo antes descrito, así como también se pinto con esmalte la estructura tubular que soporta a la columna, las líneas de tubería, los tanques acumuladores de los líquidos de salida de la torre, los motores que accionan las bombas así como también el sistema de ventilación.

Determinación Experimental de la Curva de Equilibrio

La determinación de la curva de equilibrio, para el sistema acético-gasolina-agua, no es posible hacerla por medio de relaciones tipo ley de Henry o Raoult por ejemplo, como es el caso de algunos sistemas en absorción de gases.

A falta de datos en la literatura, la determinación de los datos de equilibrio, para el sistema de trabajo, se realiza en forma experimental siguiendo el método propuesto por Treybal (1). Para determinar los puntos sobre la línea binodal, primero se prepara una mezcla a una concentración predeterminada, con gasolina y agua, esta mezcla es heterogénea debido a que el agua y la gasolina son inmiscibles en todas proporciones, y se le agrega poco a poco acético glacial hasta observar que las 2 fases inmiscibles desaparecen y pasan a formar una sola fase homogénea. Conociendo la cantidad de acético agregado y las cantidades de gasolina y agua en la solución heterogénea, se puede representar gráficamente el sistema en un diagrama triangular. Repitiendo el experimento pero variando la concentración de la mezcla de agua y gasolina se representan más puntos en el diagrama triangular y uniendo éstos puntos se obtiene la curva binodal.

Una vez que se tiene la línea binodal, para determi

nar una línea de unión, se prepara una mezcla de acético gasolina-agua, hasta una concentración determinada. Esta mezcla formará dos fases inmiscibles y separándolas por medio de un embudo de separación se analiza la fase rica en gasolina por un método volumétrico, usando una solución décimo normal de sosa y azul de timol como indicador. Por medio de la regla de la palanca se determina la concentración del acético en la fase rica en agua. Para obtener otras líneas de unión se parte de diferentes concentraciones de la mezcla gasolina-acético-agua.

Los resultados obtenidos en los experimentos efectuados en éste trabajo se muestran en las gráficas 1 y 2 en coordenadas triangulares, éstos mismos resultados en forma de curva de distribución se muestran en la gráfica 3 y por último de ésta gráfica se obtienen los puntos para graficar la línea de equilibrio en términos de relaciones masa.

Los puntos obtenidos experimentalmente para trazar la curva binodal en las gráficas 1 y 2 son los siguientes:

% acético	% agua	% gasolina
79.40	0.50	20.10
83.00	3.37	13.80
86.80	3.90	9.20

% acético	% agua	% gasolina
89.40	5.80	5.80
86.80	9.20	3.90
84.00	14.40	1.60
76.90	20.91	2.29
64.50	33.30	1.70
53.00	6.50	0.50

A sí mismo, los datos obtenidos experimentalmente para trazar la línea de unión son los siguientes:

Fase rica en gasolina		Fase rica en agua	
% acético	% gasolina	% acético	% agua
22.20	77.80	87.60	4.20
12.10	87.90	83.50	13.00
9.00	91.00	80.00	17.50
6.95	93.50	73.00	24.50
3.00	97.00	65.00	33.50
2.00	98.00	48.50	51.50
.81	99.19	34.50	65.50
.10	99.90	17.00	83.00

Los puntos para trazar la curva de distribución se obtienen de los datos anteriores:

y	x
.222	.876
.121	.835

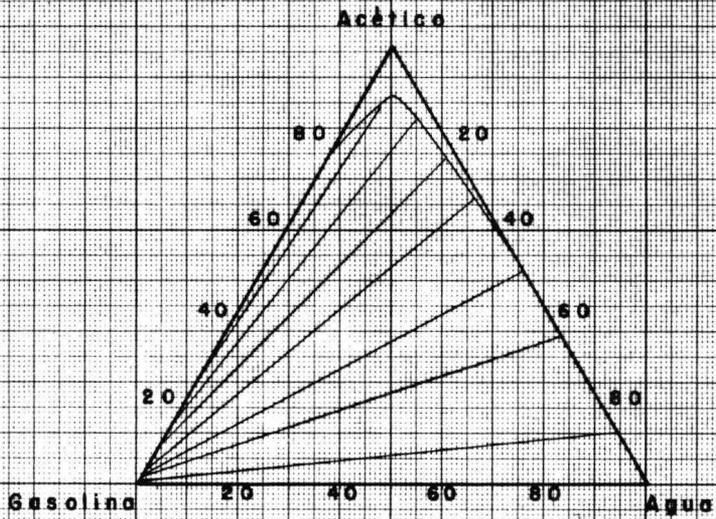
y	x
.090	.8000
.069	.730
.030	.650
.020	.485
.0081	.345
.001	.017

A concentraciones bajas de acético, se consideran el agua y la gasolina como elementos inertes, es decir no hay miscibilidad entre ellos, por lo tanto de la gráfica 3 se pueden tomar los puntos necesarios para trazar la gráfica 4 que nos dá la línea de equilibrio en función de relaciones masa:

Y	X
0	0
0.001	0.198
0.0025	0.33
0.005	0.515
0.0101	0.74
0.0152	0.944
0.0204	1.22
0.0256	1.5
0.031	1.81

GRAFICA 1

Diagrama de Equilibrio



Sistema

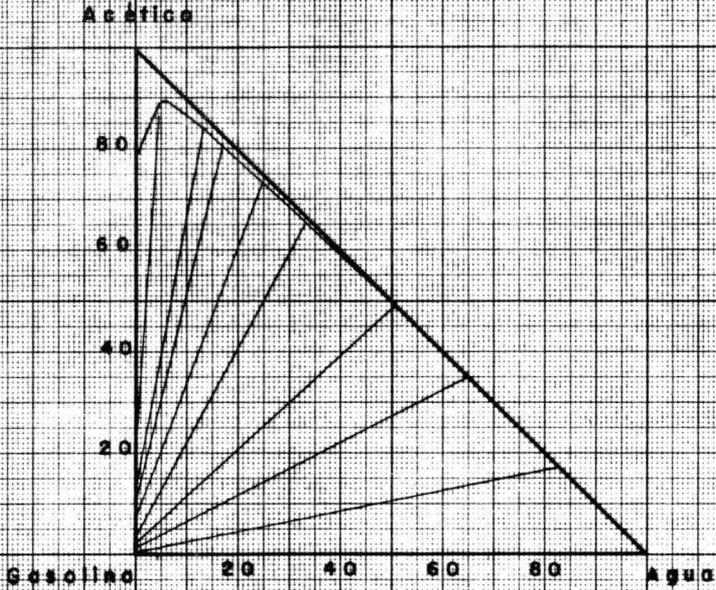
Gasolina-Ac. Acético-Agua

T = 18°C

P = 586 mmHg

GRAFICA 2

Diagrama de Equilibrio



Sistema

Gasoleno-Ac. Acética-Agua

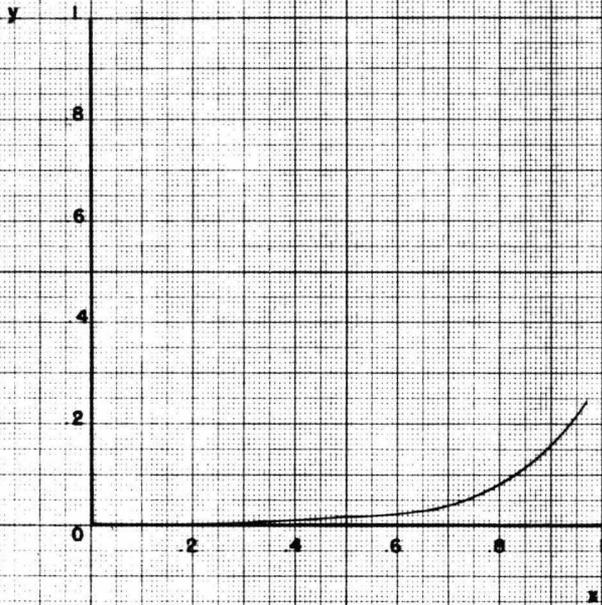
T=15° C

P=526 mm Hg

GRAFICA 3

Curva de Distribución

y vs x



Sistema

Gasolina - Ac. Acético - Agua

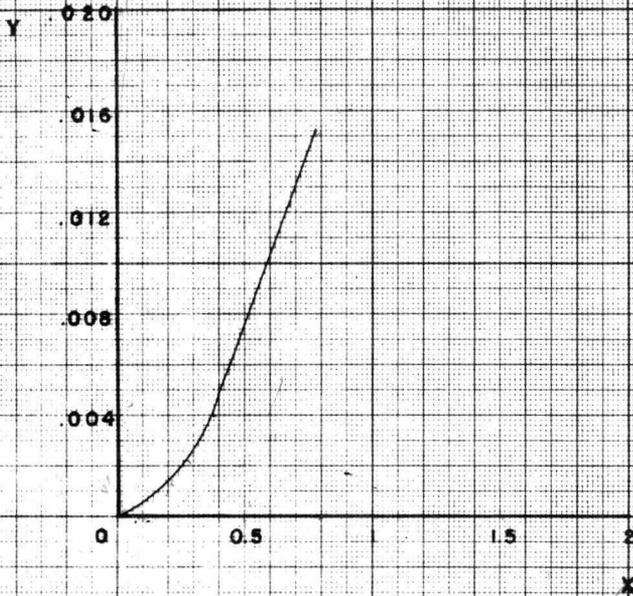
T = 18°C

P = 586 mm Hg

GRAFICA 4

Linea de Equilibrio

Y vs X



Sistema

Gasolina-Ac. Acético-Agua

T = 18 °C

P = 586 mm Hg

Determinación Experimental de la Línea de Operación

La determinación experimental de la línea de operación y por consiguiente, el cálculo del número de unidades de transferencia, básicamente consiste en lo siguiente; se prepara la solución a refinar agregando ac. acético a la gasolina, para dar aproximadamente una concentración del 1% de acético. Se toma una muestra de ésta solución y se analiza por medio de un método volumétrico utilizando NaOH 0.1N y azul de timol como indicador. En seguida se procede a efectuar la extracción fijando un flujo en el rotámetro de agua y después se alimenta la fase a refinar cuidando de que éste flujo se encuentre por abajo del flujo de inundación. Al cabo de un cierto tiempo de operación y considerando que se ha llegado al régimen permanente se toman muestras en los flujos de salida de la torre y se procede a su análisis para determinar la concentración del acético en éstos flujos.

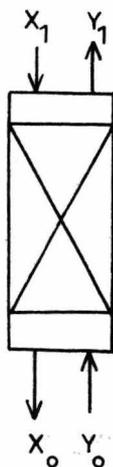
Conociendo las cuatro concentraciones en términos de relaciones masa se grafica la línea de operación en un diagrama Y vs X (gráfica 4) y se calcula el NUT por medio de la ecuación 44 y el coeficiente de transferencia de masa de acuerdo a las ecuaciones 41 y 42.

A diferentes experimentos, variando los flujos de en-

trada, es posible observar la variación del coeficiente de transferencia de masa con respecto a la variación de éstos gastos de entrada. El siguiente ejemplo ilustra la determinación de los coeficientes de transferencia de masa.

Al titular 10 ml. de una muestra de gasolina de entrada a la torre se gastaron 10.5 ml. de NaOH 0.1 N partiendo de solvente puro para efectuar la extracción, se tomaron muestras de los flujos de salida de la torre y se titularon, gastándose 0.3 ml. de NaOH en 10 ml. de fase rica en gasolina y 2.3 ml. de NaOH en 20 ml. de parte alícuota de la fase rica en agua después de aforar 1000 ml. una muestra de 50 ml. Los flujos de entrada a la torre fueron de 5.12 lt/min la fase rica en gasolina y 10 gal/hr la fase rica en agua. Se quiere obtener el NUT y el coeficiente de transferencia de masa en ambas fases del sistema (refinado y extracto).

Cálculo de las concentraciones:



$$X_1 = 0$$

La fórmula empleada es de acuerdo a la reacción entre el ac. acético y el NaOH



$$\text{gramos(acet.)} = V(\text{NaOH}) N(\text{NaOH}) \text{eq(acet)}$$

$$g(\text{acet.}) = 1\text{t} \cdot (\text{gmol}/1\text{t}) \cdot 60 \text{ g/gmol}$$

$$= \text{ml} \times \text{gmol}/1000 \text{ ml} \times 60 \text{ g/gmol}$$

$$g(\text{acet}) = V(\text{ml})_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}} \times .06$$

Para Y_0 :

$$g(\text{acet.}) = 10.5 \times 0.1 \times 0.6 = 0.0630$$

Dividiendo entre la densidad del acético (1.05) obtenemos los mililitros de acético:

$$\text{ml}(\text{acet.}) = 0.063 \text{ g} / 1.05 \text{ g/ml} = .06 \text{ ml.}$$

Aquí cabe hacer una aclaración respecto a las densidades y más concretamente a volúmenes en líquidos. Para una mezcla ideal de líquidos, la suma de los volúmenes parciales será igual al volumen total de la mezcla. No es posible afirmar si el sistema acético-gasolina y acético-agua siguen una idealidad, sin embargo haciendo experimentos previos, se puede afirmar que los volúmenes en éste sistema son cantidades aditivas, y en todo caso la proporción del acético en el sistema es tan pequeña, que no tendría gran influencia en el resultado.

Restando a los 10 ml. de muestra original los ml. de acético se obtiene como resultado los ml. de gasolina presentes en la muestra:

$$\text{ml}(\text{gasolina}) = 10 - 0.06 = 9.94$$

A éste resultado se le multiplica por la densidad de la gasolina (0.72) para obtener gramos de gasolina y dividiendo los gramos de ac. acético entre los gramos de gasolina se tiene la concentración deseada en términos de relación masa:

$$g \text{ (gasolina)} = 9.94 \text{ ml} \times 0.72 \text{ g/ml} = 7.15$$

$$Y_0 = 0.063/7.15 = 0.00881$$

Para Y_1 :

$$g \text{ (acético)} = 0.3 \times 0.1 \times 0.06 = 0.0018$$

$$\text{ml (acet.)} = 0.0018/1.05 = 0.00171$$

$$\text{ml (gasol.)} = 10 - 0.00171 = 9.998$$

$$g \text{ (gasol.)} = 9.998 \times 0.72 = 7.19$$

$$Y_1 = 0.0018/7.19 = 0.00025$$

Para X_0 la fórmula empleada es:

$$g \text{ (acético)} = V \times N \times \text{eq} \times \text{aforo/alicuota}$$

$$g \text{ (acético)} = 2.3 \times 0.1 \times 0.6 \times 1000/10 = 0.69$$

$$\text{ml (acético)} = 0.69/1.05 = 0.657 \text{ ml}$$

Restando a la muestra original:

$$\text{ml de agua} = 50 - 0.657 = 49.342$$

$$g \text{ (agua)} = 49.74 \text{ ml} \times 1 \text{ g/ml} = 49.743 \text{ g}$$

$$X_0 = 0.69/49.743 = 0.0139$$

En una amplificación de la gráfica 4 se traza la línea de operación desde el punto Y_0 , X_0 hasta el punto Y_1 , X_1 y se obtienen de la gráfica los diferentes valores de Y y $Y^\#$ y X y $X^\#$

Y	$Y^\#$	X	$X^\#$
0.00025	0	0	0.055
0.002	0.000025	0.0025	0.275
0.004	0.00005	0.005	0.38

Y	Y [#]	X	X [#]
0.006	0.000055	0.0075	0.485
0.0075	0.00006	0.01	0.565
0.0088	0.000065	0.0139	0.63

Obteniendo los valores de $Y - Y^{\#}$ y $X - X^{\#}$ se tiene:

$Y - Y^{\#}$	$X - X^{\#}$
0.00025	0.055
0.001975	0.2725
0.00395	0.375
0.005945	0.4775
0.00744	0.555
0.008735	0.6169

El siguiente paso es tomar los recíprocos de éstos resultados:

$1 / Y - Y^{\#}$	$1 / X^{\#} - X$
4000	18.18
506	3.669
253	2.66
168	2.094
134	1.801
114	1.623

Para evaluar el NUT se puede hacer en forma gráfica ó en forma analítica por medio del método de Simpson, to

mando una media aritmética entre un par de valores de $1/Y-Y^{\#}$ y multiplicarlos por la diferencia del par de valores correspondientes de Y, ésto es para la fase del refinado, para la fase del extracto se toman los correspondientes valores de $1/X^{\#}-X$ y X.

$1/Y-Y^{\#}$	$1/Y-Y^{\#}_m$	x	Y-Y	=	NUT _R
4000	2253	x	0.00175	=	3.49
506	379.5	x	0.002	=	0.759
253	210.5	x	0.002	=	0.421
168	151	x	0.0015	=	0.2265
134	124	x	0.0013	=	0.162
114					
					<hr/> 5.5077

El número de unidades de transferencia para la fase del refinado (NUT_R) es 5.5077

Para la fase del extracto:

$1/X^{\#}-X$	$1/X^{\#}-X_m$	x	X-X	=	NUT _O E
18.18	10.9245	x	0.0025	=	0.02731
3.669	3.1645	x	0.0025	=	0.00791
2.66	2.377	x	0.0025	=	0.00594
2.094	1.9475	x	0.0025	=	0.00486
1.801	1.712	x	0.0039	=	0.00667
1.623					
					<hr/> 0.05269

El número de unidades de transferencia para la fase del extracto es 0.05269

Para evaluar el coeficiente de transferencia de masa Únicamente se aplican las ecuaciones 41 y 42

$$K_{Ea} = Ls / Z S \times NUT_{OE}$$

$$K_{Ra} = Gs / Z S \times NUT_{OR}$$

Z es la altura del empaque en la torre = 2.98 m

S es la sección transversal de la torre = 0.0182 m²

El valor de Gs lo obtenemos directamente del flujo de entrada multiplicando éste flujo por su densidad (aprox.- 0.725 kg/lt) y por la fracción masa de la gasolina en ese flujo.

De la ecuación 14:

$$\begin{aligned} y_o &= Y_o / 1 + Y_o \\ &= .0088 / 1.0088 = 0.0087 \end{aligned}$$

El % en masa es: Ac. Acético87%

Gasolina 99.13%

$$Gs = 5.12 \frac{lt}{min} \times 0.725 \frac{kg}{lt} \times 60 \frac{min}{hr} \times 0.9913 = 220 \frac{kg}{hr}$$

Por medio de la ecuación 23 obtenemos el valor de

Ls:

$$L_s = \frac{Y_0 - Y_1}{X_0 - X_1} \quad G_s = \frac{0.0088 - 0.00025}{0.0139 - 0} \times 220$$

$$L_s = 0.61 \times 220 = 134 \text{ kg/hr}$$

Sustituyendo los valores de L_s y G_s evaluamos los valores del coeficiente de transferencia de masa en ambas fases, refinado y extracto.

$$K_{Ra} = \frac{220 \times 5.5077}{2.98 \times 0.0182} = 22461 \frac{\text{kg}}{\text{hr m}^3 \Delta Y}$$

$$K_{Ea} = \frac{134 \times 0.05269}{2.98 \times 0.0182} = 132.137 \frac{\text{kg}}{\text{hr m}^3 \Delta Y}$$

Finalmente obtenemos el valor de la altura de la unidad de transferencia aplicando la ecuación 45:

$$H_{oR} = \frac{220}{22461 \times 0.0182} = 0.53 \text{ m}$$

$$H_{oE} = \frac{134}{132.137 \times 0.0182} = 55.675 \text{ m}$$

Al cabo de 50 experimentos, variando los flujos de entrada a la torre se seleccionaron 20 considerándose los más regulares. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla de la página siguiente.

	Ls	Gs	Ls/Gs	K_{Ea}	K_{Ra}
	g/seg	g/seg			$\frac{g}{\text{seg cm}^3 \Delta Y}$
1.-	14.2	36.2	0.40	233 x 10 ⁻⁷	0.00206
2.-	41.2	51.0	0.81	99.2 "	0.00540
3.-	63.4	39.0	1.59	260. "	0.00210
4.-	59.0	28.2	2.09	171. "	0.00256
5.-	108.0	42.0	2.60	500. "	0.00500
6.-	182.0	69.2	2.62	450. "	0.00386
7.-	85.0	28.2	3.00	336. "	0.00267
8.-	37.7	61.0	0.61	336. "	0.00623
9.-	56.3	57.0	0.99	248. "	0.00442
10.-	119.5	64.7	1.85	400. "	0.00444
11.-	84.0	54.0	1.52	314. "	0.00548
12.-	57.0	29.0	1.98	155. "	0.00216
13.-	31.0	36.0	0.86	208. "	0.00250
14.-	53.2	41.4	1.30	360. "	0.00293
15.-	32.5	45.0	0.72	175. "	0.00228
16.-	27.9	48.0	0.58	244. "	0.00405
17.0	37.4	50.0	0.75	272. "	0.00410
18.-	35.7	54.0	0.66	235. "	0.00288
19.-	49.0	61.5	0.80	278. "	0.00464
20.-	42.6	32.4	1.31	125. "	0.00163

Resultados.

De los 20 experimentos seleccionados, se puede observar la variación de los coeficientes con respecto a los flujos de gasolina y agua.

En la gráfica 5 se relacionan los valores de K_{Ea} con los respectivos valores de L_s y ajustando una recta por el método de mínimos cuadrados, se obtiene el siguiente resultado:

$$K_{Ea} = m L_s + c$$

De la gráfica se observa que $c = 138 \times 10^{-7}$ (ordenada al origen)

La pendiente de la línea es:

$$\begin{aligned} m &= \frac{0.00004 - 0.00002}{120 - 30} \\ &= \frac{0.00002}{90} = 2.22 \times 10^{-7} \end{aligned}$$

Por lo tanto

$$K_{Ea} = 2.22 \times 10^{-7} L_s + 138 \times 10^{-7}$$

Donde L_s es igual a g/seg y K_{Ea} es g/seg $\text{cm}^3 \Delta Y$.

La misma relación en otras unidades:

$$K_{Ea} = 0.222 L_s + 49.68$$

$$L_s = \text{Kg/hr} \quad \text{y} \quad K_{Ea} = \frac{\text{kg}}{\text{hr m}^3 \Delta Y}$$

GRAFICA 5

K_E vs L_S

$$K_E = \frac{Q}{S \cdot g \cdot m^2 \cdot \text{seg}} \times 10^{-7}$$

$$L_S = \frac{Q}{S \cdot g}$$

$K_E = 2000$

1500

1200

800

400

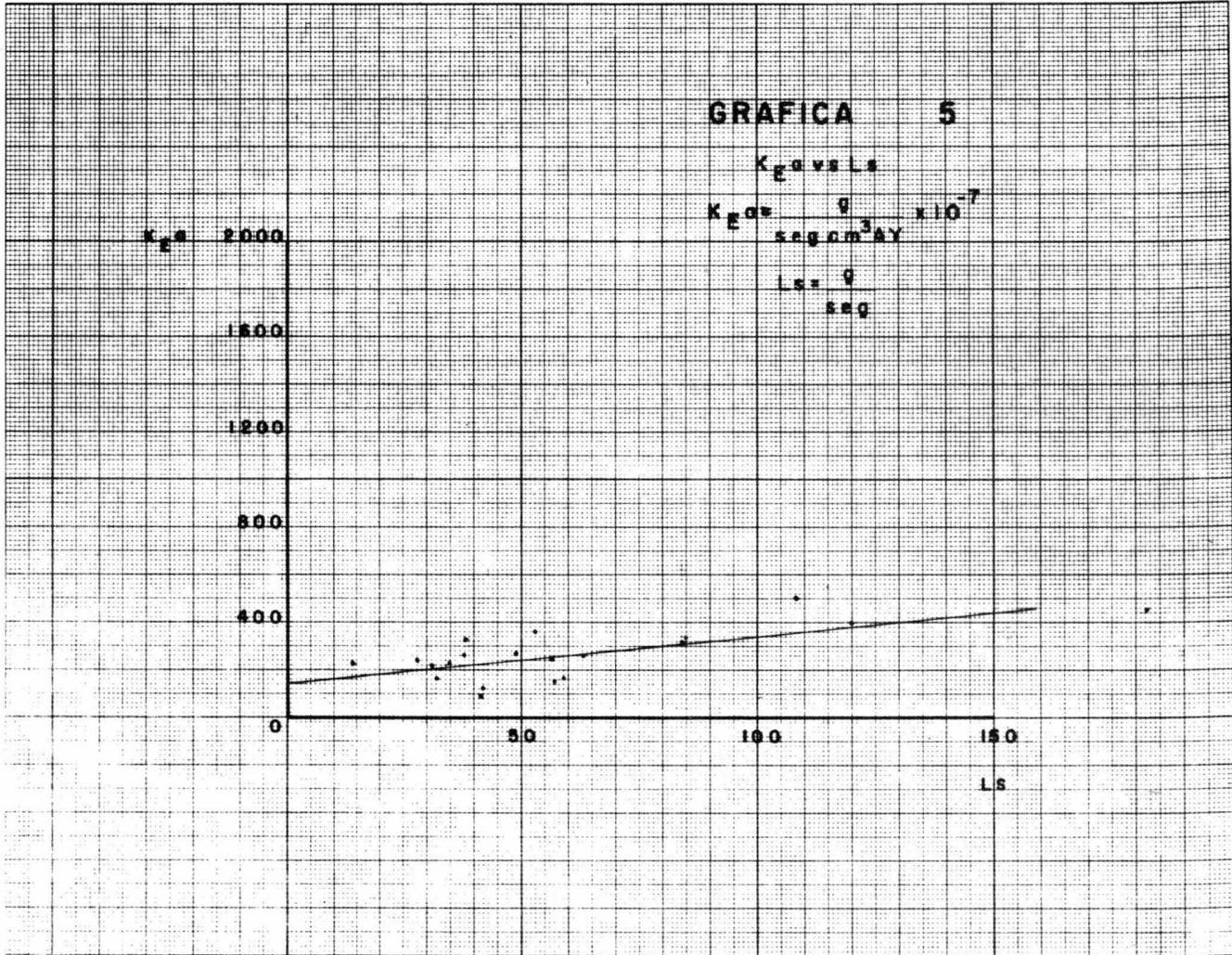
0

50

100

150

L_S



En la gráfica 6 se relacionan los valores del coeficiente de transferencia de masa en la fase del refinado K_{RA} , con los respectivos valores de G_s . También ajustando a una recta por mínimos cuadrados se tiene:

$$K_{RA} = m G_s + c$$

De la gráfica 6 se obtiene la ordenada al origen igual a 0.0005, y la pendiente analítica igual a 0.0000583 por lo tanto:

$$K_{RA} = 0.0000583 G_s + 0.0005$$

Las unidades de G_s son g/seg y las del coeficiente K_{RA} son g de soluto transferido/seg $\text{cm}^3 \Delta Y$.

Cambiando unidades obtenemos la siguiente relación:

$$K_{RA} = 58.3 G_s + 1800$$

Donde las unidades son:

$$G_s = \frac{\text{Kg}}{\text{hr}} \quad \text{y} \quad K_{RA} = \frac{\text{Kg}}{\text{hr m}^3 \Delta Y}$$

GRAFICA 6

$K_{R\alpha}$ vs G_s

$$K_{R\alpha} = \frac{g}{\text{seg cm}^3 \Delta Y}$$

$$G_s = \frac{q}{\text{seg}}$$

$K_{R\alpha}$

0.20

0.16

0.12

0.08

0.04

0

24

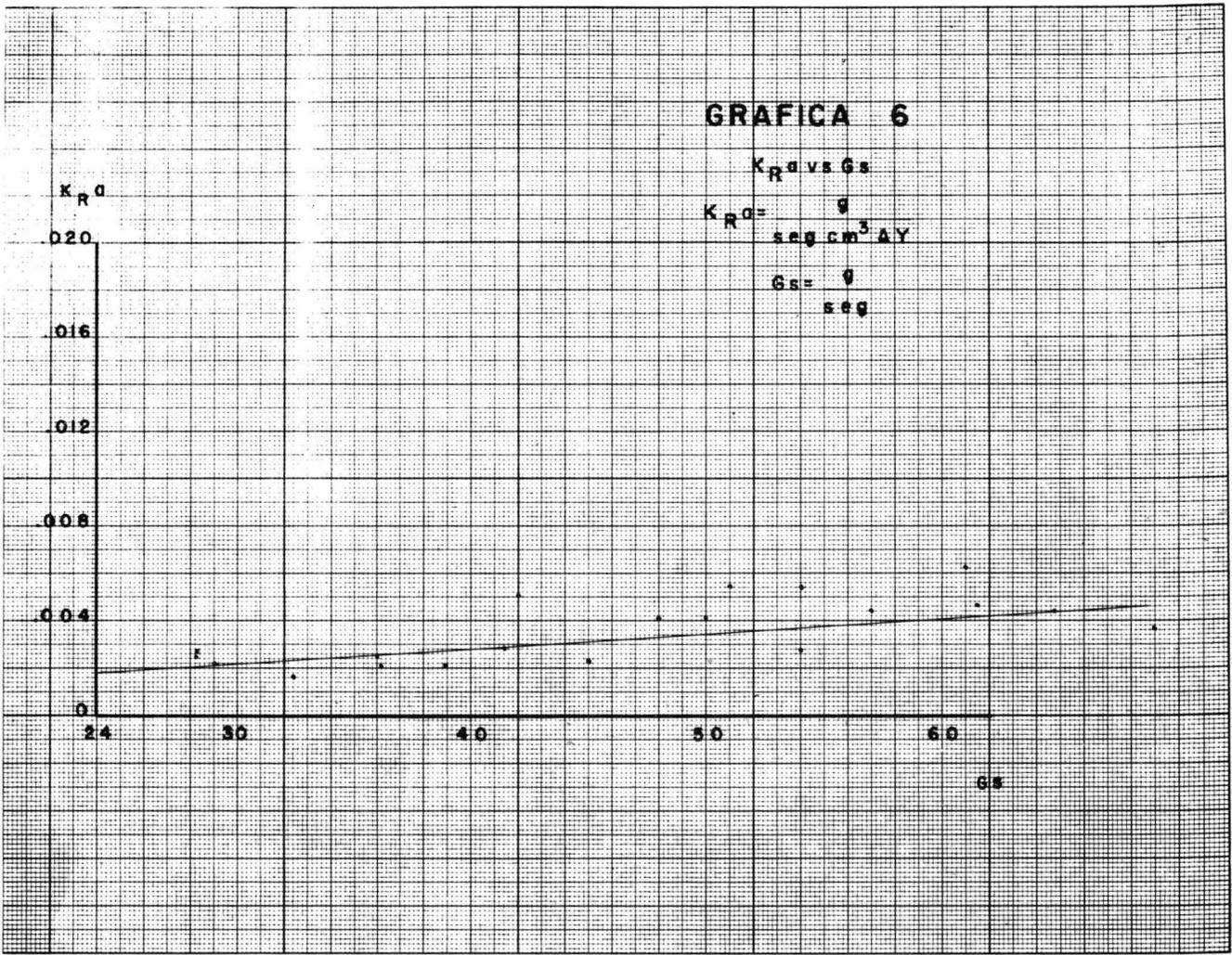
30

40

50

60

G_s



Otras relaciones importantes se obtienen al graficar los valores de los coeficientes con el valor respectivo de Ls/g_s.

De la gráfica 7:

$$K_{Ea} = m \frac{Ls}{Gs} + c$$

La pendiente analítica es 0.0000034 y la ordenada al origen es 0.000024, por lo tanto:

$$K_{Ea} = 3.4 \times 10^{-6} \frac{Ls}{Gs} + 2.4 \times 10^{-5}$$

$$K_{Ea} = \frac{g}{\text{seg cm}^3 \Delta Y}$$

O en otras unidades:

$$K_{Ea} = 12.24 \frac{Ls}{Gs} + 86.4$$

$$K_{Ea} = \frac{Kg}{\text{hr m}^3 \Delta Y}$$

De la gráfica 8 observamos:

$$K_{Ra} = m \frac{Ls}{Gs} + c$$

La pendiente analítica de la recta es -0.000125 y

GRAFICA 7

K_E vs L_s/G_s

K_E — $\frac{S}{\text{seg cm}^2 \text{AY}} \times 10^{-7}$

K_E 2000

1000

1200

800

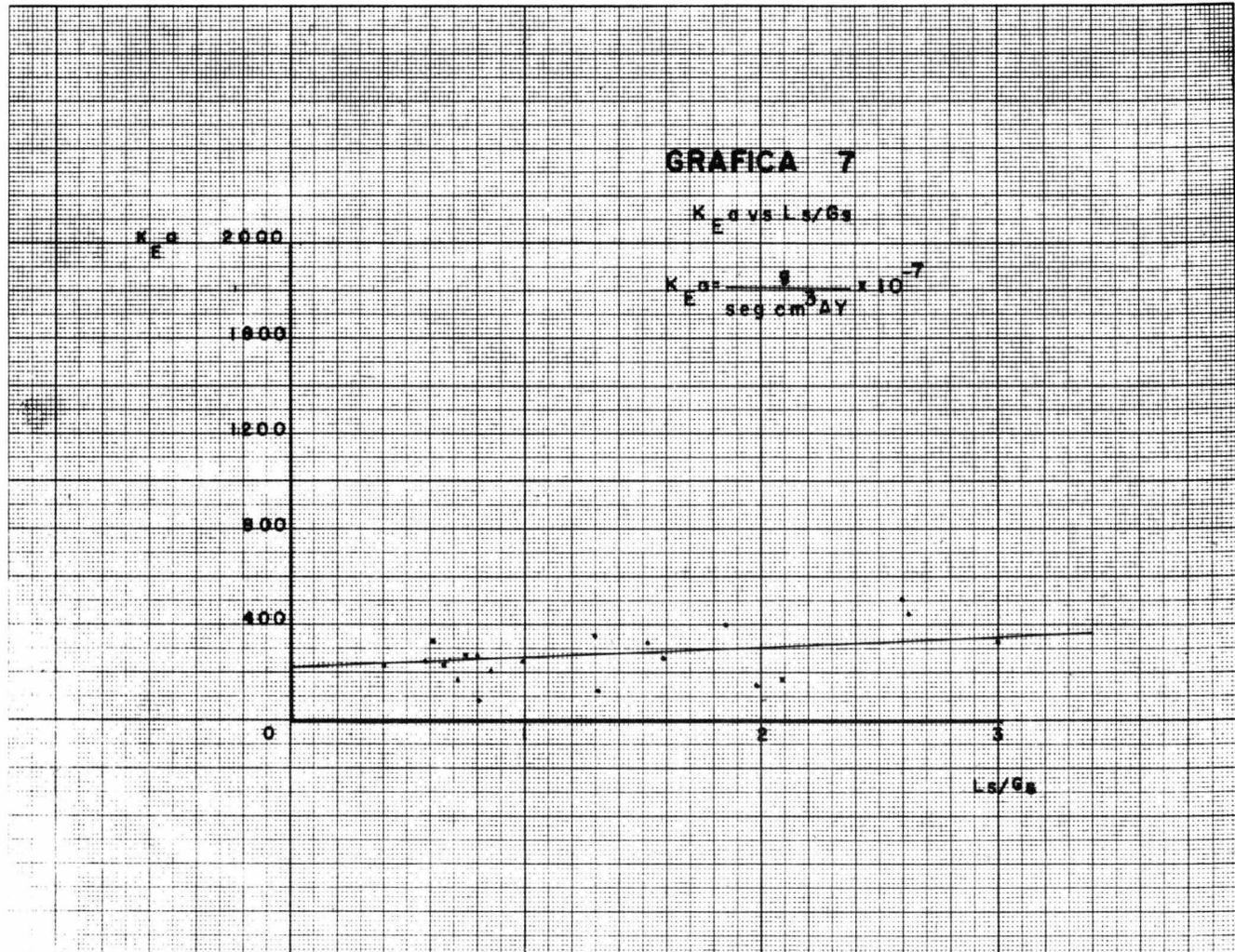
400

0

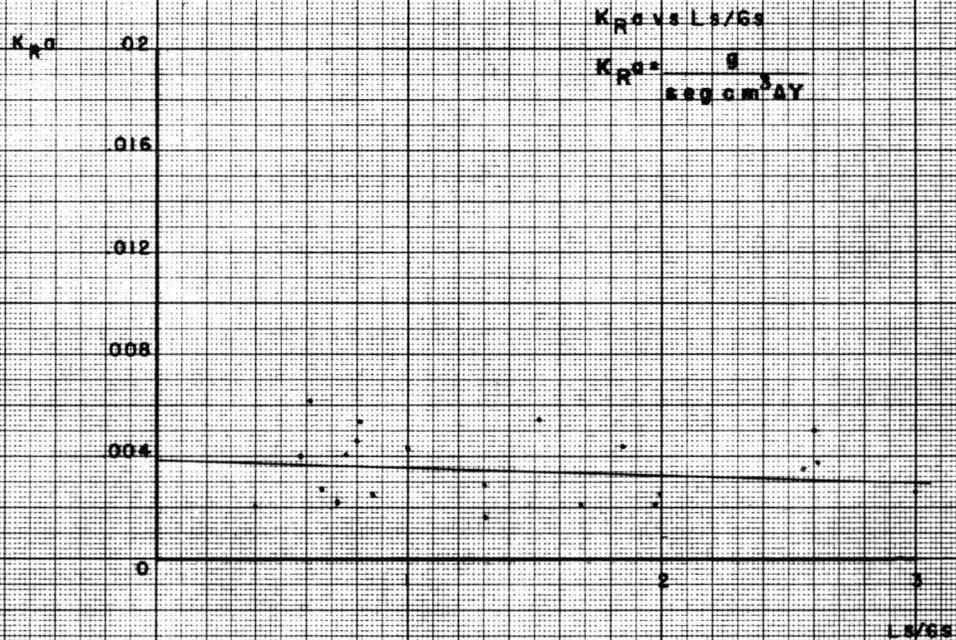
2

3

L_s/G_s



GRAFICA 8



la ordenada al origen es 0.0038, por lo tanto:

$$K_{Ra} = 0.0038 - 0.000125 \frac{Ls}{Gs}$$

$$K_{Ra} = \frac{g}{\text{seg cm}^3 \Delta Y}$$

Y cambiando unidades:

$$K_{Ra} = 13680 - 450 \frac{Ls}{Gs}$$

$$K_{Ra} = \frac{\text{kg}}{\text{hr m}^3 \Delta Y}$$

Una última gráfica importante es relacionar las alturas totales de unidades de transferencia, con las alturas individuales ó de película, en una forma similar a la de la ecuación 35.

$$H_0E = H_E \frac{L}{mG} H_R$$

Donde H_0E es la altura equivalente a una unidad de transferencia total, en la fase del extracto, H_E y H_R las alturas equivalentes a una unidad de transferencia de película, en la fase del extracto y el refinado respectivamente, y m es la pendiente de la línea de equilibrio del sistema.

Tomando una pendiente media de 0.00808 y graficando



H_0E contra L/mG , la ordenada al origen será H_E y la pendiente analítica será H_R . Los datos necesarios para obtener la gráfica 9 se muestran en la tabla de la página siguiente.

	H ₀ E	L/mG	H ₀ R
1.-	34.09	49.5	0.96
2.-	227.77	100.24	0.51
3.-	133.55	196.78	1.02
4.-	189.4	258.66	0.6
5.-	118.68	321.78	0.46
6.-	222.15	324.25	0.99
7.-	138.67	371.28	0.58
8.-	61.64	75.49	0.53
9.-	124.91	122.52	0.7
10.-	164.14	228.96	0.8
11.-	146.98	188.11	0.54
12.-	202.05	245.04	0.73
13.-	81.88	106.68	0.79
14.-	81.19	160.89	0.77
15.-	102.04	89.10	1.08
16.-	62.82	71.78	0.65
17.-	75.54	92.82	0.67
18.-	83.96	81.43	1.03
19.-	96.84	99.	0.72
20.-	187.25	162.12	1.09

De la gráfica 9 H_E = 68 y la pendiente analítica es 0.333 que será igual a H_R, por lo tanto:

$$H_0E = H_E + \frac{L}{m G} H_G$$

$$= 68 + .333 \frac{L}{m G}$$

Y

$$H_{OR} = 0.333 + 68 \frac{m G}{L}$$

GRAFICA 9

H_{O_2} vs L/mG

H_{O_2} 200

160

120

80

40

0

40

80

120

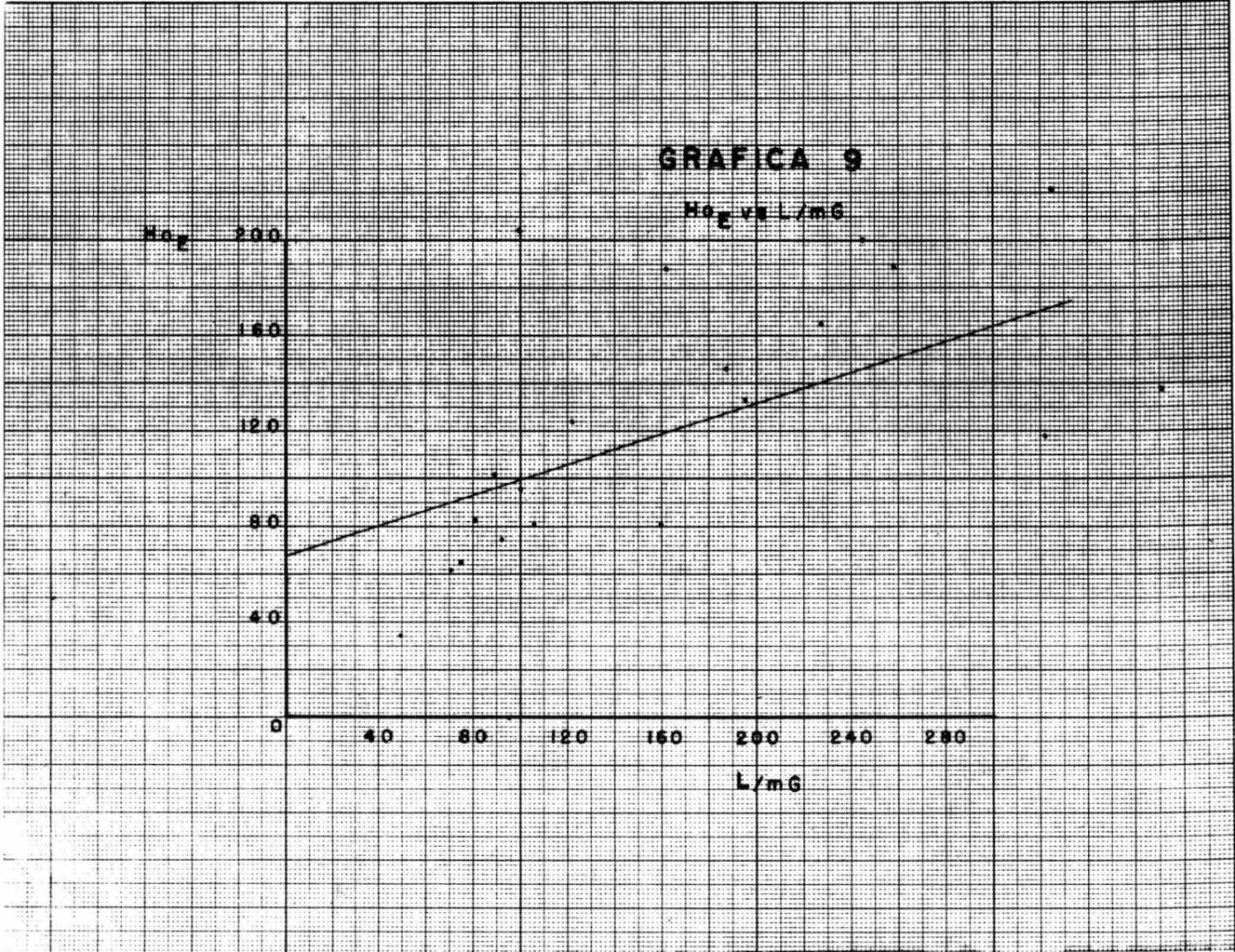
160

200

240

280

L/mG



CONCLUSIONES

De la gráfica 9 se obtiene la primer importante conclusión, H_R es aproximadamente igual a H_{OR} , a diferencia de los valores de H_E y H_{OE} que difieren en mucho su va-
lor, por lo tanto K_{RA} será aproximadamente a k_{RA} y se llega a la conclusión de que la fase del refinado es la que controla el fenómeno y para propósitos de diseño, la ecuación 41 es la que debería usarse.

De la gráfica 7 se observa que los valores de K_{RA} con respecto al valor de L_g/G_s tienen una ligera tenden-
cia a aumentar. De la gráfica 8 se puede considerar el valor de K_{RA} casi constante con respecto al valor de ---
 L_s/G_s , se observa una ligera tendencia a disminuir el valor del coeficiente, sin embargo no influye en gran par-
te el valor del L_s/G_s en el valor del coeficiente de ---
transferencia.

Si la resistencia principal a la transferencia de masa se encuentra en la fase del refinado, entonces la correlación más importante obtenida en éste trabajo es la de la gráfica 6, donde la relación entre el coeficien-
te de transferencia de masa y el valor de G_s está dada por la ecuación:

$$K_{RA} = 58.3 G_s + 1800$$

Donde G_s está dado en kg por hora y el coeficiente en kg de soluto transferidos por hr, por metro cúbico y por diferencia de concentraciones en términos de relación masa.

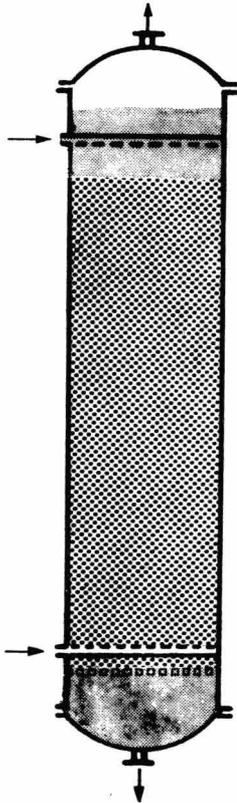
Respecto a la operación del equipo, los experimentos fueron sumamente limitados por el fenómeno de inundación no pudiéndose lograr flujos mayores, con el fin de evitar éste fenómeno, como consecuencia la pendiente de la línea de operación en la mayoría de los experimentos tuvo una tendencia vertical con respecto a la línea de equilibrio. Sin embargo no deja de sentirse satisfacción con los resultados obtenidos en éste trabajo, así como también por el interés puesto por los alumnos de Ingeniería Química que realizaron la práctica de extracción líquido-líquido, práctica que fué propuesta para efectuarse durante el primer semestre de 1974, basándose en éste trabajo.

APLICACIONES

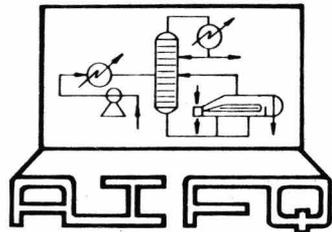
Diseño de una Práctica de Laboratorio

En las siguientes 12 hojas se encuentra el diseño de la práctica para extracción líquido-líquido, que como anteriormente se dijo, se basó en éste trabajo de tesis. Esta práctica se efectuó durante el primer semestre de 1974 obteniéndose resultados satisfactorios por parte de los alumnos. Sin embargo es posible mejorar la práctica acoplándola con la práctica de inundación, basada en la tesis del Ing. Raúl Vera López, de modo que los alumnos basándose en los resultados obtenidos en ésta práctica, obtengan sus propios flujos de trabajo para efectuar la práctica de extracción líquido-líquido y los resultados obtenidos en ésta práctica relacionarlos con los resultados obtenidos en ésta tesis, por medio de sus ecuaciones.

LABORATORIO DE INGENIERIA QUIMICA



Extracción Líquido Líquido



COLUMNA EMPACADA III
EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO

La separación de los constituyentes de una mezcla líquida, es un problema muy común en Ingeniería Química. La extracción líquido-líquido llamada también extracción por disolvente es una de las operaciones unitarias usadas por la Ingeniería Química para separar los componentes de una solución, aprovechando la distribución desigual en el equilibrio de los componentes que han de separarse entre dos fases líquidas mutuamente insolubles.

Las aplicaciones más importantes de la extracción por solvente, incluye la refinación del petróleo, purificación de vitaminas y antibióticos y refinación de aceites vegetales. Otra operación unitaria que compite con la extracción, es la destilación y elegir entre una y otra operación depende de distintos factores como la naturaleza química de las sustancias que han de separarse así como también sus propiedades físicas, por ejemplo si han de separarse dos líquidos que tienen un punto de ebullición muy distante, la destilación sería lo más adecuado, pero si ambos líquidos tienen un punto de ebullición muy semejante entonces sería más conveniente separarlos por extracción. El aspecto económico es el factor más importante para elegir entre una operación y otra.

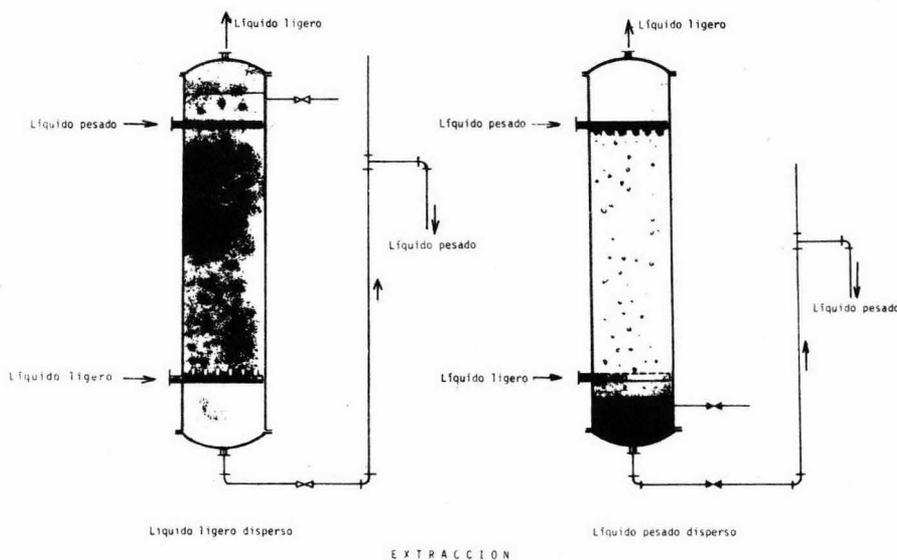
El equipo usado en extracción líquido-líquido es muy variable, pero afortunadamente podemos clasificarlo de acuerdo a sus características de construcción y operación.

- I. Equipos de etapa simple.
 - a.- Mezcladores-sedimentadores
 - horizontales
 - verticales
 - b.- Columna de platos sin agitación mecánica:
 - columna de platos perforados
 - columnas de tapas de burbujeo
 - columnas de platos en cascada

- II. Extractores de contacto diferencial.

- a.- Columnas de separación por gravedad, no mecánicas
 - columnas de pulverización
 - columnas de platos con baffles
 - columnas empacadas
- b.- Columnas de separación por gravedad, mecánicas
 - extractores de disco rotatorio
 - columnas pulsadas
- c.- Columnas de separación por centrifugación mecánica
 - extractor Podbielniak
 - extractor Iuvueta

En general para seleccionar un extractor en particular para una separación dada, se deberá emplear la experiencia; los costos de mantenimiento, instalación y operación deberán ser estimados para un extractor dado.



Para propósitos de la práctica se tiene instalada una columna empacada, por lo tanto las consideraciones básicas que se hacen son para aplicar a este equipo.

La separación de una mezcla por extracción líquido-líquido requiere que los con-

tribuyentes tengan diferente solubilidad relativa en dos solvente líquidos inmiscibles o parcialmente inmiscibles. La relación de las concentraciones de una sustancia en particular (solute) disuelta en dos fases líquida coexistentes en el equilibrio es llamada el coeficiente de distribución.

$$K_a = \frac{y_a}{x_a}$$

Donde y_a y x_a son las concentraciones del soluto A en las fases conjugadas. Por convención la fase y es en donde el soluto principal es preferencialmente soluble, por lo tanto es necesario que el coeficiente de distribución para el soluto A sea mayor que la unidad para poder llevar a cabo el proceso.

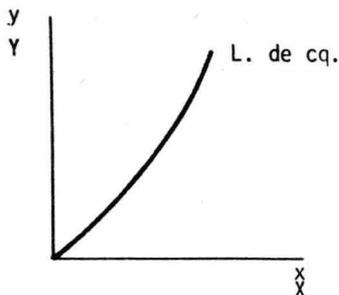
La operación implica una transferencia de masa. Cuando un sistema se encuentra alejado del equilibrio, el sistema tenderá a éste. Cuando la transferencia neta de masa sea igual a cero, entonces se alcanzará el equilibrio.

Para un sistema ternario como el del laboratorio, y de acuerdo con la regla de las fases de Gibbs tenemos:

$$f = c - p + 2 = 3 - 2 + 2 = 3$$

Esto nos indica que podemos fijar 3 variables para poder establecer nuestro equilibrio, y las demás variables dependerán de las que hayamos fijado. Las variables en extracción líquido-líquido son la presión, la temperatura y las composiciones en ambas fases líquidas inmiscibles. Las operaciones de extracción se efectúan a presión y temperatura constante, por lo tanto si fijamos la tercer variable, nuestro sistema quedará determinado.

Nuestro equilibrio lo podemos representar en un diagrama y contra x ; donde y sería la concentración en fracción masa en una fase y x la concentración en masa en la otra fase, también podemos representar el equilibrio, en un sistema Y contra X donde Y sería la concentración en una fase, pero en función de relación masa (masa de soluto entre masa de no soluto), y X de la misma forma en la otra fase conjugada.



La línea que nos representa el equilibrio se obtiene generalmente de datos experimentales. Es decir los puntos para trazar la línea de equilibrio, deberán ser puntos obtenidos netamente por experimentación.

La relación de los flujos de una fase a otra se puede representar por medio de otra línea, llamada línea de operación y para trazar esta línea, es necesario recurrir a un balance de materiales.

En la práctica a efectuar, el sistema es el de gasolina, ácido acético y agua y para efectuar el balance de materiales, es necesario hacer ciertas definiciones.

El objeto de la operación es extraer el ácido acético (solute) contenido en una gasolina, por medio de agua (solvente). La fase rica en gasolina la denominaremos refinado, y la fase rica en agua la denominaremos extracto, con nomenclatura de G para el refinado y de L para el extracto. También es necesario establecer una cierta nomenclatura para las concentraciones de acético en ambas fases; denominaremos y la concentración de acético en el refinado y x la concentración de acético en el extracto.

Como anteriormente se dijo las concentraciones también las podemos poner en función de relación masa, que como se definió anteriormente es la relación de la masa del soluto a la masa del no soluto. De acuerdo con esto para la fase de refinado:

$$Y = \frac{y_{\text{acet}}}{y_{\text{gasol}}}$$

$$y_{\text{acet}} + y_{\text{gas}} = 1$$

$$Y = \frac{y_{\text{acet}}}{1 - y_{\text{acet}}} = \frac{y}{1 - y}$$

Y lo mismo para el extracto:

$$X = \frac{x_{\text{acet}}}{x_{\text{agua}}} \quad x_{\text{agua}} + x_{\text{acet}} = 1$$

$$X = \frac{x_{\text{acet}}}{1 - x_{\text{acet}}} = \frac{x}{1 - x}$$

Una vez hechas las definiciones, se procede a efectuar el balance de masa de acuerdo al siguiente diagrama:

Para una operación a contracorriente:

Balance total:

$$L_1 + G_0 = G_1 + L_0 \quad \dots \quad (1)$$

Balance parcial:

$$\text{Agua: } L_s = L_1 (1 - X_1) = L_0 (1 - X_0) \quad \dots \quad (2)$$

Donde L_s es agua libre de acético

$$\text{Gasolina: } G_s = G_0 (1 - Y_0) = G_1 (1 - Y_1) \quad \dots \quad (3)$$

Acético

$$L_1 X_1 + G_0 Y_0 = G_1 Y_1 + L_0 X_0 \quad \dots \quad (4)$$

de (2)

$$L_1 = \frac{L_s}{1 - X_1} \quad \dots \quad (5a)$$

$$L_0 = \frac{L_s}{1 - X_0} \quad \dots \quad (5b)$$

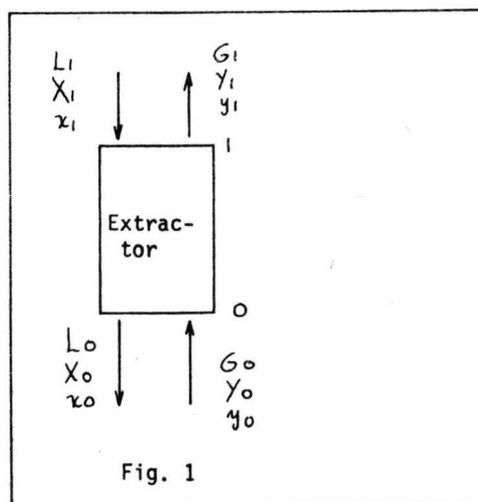
de (3)

$$G_0 = \frac{G_s}{1 - Y_0} \quad \dots \quad (6a)$$

$$G_1 = \frac{G_s}{1 - Y_1} \quad \dots \quad (6b)$$

sustituyendo (5) y (6) en (4)

$$L_s \frac{X_1}{1 - X_1} + G_s \frac{Y_0}{1 - Y_0} = G_s \frac{Y_1}{1 - Y_1} + L_s \frac{X_0}{1 - X_0} \quad \dots \quad (7)$$



pero como

$$\bar{X} = \frac{x}{1-x} \quad \bar{Y} = \frac{y}{1-y}$$

la ecuación 7 se transforma a

$$L_s \bar{X}_1 + G_s \bar{Y}_0 = G_s \bar{Y}_1 + L_s \bar{X}_0 \quad \dots (8)$$

despejando

$$G_s (\bar{Y}_0 - \bar{Y}_1) = L_s (\bar{X}_0 - \bar{X}_1) \quad \dots (9)$$

$$\frac{L_s}{G_s} = \frac{\bar{Y}_0 - \bar{Y}_1}{\bar{X}_0 - \bar{X}_1} \quad (10)$$

Esta ecuación nos representa la pendiente de una línea que para el caso viene siendo la pendiente de la línea de operación en un diagrama Y contra X. Es pendiente constante y entonces la línea de operación es una línea recta

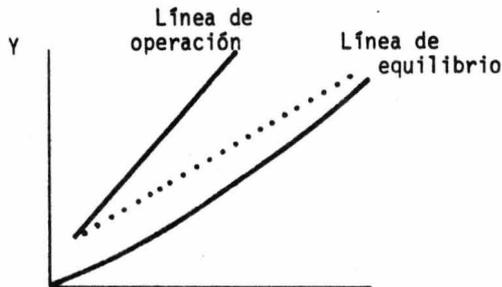


Fig. 2

De la gráfica se observa que hay valores límites para esta relación de L_s/G_s . De acuerdo con el L_s/G_s min se establece el L_s/G_s de operación y aquí el aspecto económico influye en gran parte.

Para el cálculo del equipo es necesario combinar las ecuaciones de balance de masa y las ecuaciones de transferencia de masa.

La altura del aparato influye directamente en el grado de extracción. El método para diseñar equipo de contacto continuo es semejante al procedimiento seguido para los procesos de absorción y destilación. Implica el cálculo del número de etapas ideales o teóricas (n) y la multiplicación de n por un factor, el equivalente de altura de una etapa teórica EAET

$$H = nEAET$$

donde H es la altura de la torre.

Aplicando la teoría de transporte y el concepto de la doble capa, la extracción líquido-líquido es un ejemplo de transferencia de masa molecular que ocurre cuando una frontera de el sistema es permeable únicamente un tipo de componente (para nuestro caso). Entonces si no hay movimiento neto del otro componente asociado, se dice que es estacionario. Otros procesos de transferencia de masa ocurren simultáneamente tales como la difusión desde el lecho de la fase hasta la interfase. Entonces si la velocidad de transferencia de masa es proporcional a una fuerza directora tenemos:

$$\text{Vel de transf} = K_Y A (Y - Y^{\#})$$

donde K_Y es la constante de proporcionalidad llamada coeficiente de transferencia de masa, A es el área interfacial, y $Y - Y^{\#}$ es la fuerza directora, en donde $Y^{\#}$ es la concentración en el equilibrio, expresada en relación masa. Las unidades de K_Y , serían masa de soluto transferido por hr, por área interfacial por delta Y.

En cierto tipo de equipo, el área de transferencia, es una cantidad que se puede medir o calcular muy fácilmente, pero en nuestro caso o como en la mayoría de los equipos esto no es posible. De tal manera que tenemos que utilizar un coeficiente volumétrico, por lo que tenemos que introducir un nuevo término que denominaremos a, definida como área interfacial por volumen diferencial de la torre (SdZ). La ecuación se transforma a:

$$\text{vel de transf} = K_Y a S (Y - Y^{\#}) dZ = \text{masa de soluto transferido por hora}$$

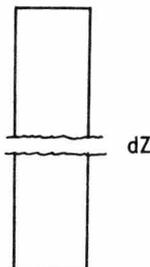
donde las unidades son:

$$K_Y a = \frac{\text{masa de soluto transferido}}{\text{hr m}^3 \Delta Y}$$

$$S = \text{m}^2 \text{ (área seccional de la torre)}$$

$$Z = \text{m (altura de la torre)}$$

De acuerdo al balance de materia:



para una cierta diferencial de altura tenemos:

$$G_s dY = L_s dX$$

y como la velocidad de transferencia = $dG_y = G_s d(y/1-y)$

$$= G_s dY$$

combinando las dos ecuaciones:

$$G_s dY = K_{ya} S (Y - Y^{\#}) dZ$$

despejando la altura tenemos:

$$dZ = \frac{G_s}{K_{ya} S} \frac{dY}{(Y - Y^{\#})}$$

integrando:

$$Z = \frac{G_s}{K_{ya} S} \int_{y_1}^{y_0} \frac{dy}{(X^* - X)}$$

Esta es la ecuación que se aplica para el caso en que la fase de refinado fuera la que controlara. Si la fase en el extracto controlara se llegaría a una ecuación similar:

$$Z = \frac{L_s}{K_{xa} S} \int_{x_0}^{x_1} \frac{dx}{(X^* - X)}$$

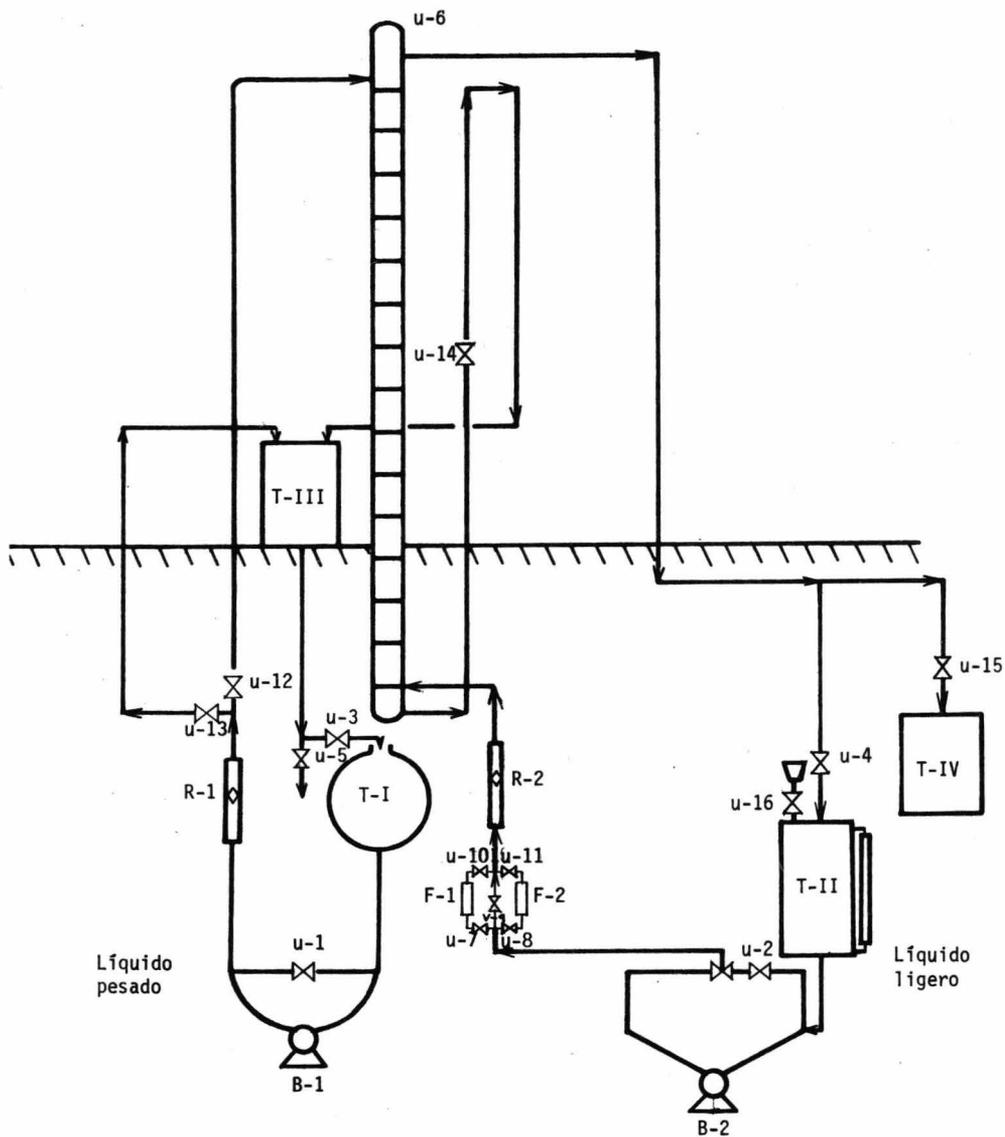
Equipo

El equipo que se encuentra instalado en el laboratorio de Ingeniería Química para efectuar la práctica es una columna empacada que consta de 13 carretes de vidrio, de 6" de diámetro, con 12" de altura. El empaque es de anillos rasching de vidrio de 3/8 de pulgadas, éstos forman el cuerpo de la torre. En los extremos del cuerpo hay dos placas perforadas en canal, la del fondo sirve como soporte del empaque y la del domo como distribuidor. En la cúspide de la torre se encuentra una válvula de venteo (V-6) con el fin de evitar vapores explosivos en el interior de la torre.

Como equipo adicional hay un tanque de alimentación (T-1) para el líquido pesado (agua) que constituye el extracto o también la fase continua. Otro tanque de alimentación (T-II) para la fase dispersa (gasolina) dos bombas de alimentación B-1 y B-2 para la fase continua y la fase dispersa respectivamente. Dos rotámetros R-1 y R-2 para medir los gastos de la fase continua y la fase dispersa respectivamente. Dos válvulas en las líneas de recirculación, V-1 y V-2, para fijar los gastos de trabajo en R-1 y R-2. Dos tanques receptores, T-III y T-IV, para la fase pesada y la fase ligera respectivamente. La línea de alimentación del líquido ligero tiene dos filtros de gasolina F-1 y F-2 para usar cualquier de ellos. La línea de salida del líquido pesado contiene una válvula, V-14, con el fin de regu-

lar la interfase. El sistema contiene además una serie de válvulas que se pueden apreciar en el diagrama de flujo.

DIAGRAMA DE FLUJO



El objetivo de esta práctica es determinar el número de unidades de transferencia, así como también el coeficiente total de transferencia de masa.

Los pasos a seguir son:

1. Llenar T-1 con agua, por medio de T-3 y V-3 permaneciendo V-5 cerrada.
2. Asegurarse de que T-11 contenga líquido ligero suficiente para poder llevar a cabo la operación (aprox. 3/4 partes del tanque).
3. Agregar ácido acético a T-11 de acuerdo a la cantidad que determine el maestro instructor. Determinar la concentración de acético en este tanque.
4. Abrir V-6.
5. Asegurarse de que T-111 y T-IV estén completamente vacíos.
6. V-1, V-2, V-15 y V-7 ó V-8 deberán estar completamente abiertas. V-12, V-13, V-3, V-5, V-14, V-10, V-11, V-7 ó V-8, V-9 y V-4 deberán estar cerradas.
7. Prender el ventilador.
8. Prender B-1 y abrir V-12.
9. Por medio de V-1 fijar un gasto en R-1 de acuerdo al instructor.
10. Cuando el agua haya rebasado aproximadamente 2/3 partes de la columna, prender B-2 y abrir V-10 ó V-11 y por medio de V-2 fijar un gasto en R-2 de acuerdo al maestro instructor.
11. Por medio de V-14 regular la interfase gasolina-agua tratando de que toda la gasolina tratada pase a T-IV.
12. La operación de extracción se dará por concluida cuando T-1 ó T-11 estén a punto de vaciarse, por lo que se procederá a parar el equipo.
13. Al mismo tiempo cerrar V-12 y abrir V-1, cerrar V-10 ó V-11 (depende de cuál se esté usando) y abrir V-2.
14. Parar B-1 y B-2.
15. Tomar muestras de T-111 y T-IV y determinar la concentración de acético en ambos casos.
16. Pasar el líquido ligero de T-VI a T-11.
17. Limpieza del equipo dejando todo en perfecto orden a opción del maestro, vaciar T-111 o pasar el líquido de nuevo a T-1.

La determinación de las concentraciones de acético se harán por un método volumétrico, titulando con sosa 0.1 N usando fenoltaleína como indicador o azul de timol.

Fórmula:

$$Y_{\text{acet}} = N_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \times \text{equivalente de ácido acético}$$

Una vez con las cuatro concentraciones ya determinadas, se calcula el número de unidades de transferencia y el coeficiente de transferencia de masa de acuerdo con las ecuaciones descritas anteriormente.

NOMENCLATURA

- x = Fracción masa del soluto en la fase del extracto
- y = Fracción masa del soluto en la fase del refinado
- X = Relación masa en la fase del extracto (kg acético/kg de agua)
- Y = Relación masa en la fase del refinado (kg acético/kg de gasolina)
- F = Número de grados de libertad
- C = Número de componentes en un sistema
- P = Número de fases presentes en un sistema
- L = Flujo en masa de la fase del extracto (kg/hr)
- G = Gasto en masa de la fase del extracto (kg/hr)
- L_s = Flujo en masa del solvente (agua) (kg/hr)
- G_s = Gasto en masa de gasolina (kg/hr)
- R = Fase del refinado
- E = Fase del extracto
- A = Area transversal a la dirección de la transferencia de masa (m^2)
- Z = Altura del empaque en la columna (m)
- S = Sección transversal de la torre (m^2)
- k_{RA} = Coeficiente individual δ de película de transferencia de masa en la fase del refinado ($kg/hr m^3 \Delta Y$)
- k_{EA} = Coeficiente individual de transferencia de masa en la fase del extracto ($kg/hr m^3 \Delta Y$)
- K_{RA} = Coeficiente total de transferencia de masa en la

- fase del refinado ($\text{kg/hr m}^3 \Delta Y$)
- K_{Ea} = Coeficiente global de transferencia de masa en la fase del extracto ($\text{kg/hr m}^3 \Delta Y$)
- H_{0E} = Altura global equivalente a una unidad de transferencia de masa en la fase del extracto (m)
- H_{0R} = Altura global equivalente a una unidad de transferencia en la fase del refinado
- H_E = Altura individual ó de película equivalente a la altura de una unidad de transferencia en la fase del extracto (m)
- H_R = Altura individual equivalente a la altura de una unidad de transferencia en la fase del refinado (m)
- NUT = Número de unidades de transferencia
- m = Pendiente de la línea de equilibrio
- m = Pendiente analítica de una recta
- $x^\#$ = Relación masa en el equilibrio en la fase del extracto (kg de acético/kg de agua)
- $y^\#$ = Relación masa en el equilibrio en la fase del refinado (kg de acético/kg de gasolina)
- x_i = Fracción masa del soluto en la interfase (ext.)
- y_i = Fracción masa del soluto en la interfase (ref.)

- (9) Murray F. Spiegel "Estadística"
Serie de Compendios Schaums
Mc Graw Hill
- (10) Fernando Orozco O. "Análisis Químico Cuantitativo"
Ed. Porrúa