

**Universidad Nacional Autónoma de México**  
**FACULTAD DE QUIMICA**

**INCORPORACION Y ADAPTACION  
DE UN EQUIPO PARA RECUPERAR  
ALCOHOL EN UN PROCESO DE  
PRODUCCION DE RESINAS AMINO**

**T E S I S**  
**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE**  
**INGENIERO QUIMICO**  
**P R E S E N T A**  
**JULIAN BUSTOS DURAN**

**MEXICO, D. F.**

**1976**

58



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

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

CLAS Ten  
E G  
AÑO 1926  
REGNA  
PROC 47 69



JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE:	CARLOS DOORMAN MONTERO
VOCAL:	ANTONIO VALIENTE BARDERAS
SECRETARIO:	CUTBERTO RAMIREZ CASTILLO
1er. SUPLENTE	FERNANDO ITURBE HERMANN
2do. SUPLENTE	GUILLERMO ALCAYDE LACORTE

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

REICHHOLD QUIMICA DE MEXICO S. A.

NOMBRE DEL SUSTENTANTE: JULIAN BUSTOS DURAN

NOMBRE DEL ASESOR DEL TEMA: ANTONIO VALIENTE BARDERAS

A LA MEMORIA  
DE MI MADRECITA  
POR SU GRAN AMOR Y CARIÑO

CON AGRADECIMIENTO  
Y ADMIRACION  
A MI PADRE

CAPITULOS

- I. ANTECEDENTES
- II. OBJETIVOS
- III. INVESTIGACION PREVIA
- IV. ADAPTACION DE EQUIPO
- V. CALCULO DE COLUMNAS DE  
RECTIFICACION
- VI. PARTE EXPERIMENTAL
- VII. CONCLUSIONES
- VIII. BIBLIOGRAFIA

I.- ANTECEDENTES.

I.1 IMPORTANCIA DE RESINAS AMINO

1.2 ANTECEDENTES HISTORICOS.

1.3 QUIMICA DE LAS RESINAS AMINO.

1.4 RESINAS DE UREA-FORMALDEHIDO.

## I. ANTECEDENTES .

I.1 IMPORTANCIA DE RESINAS AMINO. Las resinas de urea y melamina formaldehído, comparadas con las otras resinas de este tipo, son consideradas las más importantes industrialmente. Ninguna otra clase de resinas ha alcanzado un volumen de producción comparable. Entre la gran variedad de usos industriales de estas resinas amino podemos mencionar: en la formulación de barnices, como esmaltes automotivos, esmaltes de homolacas catalizadas y esmaltes industriales, como adhesivos en ensambles de madera, laminados y pegamentos para ensambles en general, así como también para moldes plásticos.

I.2 ANTECEDENTES HISTORICOS. Los productos de condensación de la urea y el formaldehído fueron conocidos a fines del siglo pasado. Inicialmente los productos de reacción que informó Goldsmidt en 1896 fueron en la mayor parte insolubles, de ningún significado comercial ó uso. Estos materiales se prepararon haciendo reaccionar cantidades variables de la urea con el formaldehído bajo condiciones ácidas. En 1908, Einhorn y Hamberger cimentaron la base sobre la cual las resinas amino se pueden utilizar, fundamentados en la formación de la mono metilol urea y dimetilol urea. Estos materiales que actualmente son los componentes básicos de la producción de resinas de urea se preparan por la reacción de la urea con el formaldehído bajo condiciones medianamente alcalinas.

En 1930, Ripper describió la preparación de resinas de



urea deshidratadas las cuales van acompañadas por la reacción de la urea con el formaldehído en presencia de solventes orgánicos, tales como butanol e isobutanol.

La melamina como un compuesto químico fué descubierta por Liebig en 1834, pero no tuvo uso comercial en la industria de las resinas sino hasta 1930. Las posiciones reactivas son más numerosas en la melamina que en la urea, resultando una conversión más rápida, una mayor dureza, incrementa la resistencia química y tiene mayor estabilidad térmica.

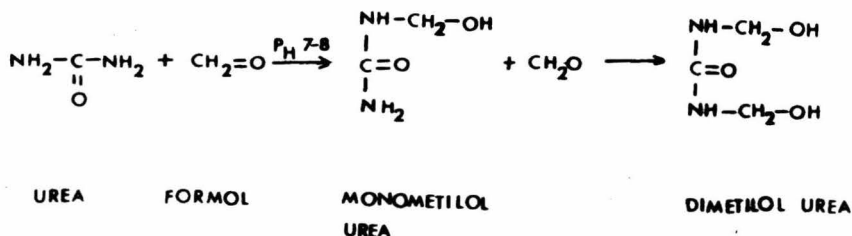
I.3 QUIMICA DE LAS RESINAS AMINO. La reacción primaria básica entre un aldehído, representado por el formaldehído, y la urea ó la melamina es similar. Bajo condiciones adecuadas en una primera etapa de la reacción se realiza la combinación del aldehído con el nitrógeno de un grupo amino. La reacción entre el material inicial y la polimerización del producto de condensación intermedio, tienen un alto grado de complejidad y es afectada -- por un gran número de variables, de las que se mencionan las siguientes:

- a. Relación mol de los reactantes.
- b. Número de grupos amino reactivos.
- c. Grado de reactividad del grupo amino influenciado por otros radicales funcionales en la molécula.
- d. pH de la reacción.
- e. Tiempo y temperatura de la reacción.
- f. Concentración de los reactivos.

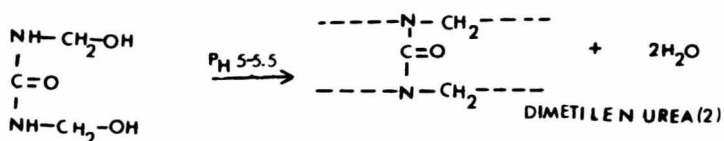
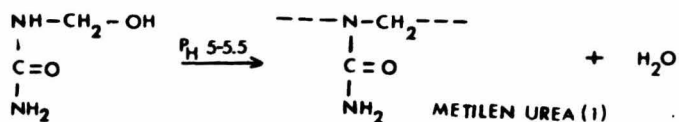
g. Presencia y proporción de líquidos no acuosos ----  
tales como alcohol en la mezcla de reacción.

Entre la variedad de productos en que se pueden clasificar las resinas amino se encuentran las resinas de urea-formaldehído y melamina-formaldehído esterificada con butano o isobutano. Este trabajo está enfocado en este tipo de resinas -- para la resolución del problema que se presenta en la eliminación de agua durante la esterificación del producto.

I.4 RESINAS DE UREA-FORMALDEHIDO. En general para la preparación de resinas de urea-formaldehído, la relación de formaldehído a urea es de 1.5 : 1 y los valores del pH se mantienen por lo general en un intervalo de 7 a 8. Un primer paso de -- reacción de estas resinas de urea-formaldehído implica la formación de derivados metilol tal como la monometilol y la dimetilol urea. Este tipo de reacción es referido como reacción de adición metilolación ó hidroximetilación y se puede ilustrar como el siguiente ejemplo:



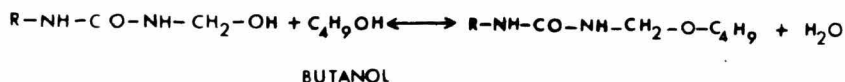
En el segundo paso la reacción se lleva en condiciones ácidas para completar la polimerización final del producto, no se puede definir exactamente las estructuras lineales o ramificadas de polimerización debido a la complejidad de la reacción, se puede considerar, sin embargo, que existen dos tipos de estructuras la metilen urea (I) y la dimetilen urea(2) son consideradas como aceptables unidades repetitivas y se obtienen de la condensación del producto bajo condiciones ácidas como se ilustra en la siguiente reacción



Las resinas de urea-formaldehído que se utilizan para recubrimiento son preparadas por alquilación de la metilol urea en presencia de exceso de alcoholes monohídricos y catalizadas por un ácido fuerte. El butanol es el alcohol más comúnmente empleado. La alquilación de la metilol urea usualmente no se lleva a cabo por completo. Una variedad de resinas, variando en el tamaño del polímero y grado de alquilación de los grupos metilol,-

son fabricados para diferentes usos en recubrimientos.

Una mezcla de metilol urea y butanol en presencia---  
de ácido fuerte y agua puede ser representada por la siguiente-  
reacción en equilibrio:



En presencia de exceso de butanol y por la continúa--  
eliminación del agua, el equilibrio de la reacción se rompe ha-  
cia la derecha. Las resinas de urea butiladas son solubles en -  
butanol o en mezclas de butanol con xilol o toluol.

En general la reacción de melamina con formaldehido -  
es similar en muchos aspectos a la química de las resinas de --  
urea-formaldehido, principalmente la que se lleva a cabo la es--  
terificación con butanol.

II. O B J E T I V O S .

## II.- O B J E T I V O S .

El proposito de esta tesis es el de encontrar un metodo más factible, para resolver el problema de la eliminación de agua y recuperación de alcohol butílico en la producción de resinas amino solubles en butanol.

Las metas de este proyecto son las de obtener una reducción de gastos en la producción de estas resinas amino contando para ello con dos columnas de rectificación que nos permita separar eficientemente el alcohol butílico del agua, y con eso evitar la recirculación usual del alcohol humedo, y la pérdida del alcohol que arrastra el agua al ser desechada.

Este nuevo metodo que implica un sistema de recuperación de dos columnas provee la recirculación inmediata al proceso de alcohol butílico libre de agua y la completa eliminación de agua sin ninguna pérdida de alcohol. La recuperación del alcohol se efectúa simultaneamente con la producción de la resina.

El diseño del equipo para este sistema estará basado en los equipos que se usan actualmente. Un sistema de instalación moderno para la producción de resinas amino solubles en butanol, estando ya en operación, equipo de condensación y decantación, instrumentación y tanques de almacenamiento adjunto para una mayor facilidad de descarga del condensado.

El diseño del sistema estará basado en la recuperación del alcohol butílico normal o alcohol isobutílico quedan---

do definido que los alcoholes menores o mayores deben ser omitidos del diseño específico, N-butanol e isobutanol cubrirán más del 90 % del volumen de producción.

III. INVESTIGACION PREVIA .



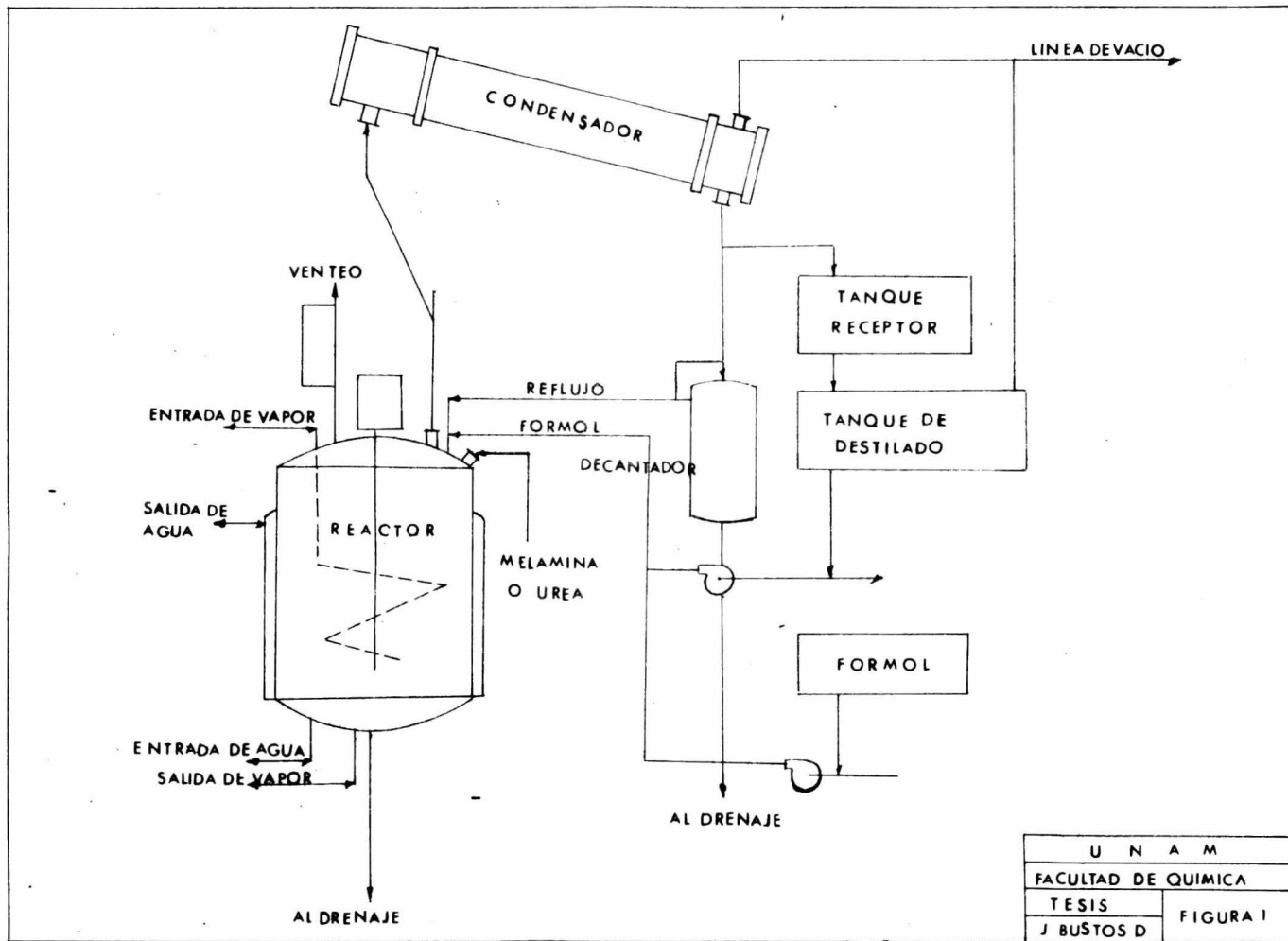
### III. INVESTIGACION PREVIA .

Resumen de las varias técnicas usadas para eliminar -- agua y conservar alcohol en la producción de resinas amino solubles en alcohol.

Entre la serie de problemas que se presentan durante la producción de resinas amino solubles en alcohol uno de los mas graves ha sido la correcta eliminación del agua durante la esterificación del producto del sistema mutuamente soluble entre el alcohol y el agua, y la recuperación ó conservación del alcohol. Existen tres sistemas básicos que han hido evolucionando para la resolución de este problema y que se puede resumir -- como sigue:

I.- Durante la esterificación del producto en la fabricación de resinas amino con butanol los primeros procesos para la producción de estas resinas solubles en alcohol estuvieron -- basadas en una simple eliminación del destilado, butanol y agua, a recipientes de los cuales la capa de agua fué más tarde drenada y desperdiciada conteniendo cerca del 10% de butanol, en tanto que la capa de butanol conteniendo el 20% de agua disuelta -- fué utilizada en procesos posteriores de este mismo tipo de resinas ó llevado a columnas de destilación para la recuperación del butanol puro. Este sistema no aplico el uso de decantadores que nos permitieran recircular el butanol humedo al mismo proceso que lo produjo.

Esto tenia como consecuencia la acumulación del tanque de al



U N A M	
FACULTAD DE QUIMICA	
TESIS	FIGURA I
J BUÏSTOS D	

macenamiento del alcohol humedo durante los varios procesos efectuados.

2.- Considerables progresos se hicieron cuando se lograron utilizar un sistema de recirculación y decantación en el proceso. Esto hizo posible la eficiente separación por medio del decantador de la fase butanol y la fase agua, que al mismo tiempo podía ser recirculada directamente al reactor, mientras que la fase acuosa era eliminada del sistema. Aunque esto simplificó algo del problema del almacenamiento del alcohol, persistía el problema de la recirculación infinita del agua disuelta en la fase butanol durante su recirculación y la pérdida del 10% del butanol al ser arrojada el agua al drenaje. La fig. No. I nos muestra el diagrama de flujo de este sistema.

3.- Existe un tercer metodo para la reducción de la cantidad de agua manipulada en tal producción de este tipo de resinas. Este implica la substitución usual de la solución diluida de formaldehido o el uso de soluciones concentradas de butanol o isobutanol con formaldehido conocidas comercialmente con el nombre de formacel. Así una parte considerable del agua que es manejada durante la producción de este tipo de resinas se reduce, siendo necesario eliminar solamente el agua resultante de la reacción misma. El costo de soluciones de este tipo no re-

sulta económicamente satisfactorio y no puede ser considerada-- una buena alternativa sobre todo en compañías que producen su propio formaldehído y en donde volúmenes razonablemente altos - de resinas amino son producidas.

Un cuarto sistema es aquel que implica la instalación de un sistema de dos columnas de rectificación para la resolución del problema de separación del agua y recuperación del butanol y el cual es objetivo de esta tesis.

IV. ADAPTACION DE EQUIPO.

4.1 ADAPTACION DEL EQUIPO.

4.2 DESCRIPCION DEL PROCESO.

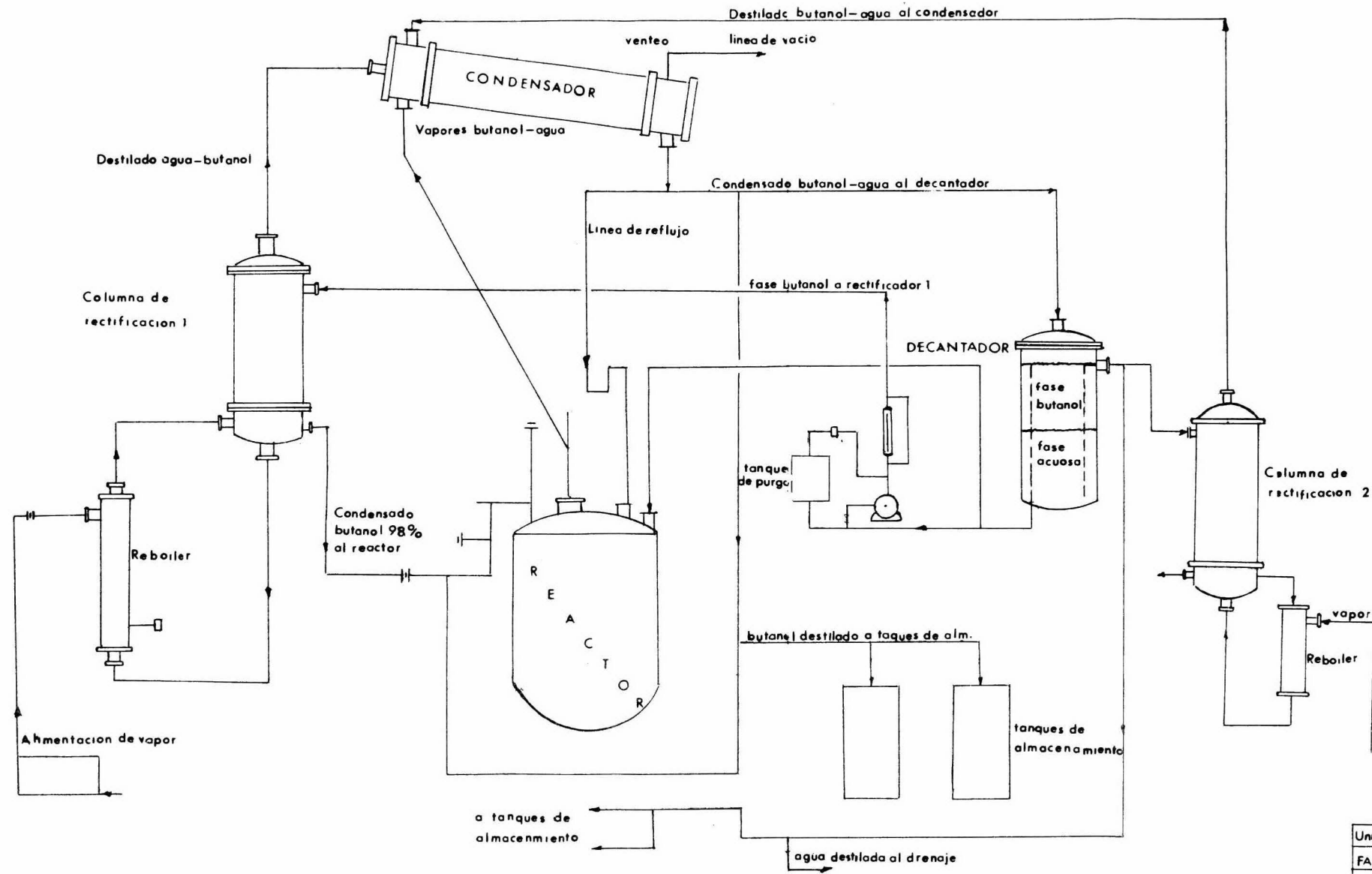
#### IV. ADAPTACION DE EQUIPO.

4.I ADAPTACION DE EQUIPO.- La adaptación del equipo utilizado para la recuperación de alcohol butílico en la producción de resinas amino estará basado de acuerdo a el equipo de producción existente. Esto es se incorporará un sistema de recuperación de alcohol en la instalación del sistema en operación, incluyendo el sistema de condensación, decantación e instrumentación. El diseño de este sistema de columnas de rectificación estará basado en la recuperación de alcohol butílico e isobutílico del agua. La recuperación de alcohol más pesado será omitido del sistema específico. Todas la superficies del equipo en contacto con el producto reaccionante deberá ser hecho de acero inoxidable ó vidrio.

El diagrama de flujo en la fig. 2 nos muestra la combinación final de ambos sistemas, el viejo sistema de recuperación de alcohol por la recirculación del mismo a través del decantador directo a el reactor y el nuevo sistema de adaptación de dos columnas de rectificación.

Este diagrama nos muestra en su nivel de elevación adecuada el sistema, siendo esto un factor importante para comprobar que solo un sistema de bombeo es necesario para recircular el alcohol puro proveniente de la primera columna de rectificación. El sistema será de total control automático.

La adaptación de columnas de rectificación estará basado de acuerdo a la producción hora de butanol-agua duran-



te el ciclo de condensación en el proceso de producción de una resina de urea-formaldehído butilada. La producción de resinas de melamina-formaldehído es similar.

4.2 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO (USO DE LAS COLUMNAS DE RECTIFICACIÓN).- El formaldehído al 37 % en solución acuosa es cargado al reactor donde se ajusta a un  $P_H$  alcalino utilizando amoníaco. La urea es adicionada en una relación molar de 2:1 formaldehído urea. La masa reaccionante se calienta a una temperatura de 50-60°C donde se mantiene por 1 hr. 15 min. tiempo durante el cual el primer paso de la reacción se lleva a cabo por la formación de grupos metilol (reacción de adición ó metilolación). Un segundo paso de la reacción será la -- formación de unidades monoméricas por la unión de puentes metilol por condensación de agua, la cual una parte es eliminada por destilación a presión atmosférica. El término de este segundo paso, estará determinado por el incremento de viscosidad del producto por la continua eliminación de agua.

Inmediato a este paso viene la esterificación del producto por la adición de *n*-butanol, la polimerización final del producto es llevada adecuadamente a temperaturas de 90 a 118°C y por adición de ácido fosfórico en pequeña proporción para bajar el  $P_H$  a condiciones ácidas de 5-5.5 que favorece la esterificación del producto.



Durante la esterificación el agua es continuamente eliminada a través del condensador, manteniendo el proceso a temperaturas de  $90-118^{\circ}\text{C}$  (subiendo la temperatura gradualmente) esto provoca la formación de la mezcla butanol-agua debido a la miscibilidad de ambos componentes a esa temperatura, esta mezcla es llevada, como se dijo anteriormente, a través del condensador en su punto de ebullición, donde al condensar los vapores la miscibilidad de ambos componentes se rompe parcialmente al depositarse el flujo de la mezcla en el decantador a baja temperatura ( $25^{\circ}\text{C}$ ).

En el decantador habrá la formación de dos capas, una inferior de agua la cual contiene un 10 % de butanol y la segunda capa de butanol que se deposita en la parte superior conteniendo un 20 % de agua.

La capa de butanol es bombeada a la parte superior de la primera columna de rectificación donde la mezcla de butanol-agua es distribuida por la tapa superior por medio de un anillo de toberas a una temperatura de  $25-30^{\circ}\text{C}$  Esta mezcla es distribuida a través de la torre donde es llevada a su punto de ebullición. El equilibrio butanol-agua se rompe a lo largo de la torre obteniendo, como condensado, el componente de más bajo punto de ebullición en este caso el agua ( $92^{\circ}\text{C}$ ). Para mantener el equilibrio vapor-líquido entre estos componentes se utiliza un pequeño reboiler que mantiene en ebullición la mezcla butanol-agua. Como el máximo calentamiento se alcan

za en la parte inferior de la torre, el butanól que tiene un punto de ebullición de  $115^{\circ}\text{C}$  se recupera como residuo con 98% de pureza el cual se recircula por gravedad nuevamente al reactor para su continuo proceso.

La capa más rica de agua del decantador se manda a la tapa del rectificador número dos. Utilizando como medio de calentamiento igualmente un reboiler el producto residual de composición tan cercana a el agua pura es obtenida. En tanto que como producto condensado una mezcla de butanol con bajas concentraciones de agua (2 %) es recirculada nuevamente al condensador, consecuentemente un condensador común es usado en ambas torres.

Una vez eliminada el agua en su totalidad utilizando el sistema de columnas de rectificación el producto es llevado a la viscosidad deseada por destilación con vacío del butanól sobrante, el cual es recuperado para posteriores procesos.

V. CALCULOS DE COLUMNAS DE RECTIFICACION.

5.1 DESTILACION.

5.2 MEZCLAS AZEOTROPICAS.

5.3 CALCULOS.

## V. CALCULOS DE COLUMNAS DE RECTIFICACION.

5.1 DESTILACION.- La diferencia de composición en el equilibrio entre las fases de vapor y del líquido pueden utilizarse para separar determinados componentes ó mezclas de estos. El equipo industrial diseñado para las operaciones de transferencia vapor+líquido se elabora de modo que sea posible el íntimo contacto entre ambas fases, así como su separación y manipulación posteriores. En los aparatos los vapores burbujan por una fase líquida continua, las gotas del líquido pueden caer en el seno de una fase de vapor continua y se pueden establecer una amplia superficie de contacto entre las dos fases.

Diversos autores definen esta operación unitaria dando su particular punto de vista o enfoque, así podemos ver que:

Brown, específicamente define a la destilación como la operación de separar los vapores desprendidos por los líquidos al calentarlos en una retorta ó alambique y condensarlos de nuevo, comprende por lo tanto la evaporación y la condensación.

Van Winkle conceptúa a la destilación como la operación unitaria utilizada para la evaporación de una serie de componentes por medio de la diferencia de volatilidades que existen entre ellos y es esencial que en este proceso exista un contacto íntimo entre la fase líquida y la fase de vapor.

Oconnor y Tojo entienden con el nombre de destilación

a la separación de los componentes de una mezcla líquida por vaporización de ella, de tal manera que la composición del vapor obtenida sea distinta de la composición del líquido residual.

De las anteriores definiciones podemos extraer las siguientes características de este método de separación:

A. Existe una relación íntima entre la transferencia de calor y la transferencia de masa.

B. La evaporación ó condensación de las sustancias que componen la mezcla nos hace hablar de calores latentes de vaporización y algunas veces de calores de solución.

C. A la destilación le concierne la separación de soluciones donde la volatilidad de los componentes es apreciable.

D. En vez de introducir una nueva sustancia dentro de la mezcla para dar origen a una segunda fase como el caso de la absorción, la nueva fase es creada de la solución original ya sea por vaporización ó condensación.

Para separar los componentes de una mezcla líquida por destilación, es condición necesaria el conocimiento de las relaciones de equilibrio entre ambas fases para la resolución analítica de los problemas y equipos presentados al momento de destilar.

Hay cuatro variables: La presión, la temperatura y la concentración del componente A en la fase líquida y en la

gaseosa. Si la presión es constante, entonces solo una variable podemos fijar quedando las otras dos como variables dependientes. Así fijamos la concentración en la fase líquida entonces la temperatura y la concentración en la fase gaseosa depende de las variables fijadas con anterioridad en que son presentadas en los diagramas de ebullición.

Existen también los diagramas de equilibrio que representan las composiciones del líquido frente a las de vapor a la temperatura de equilibrio y a la presión total constante.

Para lograr el íntimo contacto necesario entre las fases líquida y de vapor, interesa que la superficie y el tiempo de contacto sean suficientes. En la práctica este contacto se logra con dos dispositivos diferentes: La columna de platos que retiene el líquido a través del cual se ve obligado a pasar el vapor y el de las columnas ó torres empacadas sobre el cual se basó el diseño de nuestra adaptación de equipo para separar el butanol del agua.

La columna de rectificación empacada ó de relleno consiste en un cilindro vertical cargado con un cierto tipo de material a los que denominamos empaques ó cuerpos de relleno, de ahí el nombre de nuestras columnas. Este material produce el contacto íntimo entre el líquido y su vapor al desplazarse el líquido que es dispersado en forma de pequeñas gotas y escurre hacia abajo por el lecho empacado.

El material de relleno esta soportado sobre un enrejado ó parrilla, situado en el fondo de la torre. El líquido se carga por la parte superior del material de relleno, mediante una placa distribuidora (placa perforada) y el vapor se introduce por debajo del enrejado que sostiene el empaque.

Las ventajas del flujo a contracorriente y conductos multiples se consiguen en este tipo de columnas.

Este tipo de torres se usan en corrientes que tienen puntos de ebullición muy cercanos, con demasiadas etapas de equilibrio; poca retención de líquidos como la destilación de materiales termosensibles, de corriente muy corrosiva se logran cuando se destilan materiales de muy alta viscosidad y cuando la caída de presión es muy baja.

La velocidad de transferencia de masa depende del contacto superficial entre el líquido y el vapor, esta velocidad se puede aumentar con ciertos accesorios como toberas u otros accesorios, pues el líquido es introducido en forma de pequeñas partículas que preferentemente son turbulentas, mientras que el gas corre hacia arriba por los orificios de los empaques.

5.2 MEZCLAS AZEOTROPICAS.- Aunque en la mayoría de los sistemas binarios uno de los componentes es más volátil que el otro en el rango de composición completo, existen algunos sistemas donde un componente es más volátil solamente -

en una parte del rango de composición. Dos sistemas son mostrados en la fig. 3 acetato de etilo - etanol y cloroformo - acetona. En este último caso por ejemplo, el cloroformo es menos volátil que la acetona arriba del 66 % de concentración del cloroformo; más allá de esta concentración, el cloroformo es más volátil. En el punto de concentración del 66 % ambos componentes tienen la misma volatilidad; esto es la composición del vapor y del líquido son idénticos. Mezclas en las cuales es posible la volatilidad sea reversible son conocidas como mezclas azeótropicas, y la composición sobre la cual se toman como reversibles es la composición en donde la concentración del líquido y el vapor son iguales llamada composición azeotrópica, ó simplemente el azeótropo. El líquido azeotrópico puede consistir de una sola fase ó de dos fases inmiscibles. En el primer caso el azeótropo es homogéneo mientras que en el último caso es heterogéneo.

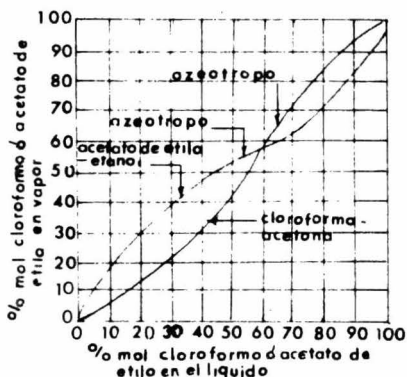


Fig. No 3



Los dos azeotropos mostrados en la fig. 3 ambos son homogeneos. La presencia de un azeotropo frecuentemente previene, a una mezcla binaria, cuando esta siendo separado en dos -- productos esencialmente puros. Los azeotropos pueden ser de ebullición máxima ó mínima a una presión total dada. Esto es sus puntos de ebullición pueden ser menores ó más grandes que el punto de ebullición de los componentes puros. Esto se muestra en las figs. 4 y 5 para los mismos sistemas mostrados en la fig. 3

Para los sistemas en los cuales forman azeotropos homogeneos pero en los cuales la curva de vapor-presión no se cruza

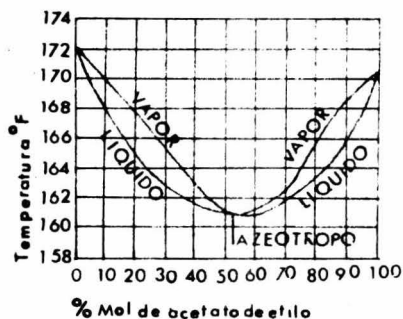


FIGURA 4

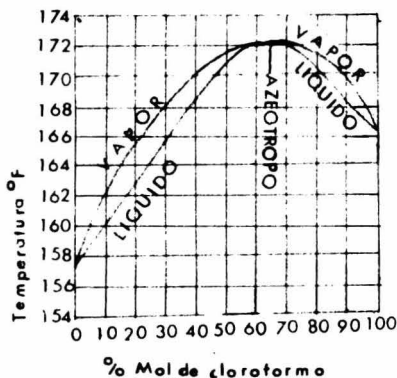


FIGURA 5

za, el azeotropo será de ebullición mínima si los coeficientes de actividad son mayores que la unidad y los azeotropos serán de ebullición máxima si los coeficientes de actividad son menores que la unidad.

Los principios de coeficiente de actividad pueden - ser usados para predecir la variación de composición azeotrópica con presión y temperatura.

Azeotropos heterogeneos; todos los líquidos de dos fases en el punto de ebullición forman un azeotropo heterogeneo. En este caso solo los limites de solubilidad son conocidos. Consideremos por ejemplo el sistema n-butanol-agua mostrado en la fig. 6, la composición del líquido entre 0 y 3 % en mol de butanol y entre 40 y 100 % en mol de líquido es homogéneo (una sola fase). Pero cualquier composición del líquido en ebullición entre 3 y 40 % en mol de butanol se rompe en dos fases, la composición entre las cuales se encuentra el 3 y 40 % en mol.

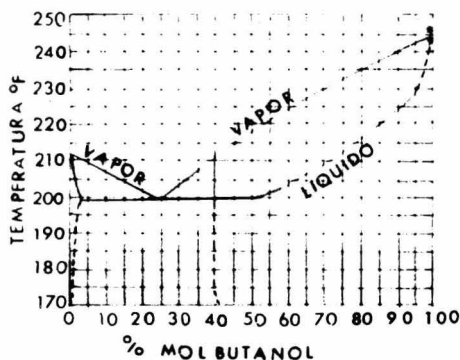


FIGURA 6

Las cantidades relativas de las capas varían de--- dependiendo de la composición total, pero la capa de composi----

ción en equilibrio están siempre entre 3 y 40 % en mol. El diagrama indica que el 25 % en mol del butanol forma un azeotrópo heterogéneo; esto es, una condición existe donde las composiciones del vapor y el líquido son iguales. Actualmente, -- por supuesto, aunque la fase líquida puede tener una composición total del 25 % en mol de butanol, consiste en separar -- las capas de composición del 3 al 40 % en mol. Despreciando las cantidades relativas de las dos capas líquidas presentes, la composición del vapor en el equilibrio siempre es del 25 % de butanol.

Mezclas azeotrópicas de ebullición máxima y mínima de los tipos mostrados pueden ser separados por los métodos normales de cálculo como McCabe-Thiele y Ponchon-Savarit, excepto que será imposible obtener dos productos de composiciones los cuales puedan caer sobre lados opuestos de la composición azeotrópica. En la rectificación de azeotrópos de ebullición mínima, por ejemplo, el producto destilado puede ser tan cercano a la composición azeotrópica como se desee. Pero el producto residual será más rico en A o en B dependiendo que la alimentación sea más rica o menos que la mezcla azeotrópica. En el caso de mezclas de ebullición máxima, el producto residual será siempre aproximado a la composición azeotrópica. Estas mezclas pueden algunas veces ser separados completamente por adición de una tercera sustancia.

Mezclas insolubles las cuales forman azeotrópos de -

dos fases líquidas pueden ser, sin embargo, completamente se--  
 paradas aprovechando el uso de dos rectificadores. Esto de--  
 pende del factor que lo condensado del destilado forme dos so-  
 luciones líquidas sobre lados opuestos a la composición azeotró-  
 pica. Consideremos la separación de la mezcla cuyo diagrama de-  
 equilibrio vapor-líquido es mostrado en la fig-7 donde la ali-  
 mentación tiene la composición  $Z_F$  y los límites de solubilidad-  
 son  $X_{RI}$  y  $X_{BII}$  en el punto de ebullición. Si la alimentación --  
 se introduce dentro del rectificador I de la fig. 8 es evidente  
 que el producto residual de composición  $X_{WI}$  puede ser tan cerca-  
 namente a B puro como se desee. La sección de enriquecimiento-  
 puede contener suficientes etapas para producir vapor aprove- -  
 chando la composición M tal como el vapor  $Y_{DI}$  Este vapor cuando  
 condensa totalmente a la mezcla K en su punto de ebullición for-  
 ma dos líquidos insolubles de composición  $X_{RI}$  y  $X_{RII}$  el cual --  
 puede ser decantado como se muestra. La capa que es más rica en  
 B es recirculada a la tapa de la columna I como reflujo. La lí-  
 nea de operación de enriquecimiento para la columna I luego pa-  
 sa a través del punto  $Y=Y_{DI}$ ,  $X=X_{RI}$  como se muestra en la fig. -  
 8 y su pendiente será la relación líquido/vapor en la sección -  
 de enriquecimiento.

La capa más rica en A del decantador fig. 8 se manda-  
 a la tapa del rectificador II la cual contiene una sola sec- --  
 ción de estripping ó agotamiento. Es evidente que la fig 8 que-  
 el producto residual de composición  $X_{WII}$  puede ser tan cercana-

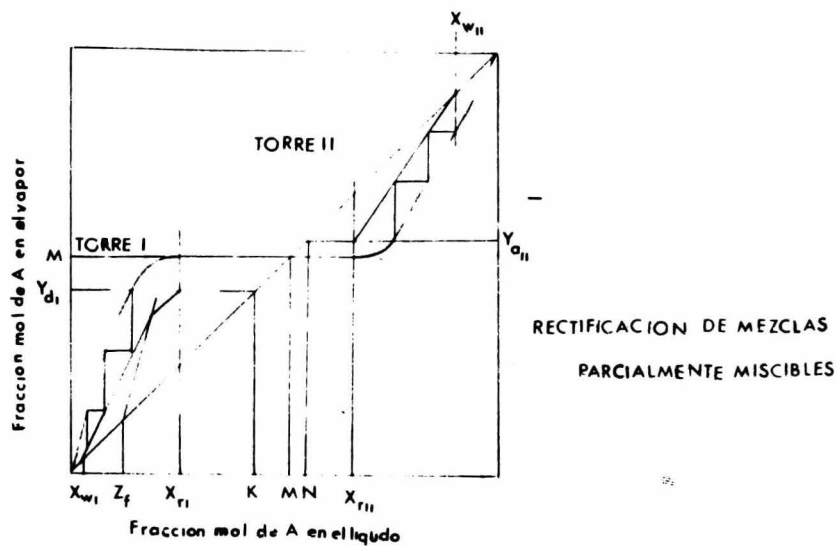
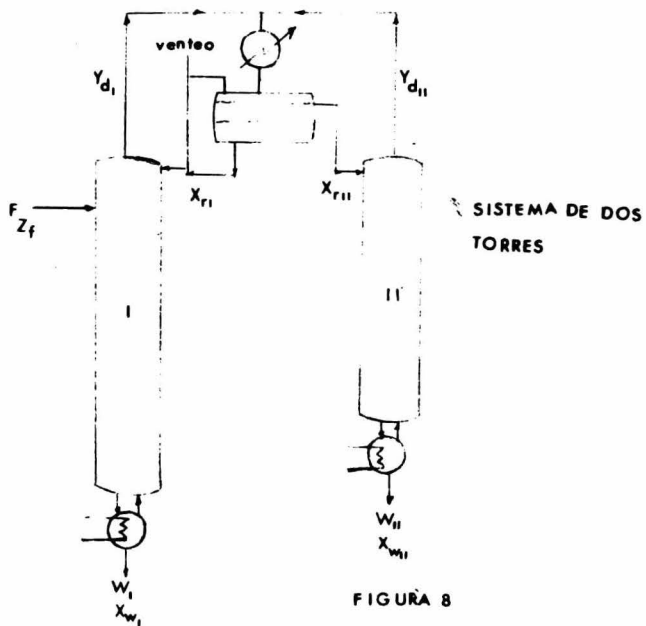


FIGURA 7



mente a A puro como se desee. El vapor total de la torre II -- será de composición  $Y_{DII}$  el cual cuando condensa totalmente como mezcla N, produce los dos mismos líquidos insolubles como el primer destilado, consecuentemente un condensador común puede ser usado para las dos torres.

Aprovechando estos dos conceptos de destilación de compuestos azotrópicos se procedió hacer el cálculo de las torres de rectificación para la separación del azeotrópo n-butanol-agua. Las composiciones que se tomaron para estos cálculos fueron los reales producidos en un batch de producción de una resina de urea-formaldehído butilada.

### 5.3 CALCULOS.

Capacidad del reactor: 25,000 lb

Alimentación a el reactor:

Formaldehído al 37 %	6,900 lb
amoníaco	300 lb
urea	2,000 lb
n-butanól	12,000 lb

El formaldehído al 37 % en solución acuosa se carga al reactor donde se ajusta a un  $P_H$  alcalino con amoníaco. La urea es adicionada y se da calentamiento para subir temperatura a 50-60°C donde se mantiene por 1 hr 15 min, el primer paso de la reacción es llevada a cabo por la formación de grupos me

tilol y dimetilol urea. Despues de la eliminación del agua por destilación atmoférica y llevar el producto a viscosidad deseada viene la adición del n-butanól para la esterificación del producto bajo condiciones ácidas. La alimentación al tanque de cantador para la eliminación del agua de condensación en base de I hr es la siguiente:

Decantador: Alimentación

Fase butanol (capa superior)

n-butanól I,863 lb/hr

agua 437 lb/hr

Fase acuosa (capa inferior)

agua 820 lb/hr

n-butanol 154 lb/hr

Cálculo de la primera columna de rectificación:

Alimentación al decantador:

Fase butanól (capa superior)

Alimentación	lb/hr	% peso	P M
n-butanól	I,863	81 %	74
agua	437	I9 %	I8

Balance de materia:

Base I hr

componente más volatil: agua

Alimentación.  $F = 2,300 \text{ lb/hr}$

En lb mol/hr :

$$F = 2,300 \times 0.81/74 + 2,300 \times 0.19/18 = 49.4 \text{ lb mol/hr}$$

Fracción mol del componente A (agua) en la alimentación:

$$Z_F = 24.2/49.4 = 0.49$$

Peso molecular promedio en la alimentación:

$$M_{\text{avf}} = 2,300 \text{ lb/hr} / 49.4 \text{ lb mol/hr} = 47 \text{ lb/lb mol}$$

Deseamos en el residuo el 2 % de A

Fracción mol de agua en el residuo:

$$X_W = \frac{2}{18} / \frac{2}{18} + \frac{98}{74} = 0.078$$

Peso molecular promedio en el residuo:

$$M_{\text{avr}} = 100/1.431 = 70 \text{ lb/lb mol}$$

En el destilado como se había establecido este valor lo tenemos en los límites de solubilidad de la curva de -- equilibrio butanól-agua, tenemos:

Fracción mol del agua en el destilado:

$$X_D = 0.57$$

Balance de materiales:

$$F = D + W \quad (\text{I})$$

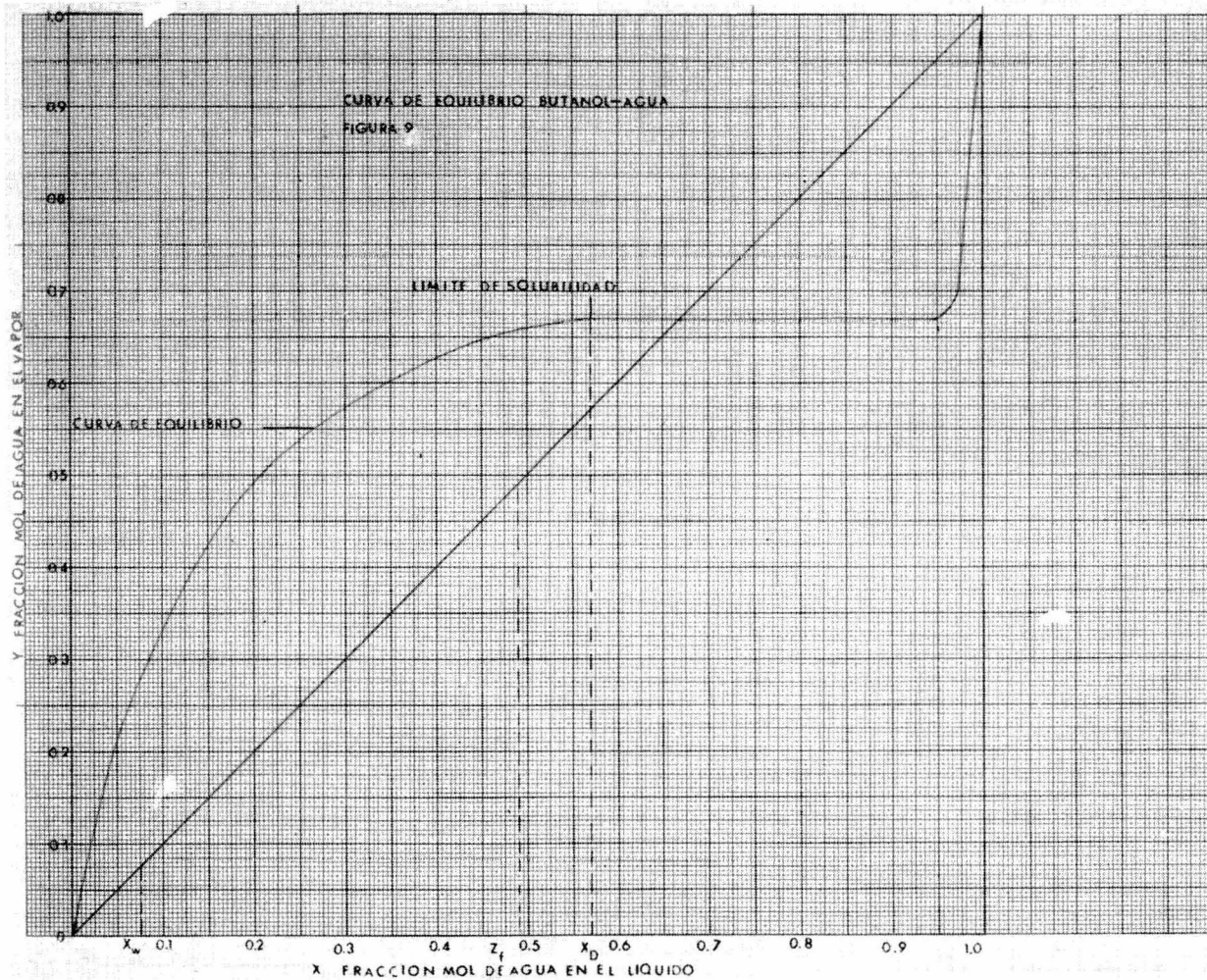
$$FX_F = Dx_D + WX_W \quad (\text{II})$$

substituyendo valores:

$$49.4 = D + W \quad (\text{I})$$

$$49.4 \times 0.49 = 0.57 \times D + 0.078 \times W \quad (\text{II})$$





Resolviendo simultaneamente (I) y (II) tenemos:

$$W = 7.94 \text{ lb mol/hr}$$

$$D = 41.46 \text{ lb mol/hr}$$

convirtiendo a lb/hr

$$W = 555 \text{ lb/hr}$$

$$D = 1,745 \text{ lb/hr}$$

El peso molecular promedio en el destilado será:

$$M_{\text{avd}} = 1,745 / 41.46 = 42.43 \text{ lb/lb mol}$$

Balance de energía:

Alimentación : Temperatura de entrada al rectificador

$$77^{\circ}\text{F} = 25^{\circ}\text{C}$$

Destilado: Líquido en su temperatura de burbuja.

Sobre el diagrama de temperatura contra X,Y (fracción --- mol de líquido-vapor para el sistema butanol-agua) en el Perry pag. 13.12 cuarta edición, el punto de burbuja de la alimentación a 0.49 (fracción mol del agua) es de ---  $200^{\circ}\text{F}$  y su punto de rocío es de  $218^{\circ}\text{F}$

Entonces el calor latente en su punto de rocío a  $218^{\circ}\text{F}$  para butanol y agua es:

$$\lambda_{\text{butanol}} = 252 \text{ BTU/lb}$$

$$\lambda_{\text{agua}} = 965 \text{ BTU/lb}$$

Que son datos obtenidos de International Critical Table.

El calor específico de los componentes en su temperatura de burbuja ( $200^{\circ}\text{F}$ ) del Perry pag. 3.126

$$C_{pB} = 0.841 \text{ BTU/lb } ^\circ\text{F} = 62 \text{ BTU/lb mol } ^\circ\text{F}$$

$$C_{pA} = 1 \text{ BTU/lb } ^\circ\text{F} = 18 \text{ BTU/lb mol } ^\circ\text{F}$$

De estos datos el calor específico de solución es:

$$C_{psol} = C_{pB} \times X_B + C_{pA} \times X_A$$

Substituyendo valores:

$$C_{psol} = 62 \times 0.51 + 18 \times 0.49$$

$$C_{psol} = 40.54 \text{ BTU/lb mol } ^\circ\text{F}$$

Integrando calores de solución como en el metodo de McCabe-Thiele la entalpia de alimentación a  $200^\circ\text{F}$  (punto de burbuja) referido a  $77^\circ\text{F}$  (temperatura de alimentación) -- es:

$$H_L = C_{psol}(t_1 - t_0) = 40.54(200 - 77) = 4986 \text{ BTU/lb mol}$$

La entalpia de vapor saturado a  $200^\circ\text{F}$  referida al líquido a  $77^\circ\text{F}$  es:

$$H_G = H_L + 0.49(\lambda_B M_B + 0.51(\lambda_A M_A))$$

$$H_G = 4986 + 0.49(252 \times 74) + 0.51(965 \times 18)$$

$$H_G = 4986 + 9147 + 8890$$

$$H_G = 23022 \text{ BTU/lb mol}$$

La pendiente de la linea de operación es:

q = Calor para convertir a vapor saturado/calor de vap.

$$q = H_G - H_F / H_G - H_L$$

$$q = 23,022 / 23.022 - 4,986$$

$$q = 1.45$$

Entonces:

$$q / q - I = 1.45 / 1.45 - I = 3.2$$

$$\text{Pendiente de la línea } q = 73^\circ$$

Sobre la curva de equilibrio butanol-agua trazamos nuestra pendiente  $q$  a partir del punto de alimentación  $Z_f$  sobre la diagonal de  $45^\circ$ . La pendiente de la línea de operación estará dada a partir del punto de fracción mol del residuo  $X_w$  sobre la línea de  $45^\circ$  hasta la pendiente  $q$  en el punto  $X_D$  fracción mol del destilado. Ver gráfica N° 10

Con estos datos procederemos al cálculo del número de unidad de transferencia que estará dado por la siguiente ecuación:

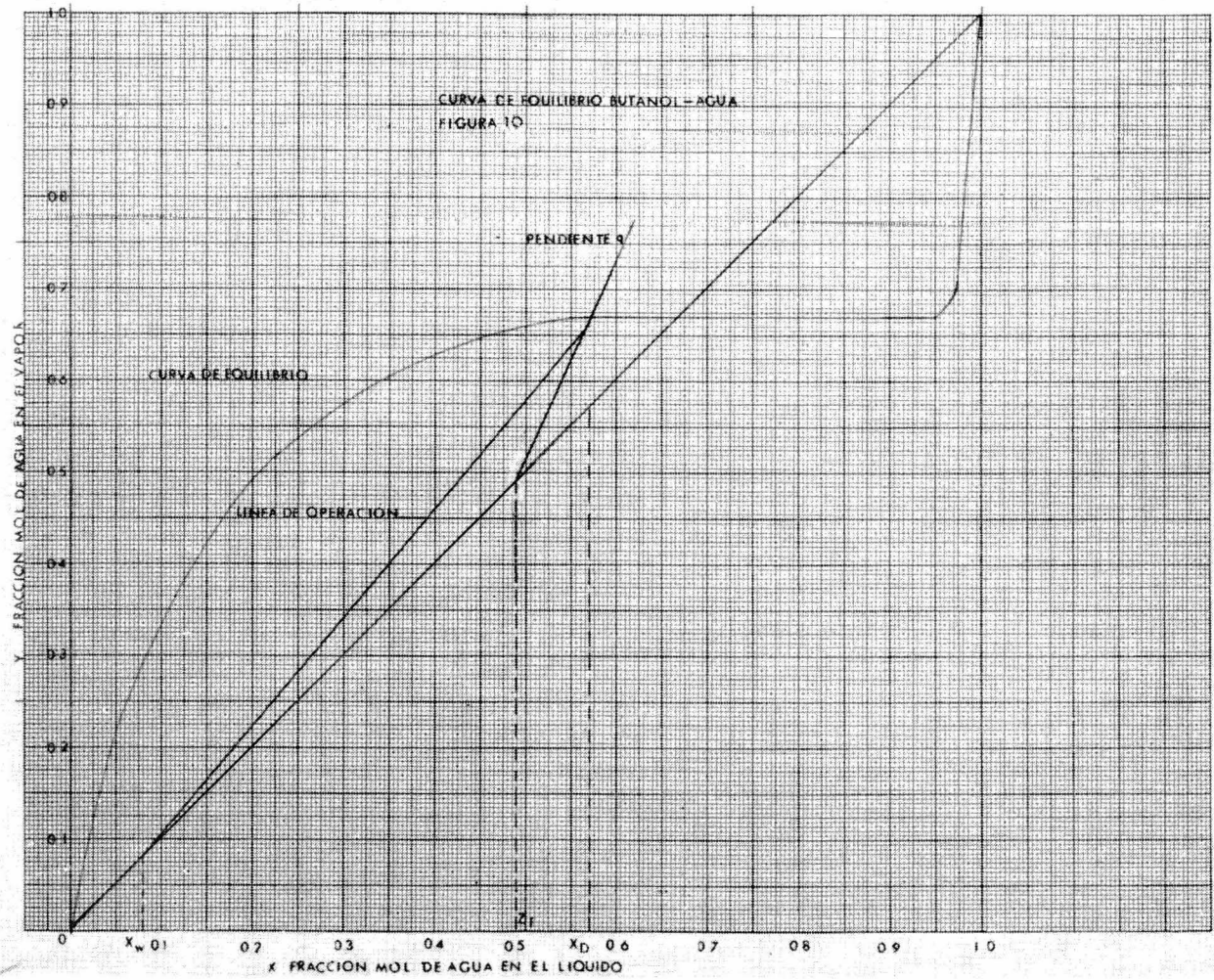
$$N_{OG} = \int_y^{y^+} \frac{dy}{y^+ - y}$$

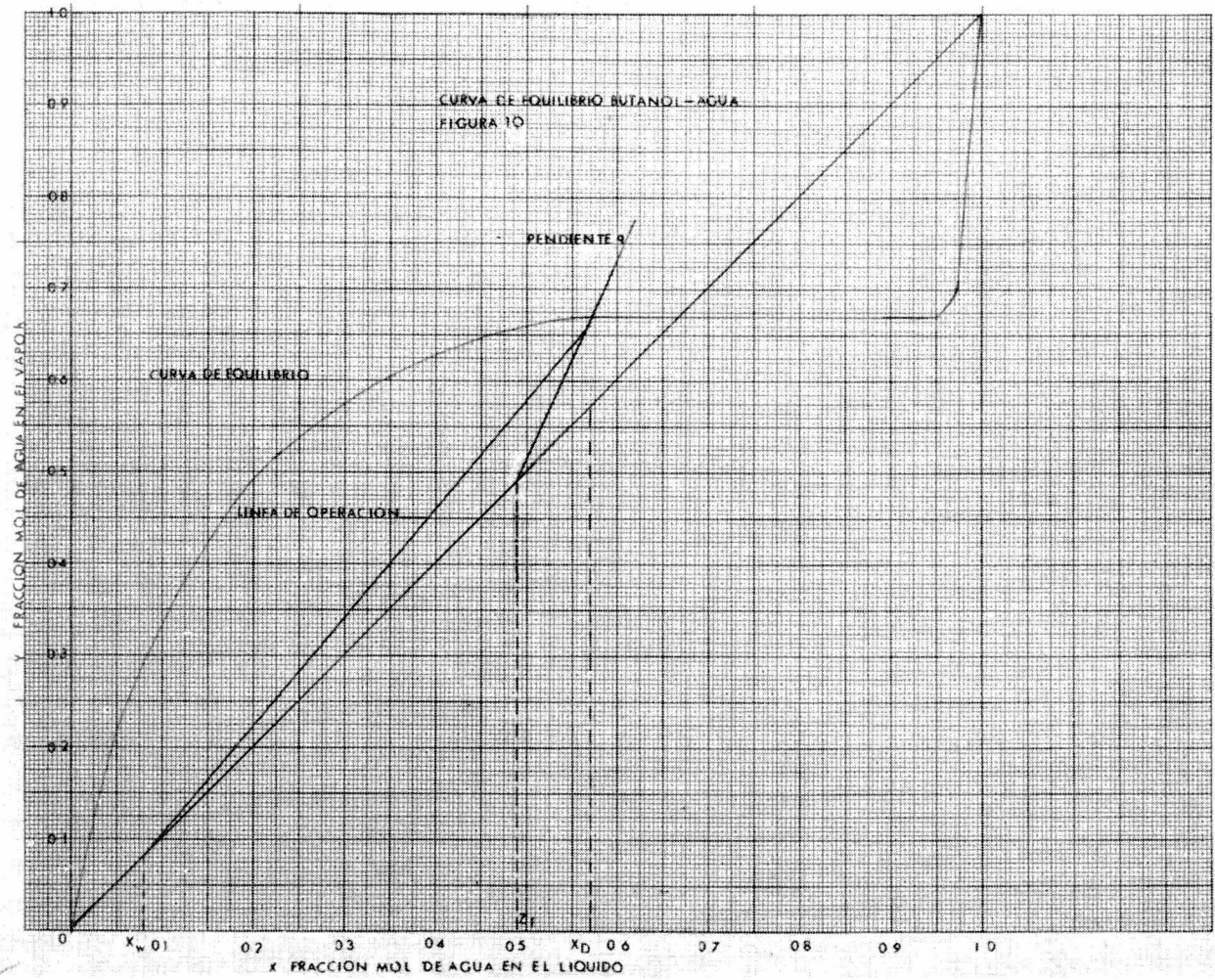
Donde:

$y$  = fracción mol del líquido en la curva de equilibrio

$y^+$  = fracción mol de líquido en su punto de equilibrio

Los datos que se obtuvieron fueron los siguientes:





Cálculo del número de unidad de transferencia:

$y$	$y^+$	$y^+ - y$	$I / y^+ - y$
0.65	0.67	0.020	50
0.61	0.665	0.055	18
0.55	0.65	0.100	10
0.50	0.64	0.140	7.14
0.45	0.62	0.170	5.88
0.40	0.60	0.200	5.00
0.35	0.575	0.225	4.44
0.30	0.55	0.250	4.00
0.25	0.512	0.262	3.81
0.20	0.47	0.27	3.70
0.15	0.42	0.27	3.70
0.10	0.33	0.23	4.34

Graficando  $I / y^+ - y$  vs  $y$  en la gráfica N° el area bajo la curva nos da un valor de:

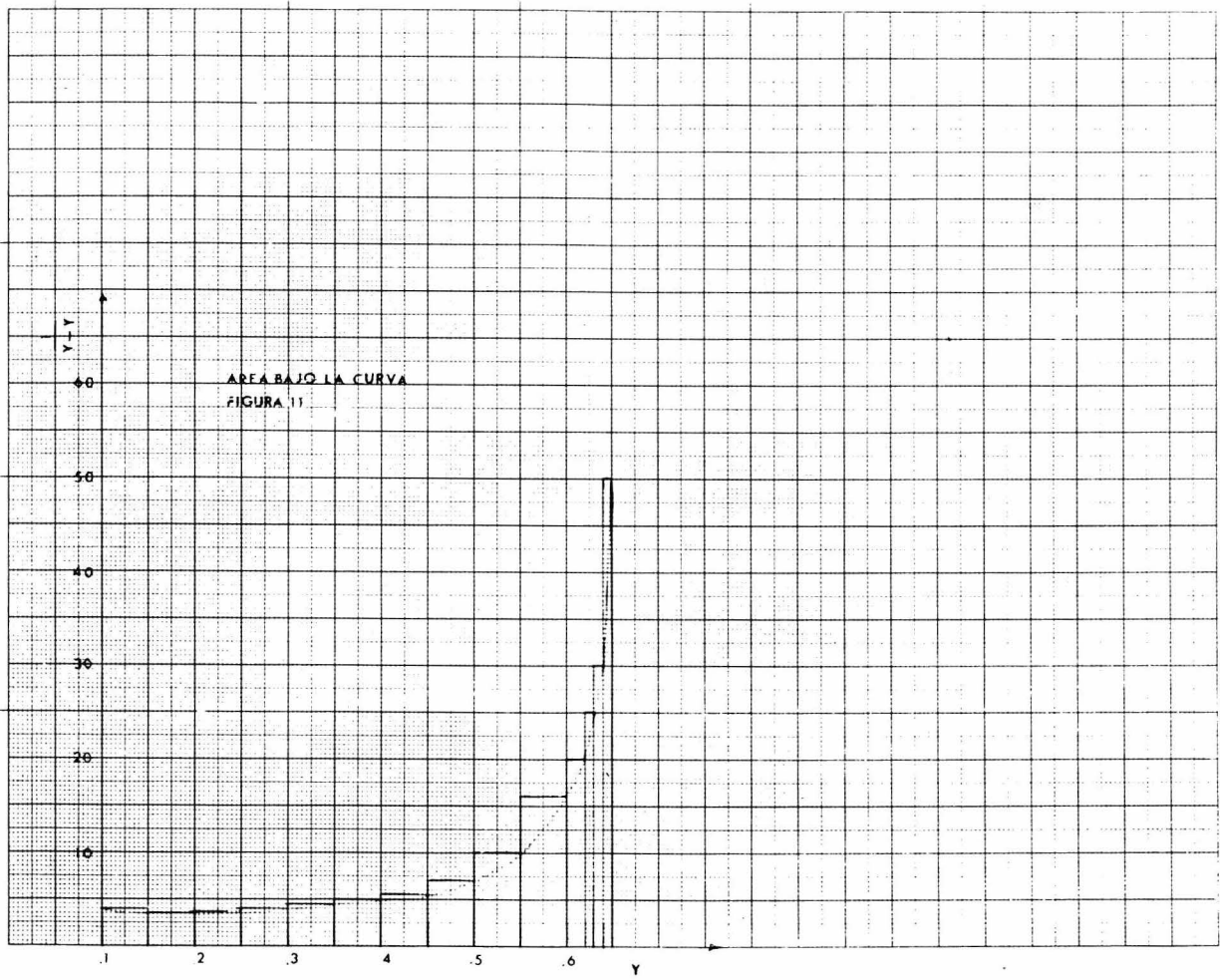
$$N_{OG} = 4.60$$

Cálculo del diametro de la torre:

Del balance de materiales para la velocidad de masa del líquido y el gas a través de la torre es:

$$\bar{L} = \bar{G} + W \quad (I)$$

$$\bar{L}X = \bar{G}Y + WK_w \quad (II)$$





De la curva de equilibrio tomamos los valores para X y Y

$$X = 0.5$$

$$Y = 0.578$$

Y los valores de W y  $X_w$

$$W = 7.94 \text{ lb mol/hr}$$

$$X_w = 0.078$$

Substituyendo en ecuaciones (I) y (II)

$$\bar{L} = \bar{G} + 7.94 \quad (\text{I})$$

$$\bar{L}(0.5) = \bar{G}(0.578) + 7.96(0.078) \quad (\text{II})$$

Resolviendo simultaneamente:

$$(\bar{G} + 7.94)0.5 = 0.578\bar{G} + 0.619$$

$$0.5\bar{G} - 0.578\bar{G} = 0.619 - 3.980$$

$$\bar{G} = 3.361/0.078 = 42 \text{ lb mol/hr}$$

$$\bar{L} = 49.9 \text{ lb mol/hr}$$

Las velocidades de masa del líquido y el gas en lb/hr --- son:

$$\bar{L} = 49.9 \text{ lb mol/hr} \times 70 \text{ lb/lb mol} = 3,493 \text{ lb/hr}$$

$$\bar{G} = 42.0 \text{ lb mol/hr} \times 42.3 \text{ lb/lb mol} = 1,776 \text{ lb/hr}$$

La densidad del gas y del líquido a  $244^\circ\text{F} = 118^\circ\text{C}$  es:

$$\rho_G = 1,776/42 \times 359 \cdot 492/460 + 244 = 0.082 \text{ lb/ft}^3$$

$$\rho_L = 62.4 \times 0.628 = 43.5 \text{ lb/ft}^3$$

De donde:

$$\frac{L}{G} \left( \frac{\rho_G}{\rho_L} \right)^{1/2} = 3,493/1,776 \cdot 0.082/43.5 = 0.0844$$

La velocidad de inundación para este valor de 0.084 ---  
lo correlacionamos bajo la curva de la fig. 6.26 de la  
pag. 160 del Treybal, y tenemos:

$$\frac{(G')^2 C_f (\mu_L)^{0.2} (\rho_w)}{g_c^2 \rho G^2 L} = 0.15$$

Despejando la velocidad de masa superficial del gas tenemos:

$$G' = \left[ \frac{0.15 (g_c^2 \rho G^2 L)^2}{C_f^2 \mu_L^{0.2} \rho_w} \right]^{1/2}$$

Para empaque de anillos raschig de 1 in que meteremos --  
en la torre los valores de las siguientes constantes --  
son:

$$C_f = 160$$

$$\mu_L = 1 \text{ cps}$$

$$\rho_w = 60.7$$

Substituyendo valores tenemos:

$$G' = \left[ \frac{0.15 \times 4.18 \times 10^8 \times 0.082 \times (43.2)^2}{160 \times (1.0)^{0.2} \times 60.7} \right]^{1/2}$$

$$G' = 9.89 \times 10^2 \text{ lb/hr ft}^2 = 989 \text{ lb/hr ft}^2$$

Para el 60 % de la velocidad de inundación:

$$G' = 989 \times 0.60 = 593 \text{ lb/hr ft}^2$$

Area de la torre:

$$\frac{1,776 \text{ lb/hr}}{593 \text{ lb/hr ft}^2} = 2.99 \text{ ft}^2$$

Diametro de la torre:

$$D = \left[ \frac{4 A}{\pi} \right]^{1/2} = 4 \times 2.99 / 3.1416^{0.5}$$

Diametro de la torre = 1.96 ft

Altura de unidad de transferencia:

Para el cálculo de la unidad de transferencia la siguiente ecuación fué usada:

$$H_{OG} = k G_M \quad (I)$$

Donde;

$H_{OG}$  = Altura de unidad de transferencia en la fase gas.

$k$  = Constante

$G_M$  = Velocidad de masa molar superficial del gas: lb/hr ft<sup>2</sup>

La constante  $k$  la obtenemos de la gráfica N<sup>o</sup> 4 correlacionandola de la ecuación (I) contra la siguiente ecuación:

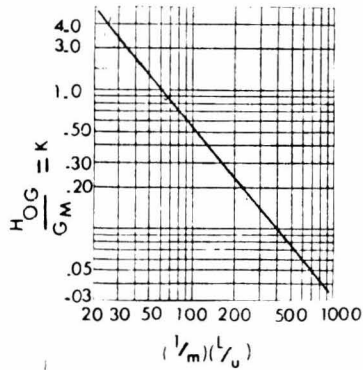
$$\left( \frac{I}{M} \right) \left( \frac{L}{\mu} \right)$$

Donde:

$n$  = pendiente de la curva de equilibrio promedio.

$L$  = Velocidad de masa del líquido : lb/hr ft<sup>2</sup>

$\mu$  = viscosidad del líquido = 2.29 lb/ft hr



Pendiente de la curva de equilibrio:

$$m = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1}$$

$$m_1 = \frac{0.35 - 0.28}{0.11 - 0.08} = 2.33$$

$$m_2 = \frac{0.44 - 0.35}{0.15 - 0.11} = 2.25$$

$$m_3 = \frac{0.50 - 0.44}{0.21 - 0.15} = 1.0$$

$$m_4 = \frac{0.57 - 0.50}{0.30 - 0.21} = 0.77$$

$$m_5 = \frac{0.625 - 0.57}{0.40 - 0.30} = 0.55$$

$$m_6 = \frac{0.655 - 0.625}{0.50 - 0.40} = 0.30$$

$$m_7 = \frac{0.67 - 0.655}{0.57 - 0.50} = 0.285$$

$$m_{av} = \frac{\sum m}{7} = \frac{7.485}{7} = 1.069$$

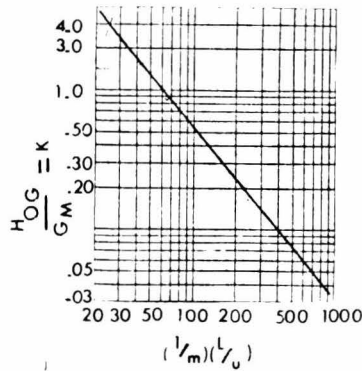
$$\frac{L}{m} \left( \frac{L}{v} \right)$$

Donde:

$$m = 1.069$$

$$L = \frac{3,493}{2.99} = 1,168 \text{ lb/hr ft}^2$$

$$= 2.29 \text{ lb/ft hr}$$



Pendiente de la curva de equilibrio:

$$m = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1}$$

$$m_1 = \frac{0.35 - 0.28}{0.11 - 0.08} = 2.33$$

$$m_2 = \frac{0.44 - 0.35}{0.15 - 0.11} = 2.25$$

$$m_3 = \frac{0.50 - 0.44}{0.21 - 0.15} = 1.0$$

$$m_4 = \frac{0.57 - 0.50}{0.30 - 0.21} = 0.77$$

$$m_5 = \frac{0.625 - 0.57}{0.40 - 0.30} = 0.55$$

$$m_6 = \frac{0.655 - 0.625}{0.50 - 0.40} = 0.30$$

$$m_7 = \frac{0.67 - 0.655}{0.57 - 0.50} = 0.285$$

$$m_{av} = \frac{\sum m}{7} = \frac{7.485}{7} = 1.069$$

$$\frac{1}{m} \frac{L}{v}$$

Donde:

$$m = 1.069$$

$$L = \frac{3,493}{2.99} = 1,168 \text{ lb/hr ft}^2$$

$$v = 2.29 \text{ lb/ft hr}$$

Substituyendo:

$$\left(\frac{I}{m}\right) \left(\frac{L}{u}\right) = \left(\frac{I}{1.069}\right) \left(\frac{I,168}{2.29}\right) = 474.3$$

En la gráfica N° 4 para un valor de 474.3 tenemos un valor de  $k = 0.80$

La altura de unidad de transferencia tendrá un valor de:

$$H_{OG} = kG_M$$

Donde:

$$G_M = 593 \text{ lb/hr ft}^2 \times 42.3 \text{ lb/lb mol}$$

$$H_{OG} = 0.80 \times 593 / 42.3 = 1.21$$

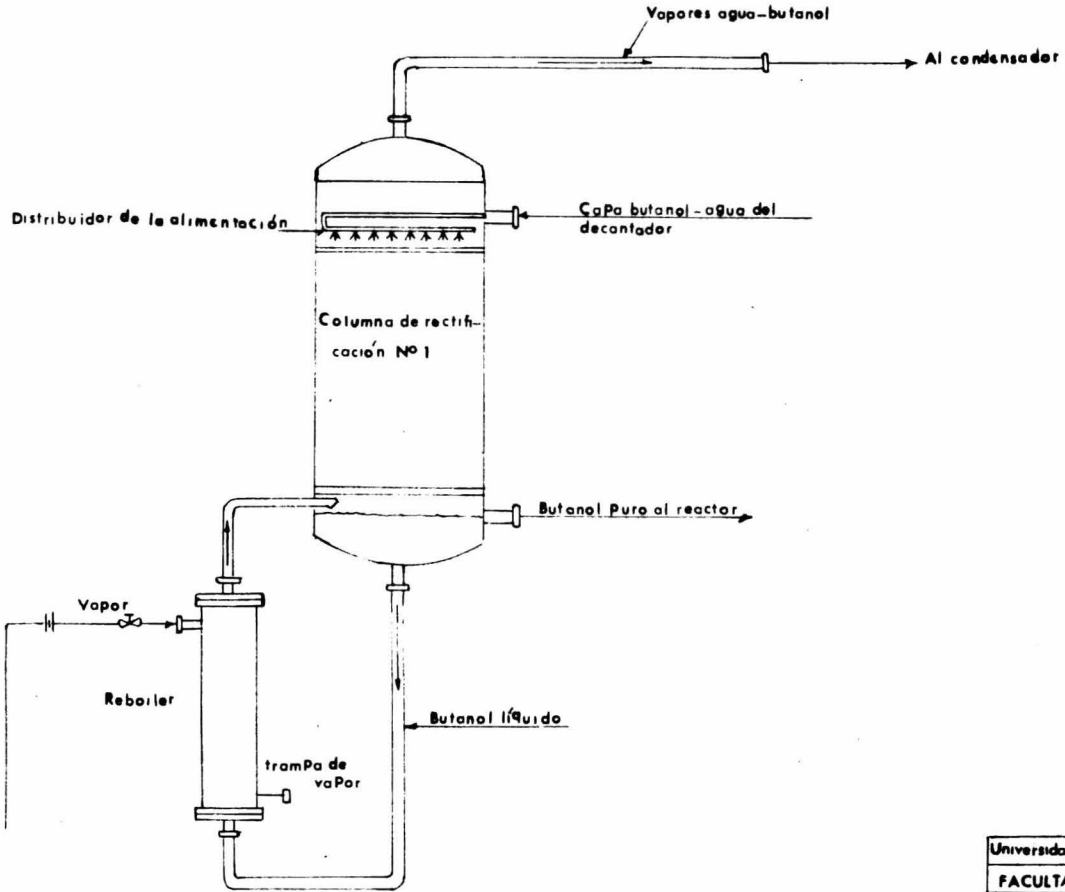
Altura de la torre:

$$Z = N_{OG} \times H_{OG}$$

$$Z = 4.60 \times 1.21$$

$$\text{Altura de la torre} = 5.56 \text{ ft}$$

La fig. I2 nos muestra las características finales de la torre de rectificación N° I para nuestro sistema.



Universidad Nac Autónoma de Mex	
FACULTAD DE QUIMICA	
TESIS	Diagrama de flujo
J BUSTOS D	figura Nº 12

Calculo de la segunda columna de rectificaci3n:

Alimentaci3n al decantador:

Fase acuosa. capa inferior

Alimentaci3n	lb/hr	P M	% peso
n-butan3l	154	74	15.8
agua	820	18	84.1

Balance de materia:

Base 1 hr

Componente m3s volatil: agua

Alimentaci3n.  $F = 974$  lb/hr

En lb mol/hr :

$$F = 974 \times 0.158/74 + 974 \times 0.841/18 = 47.4 \text{ lb mol/hr}$$

Fracci3n mol del componente A (agua) en la alimentaci3n:

$$Z_f = 45.4/47.4 = 0.96$$

Peso molecular promedio en la alimentaci3n:

$$M_{avf} = 974/47.4 = 20.6 \text{ lb/lb mol}$$

Deseamos en el residuo el 98 % de agua pura:

$$X_w = 98:18/98/18 + 2/74 = 0.995$$

Peso molecular promedio en el residuo:

$$M_{avr} = 100/5.467 = 18.3 \text{ lb/lb mol}$$



Sobre la gráfica de equilibrio tenemos que los límites de solubilidad son  $X_D = 0.95$  y  $X_W = 0.995$  con  $Z_f = 0.96$  en la alimentación. El balance de materia será el siguiente:

Balance de materia:

$$F = D + W \quad (I)$$

$$FZ_f = DX_D + WX_W \quad (II)$$

Substituyendo valores:

$$47.4 = D + W \quad (I)$$

$$47.4 \times 0.96 = D \times 0.95 + W \times 0.995 \quad (II)$$

Resolviendo simultáneamente (I) y (II) tenemos:

$$W = 9.6 \text{ lb mol/hr}$$

$$D = 37.8 \text{ lb mol/hr}$$

Convirtiendo en lb/hr tenemos:

$$W = 9.6 \text{ lb mol/hr} \times 18.3 \text{ lb/lb mol} = 176 \text{ lb/hr}$$

$$D = 37.8 \text{ lb mol/hr} \times 21.1 \text{ lb/lb mol} = 798 \text{ lb/hr}$$

El peso molecular del líquido es:

$$M_{\text{avd}} = 798/37.8 = 21.1 \text{ lb/lb mol}$$

Balance de energía:

Alimentación: temperatura de entrada al rectificador  $77^\circ\text{F}$

Destilado: líquido en su temperatura de burbuja.

Sobre el diagrama de temperatura Vs X,Y (fracción mol líquido-vapor para el sistema agua-butanól en el perry pag.

13.2 cuarta edición, el punto de burbuja de la alimenta--

ción a 0.96 (fracción mol del agua) es  $198^{\circ}\text{F}$  y su punto de burbuja es de  $210^{\circ}\text{F}$

Entonces el calor latente en su punto de rocío a  $210^{\circ}\text{F}$  para butanól y agua es:

$$\lambda_{\text{butanól}} = 210 \text{ BTU/lb}$$

$$\lambda_{\text{agua}} = 965 \text{ BTU/lb}$$

Que son datos obtenidos de International Critical Table.

El calor específico de los componentes en su temperatura de burbuja ( $198^{\circ}\text{F}$ ) del Perry pag. 3.126

$$C_{pB} = 0.85 \text{ BTU/lb } ^{\circ}\text{F} = 62.9 \text{ BTU/lb mol } ^{\circ}\text{F}$$

$$C_{pA} = 1 \text{ BTU/lb } ^{\circ}\text{F} = 18 \text{ BTU/lb mol } ^{\circ}\text{F}$$

De estos datos el calor específico de solución es:

$$C_{psol} = C_{pB}X_B + C_{pA}X_A$$

$$C_{psol} = 62.2 \times 0.04 + 18 \times 0.96$$

$$C_{psol} = 19.7 \text{ BTU/lb mol } ^{\circ}\text{F}$$

Integrando calores de solución como en el metodo de McCabe-Thiele, la entrada de alimentación a  $198^{\circ}\text{F}$  (punto de burbuja) referido a  $77^{\circ}\text{F}$  (temperatura de alimentación) es:

$$H_L = C_{psol}(t_1 - t_0) = 19.7(196 - 77)$$

$$H_L = 2.350 \text{ BTU/lb mol}$$

La entalpia de vapor saturado a  $196^{\circ}\text{F}$  referida al líquido a  $77^{\circ}\text{F}$  es:

$$H_G = H_L + 0.96(M_B) + 0.04(M_A)$$

$$H_G = 2,350 + 0.96(270 \times 74) + 0.04(965 \times 18)$$

$$H_G = 22,224 \text{ BTU/lb mol}$$

La pendiente de la linea de operación es:

$q$  = calor para convertir a vapor saturado/calor de vap.

$$q = H_G - H_F / H_G - H_L$$

$$q = 22,224 / 22.224 - 2.350$$

$$q = 1.12$$

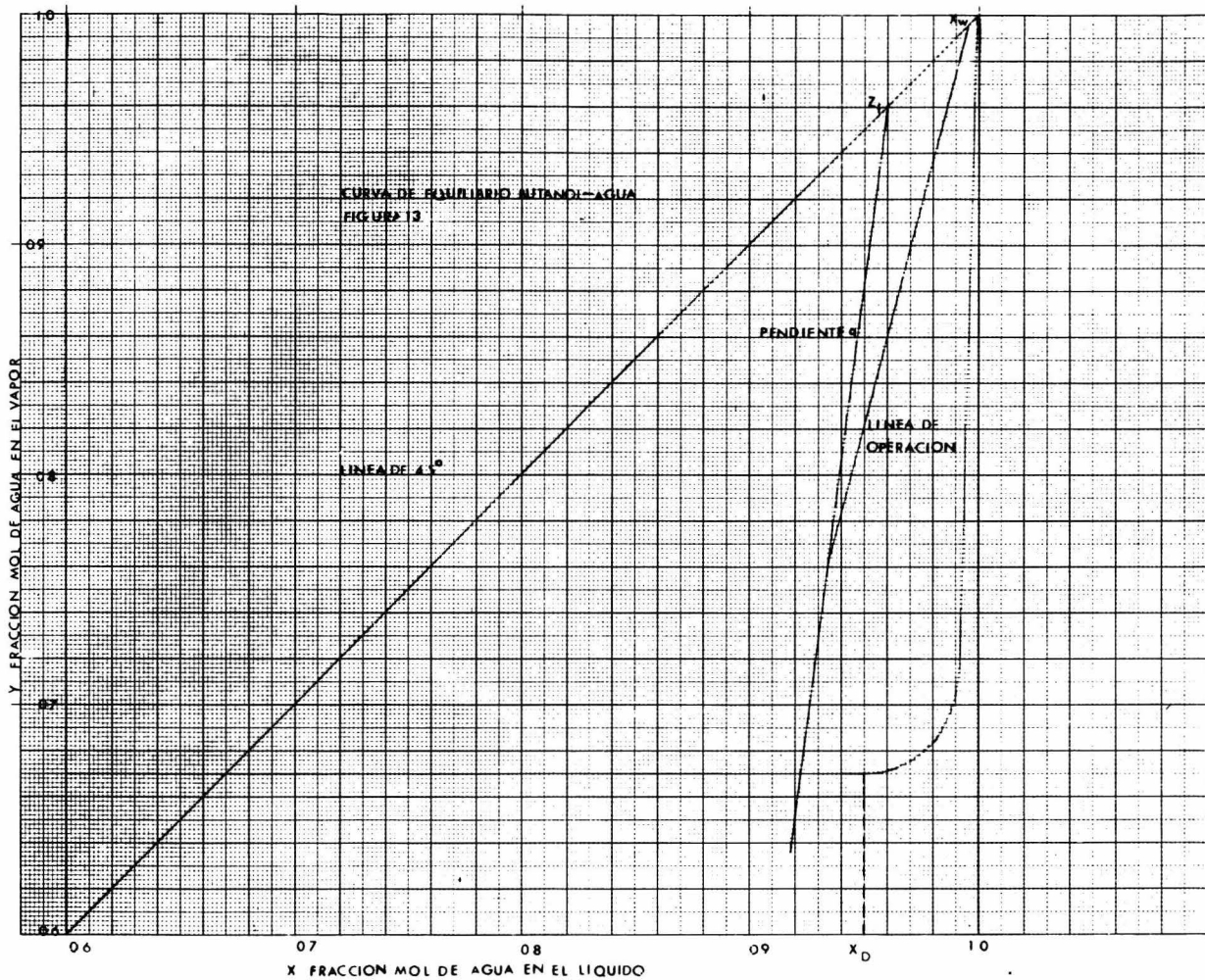
Entonces:

$$q/q - I = 1.12 / 1.12 - I = 9.33$$

Pendiente de la linea  $q = 83^{\circ}$

Sobre la curva de equilibrio butanol-agua, en la parte superior, trazamos nuestra pendiente  $q$  a partir del punto de alimentación  $Z_F$  sobre la diagonal de  $45^{\circ}$ . La pendiente de la linea de operación estará dada a partir del punto de -- fracción mol del residuo  $X_W$  sobre la linea de  $45^{\circ}$  hasta la pendiente  $q$  en el punto  $X_D$  fracción mol del destilado. -- Ver gráfica N° 13

Con estos datos procederemos al cálculo del número de uni-



dad de transferencia que estará dada por la siguiente ecuación:

$$N_{OG} = \int \frac{dy}{y^+ - y} - I$$

Donde:

$y$  = fracción mol del líquido en la curva de equilibrio.

$y^+$  = fracción mol del líquido en su punto de equilibrio.

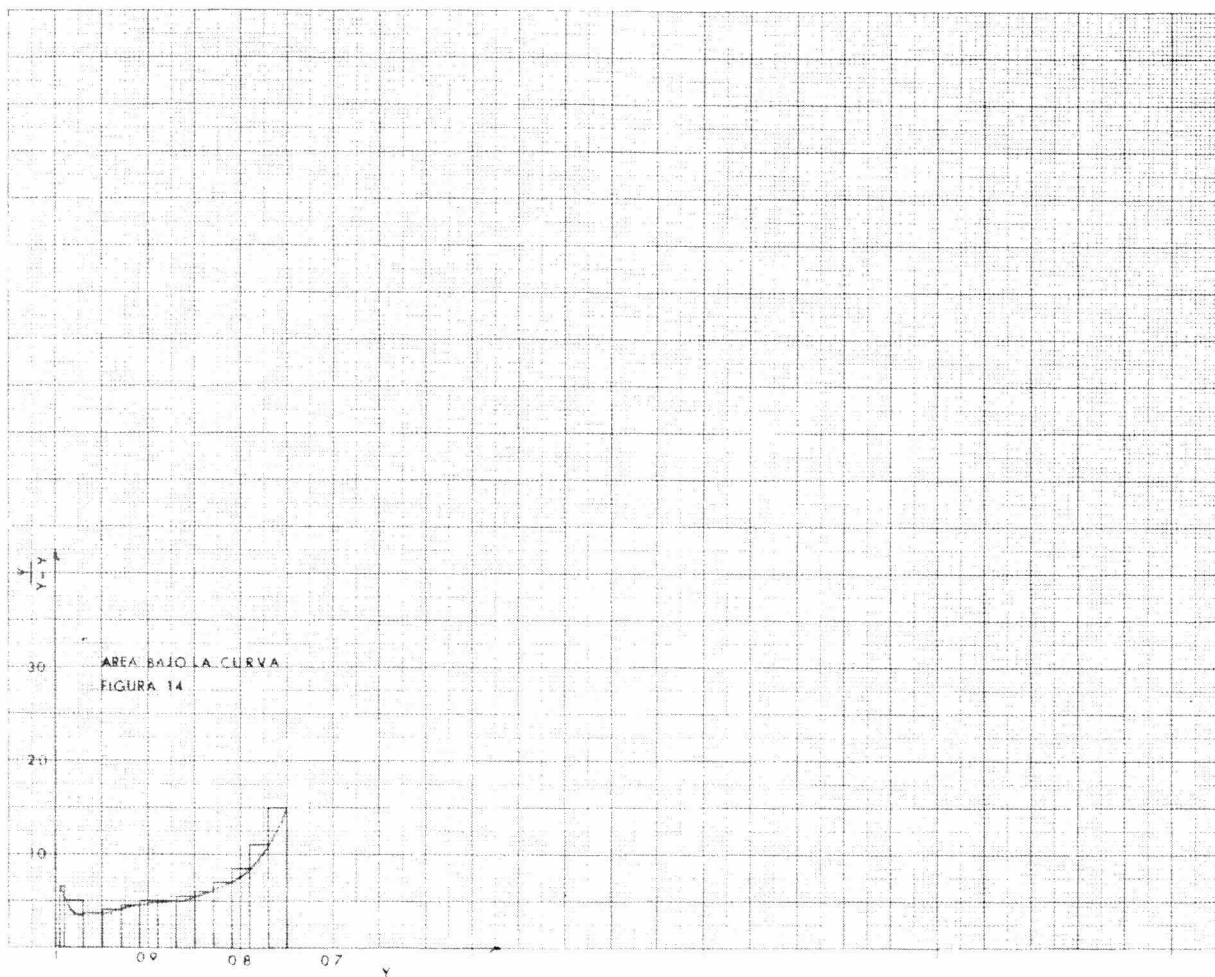
Los datos que se obtuvieron fueron los siguientes:

Cálculo del número de unidad de transferencia:

$y$	$y^+$	$y^+ - y$	$I/y^+ - y$
0.995	0.84	0.155	6.45
0.980	0.705	0.275	3.64
0.940	0.684	0.256	3.92
0.900	0.676	0.223	4.49
0.860	0.672	0.188	5.33
0.820	0.670	0.150	6.68
0.780	0.670	0.110	9.10
0.750	0.670	0.080	12.50

Graficando  $I/y^+ - y$  Vs  $y$  en la gráfica N° I4 el área bajo la curva nos da un valor de:

$$N_{OG} = 1.48$$



Cálculo del diametro de la torre:

La velocidad de masa del líquido a través de la torre es constante, así tenemos los siguientes valores:

$$F = 47 \text{ lb mol/hr} = \bar{L}$$

Entonces

$$W = 9.6 \text{ lb mol/hr}$$

$$\bar{G} = \bar{L} - W = 47 - 9.6 = 37.4 \text{ lb mol/hr}$$

En lb/hr tenemos:

$$\bar{L} = 47 \text{ lb mol/hr} \times 18.3 \text{ lb/lb mol} = 860 \text{ lb/hr}$$

$$\bar{G} = 37.4 \text{ lb mol/hr} \times 21.1 \text{ lb/lb mol} = 789 \text{ lb/hr}$$

Densidad del gas y del líquido:

$$\rho_g = 1,776/42 \times 359 \cdot 492/492 + 244 = 0.082 \text{ lb/ft}^3$$

$$\rho_l = 62.4 \times 0.698 = 43.5 \text{ lb/ft}^3$$

$$\left(\frac{\bar{L}}{\bar{G}}\right) \left(\frac{\rho_g}{\rho_l}\right)^{1/2} = \left(\frac{860}{789}\right) \left(\frac{0.082}{43.5}\right)^{1/2} = 4.69 \times 10^{-2}$$

La velocidad de inundación para este valor de 0.0469

lo correlacionamos bajo la curva de la fig. 6.26 de la -

I60 del Treybal y tenemos:

$$\frac{(\bar{G}')^2 C_F (\mu_l)^{0.2} \rho_w}{g_c \bar{G} \bar{L} \rho_l} = 0.18$$

Despejando la velocidad de masa superficial del gas tenemos:

$$G' = \left[ \frac{0.18 \epsilon_c' \rho_g \rho_l}{c_f \rho_l \rho_w} \right]^{1/2}$$

Para empaques de anillos raschig de I in que meteremos -  
 en la torre los valores de las siguientes constantes ---  
 son:

$$c_f = 160$$

$$\rho_l = 1 \text{ cps}$$

$$\rho_w = 60.7$$

Substituyendo valores tenemos:

$$G' = \left[ \frac{0.18 \times 4.18 \times 10^8 \times 0.082 \times (43.5)^2}{160 \times (1)^{0.2} \times 60.7} \right]^{1/2}$$

$$G' = 350 \text{ lb/hr ft}^2$$

Para el 60 % de la velocidad de inundación:

$$G' = 350 \times 0.60 = 210 \text{ lb/hr ft}^2$$

Area de la torre:

$$\frac{789 \text{ lb/hr}}{593 \text{ lb/hr ft}^2} = 3.7 \text{ ft}^2$$

Diametro de la torre:

$$D = \left( \frac{4 A}{\pi} \right)^{1/2}$$

$$D = \left( \frac{4 \times 3.7}{3.1416} \right)^{1/2}$$



Altura de unidad de transferencia:

Ecuación:

$$H_{OG} = k G_M$$

Constante k, cálculo.

$$(I/m) (L/\mu)$$

Pendiente de la curva de equilibrio:

$$m = y_2 - y_1 / x_2 - x_1$$

$$m_1 = 0.684 - 0.676 / 0.98 - 0.97 = 0.8$$

$$m_2 = 0.676 - 0.672 / 0.97 - 0.96 = 0.4$$

$$m_3 = 0.672 - 0.67 / 0.96 - 0.95 = 0.2$$

$$m_{av} = \sum m / 3 = 1.4 / 3 = 0.4$$

Valores de L y  $\mu$ :

$$L = 866 \text{ lb/hr} \times 1/3.7 \text{ ft}^2 = 232 \text{ lb/hr ft}^2$$

$$\mu = 2.29 \text{ lb/ft hr}$$

Substituyendo

$$(I/m) (L/\mu) = (1/0.4) (232/2.29) = 252.5$$

En la gráfica N° 4 para un valor de 252.5 tenemos un valor de  $k = 0.18$

La altura de unidad de transferencia tendrá un valor de:

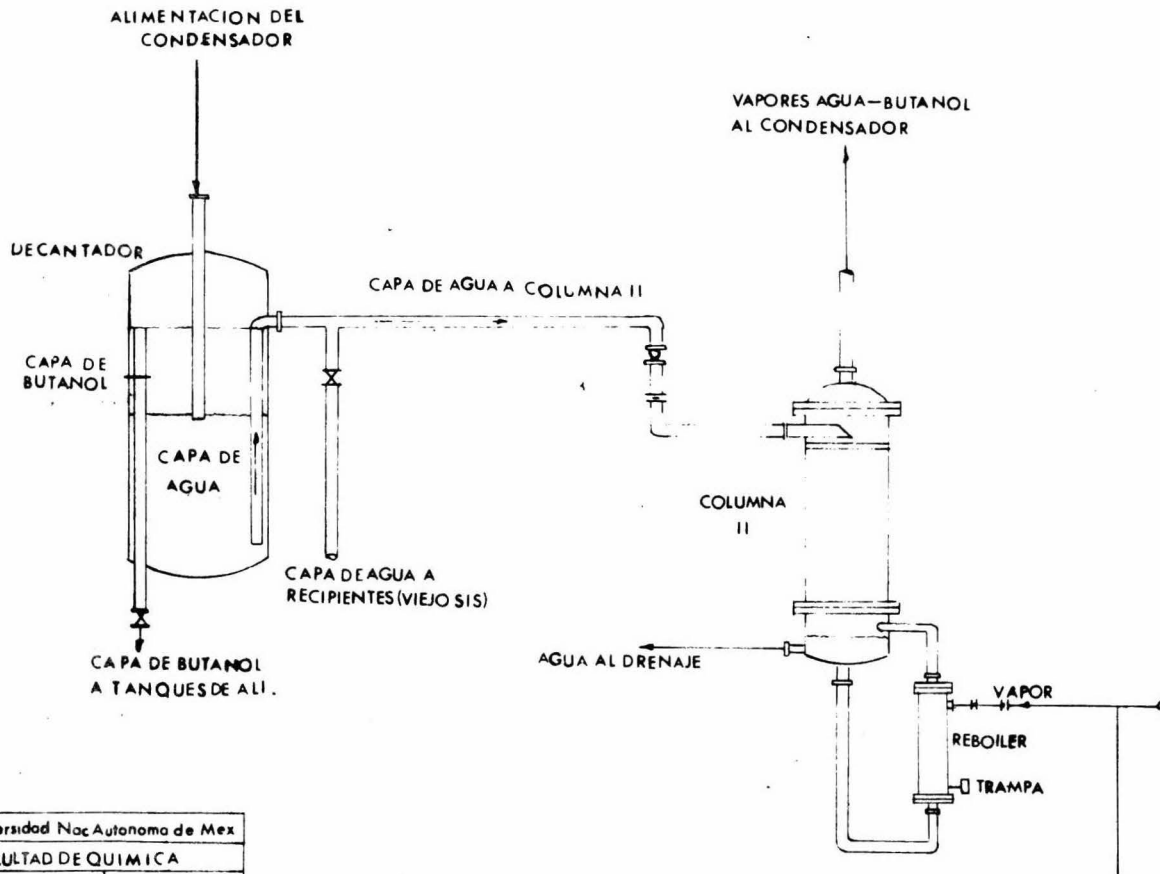
$$H_{OG} = 0.18 \times 350/21.1 = 2.98$$

Altura de la torre:

$$Z = N_{OG} \times H_{OG}$$

$$Z = 1.48 \times 2.89 = 4.40 \text{ ft}$$

La fig. 15 nos muestra las características finales de la torre de rectificación N° II para nuestro sistema.



Universidad Nac Autónoma de Mex	
FACULTAD DE QUIMICA	
TESIS	Diagrama de flujo
J BUSTOS D	FIGURA 15

VI. PARTE EXPERIMENTAL.

## VI. PARTE EXPERIMENTAL

Como experiencia práctica del uso de columnas de rectificación para fabricación de resinas amino butiladas, ésta se llevó a cabo disponiendo de equipo de laboratorio al cual se le hicieron las adaptaciones necesarias para la instalación de un par de columnas de rectificación y decantador diseñadas a el tamaño del equipo de laboratorio disponible.

Estas columnas de destilación fueron diseñadas especialmente con material de acero inoxidable y llevando como empaque pequeños trozos de cerámica del tipo de anillos Rsshig para su mejor adaptación.

El equipo de laboratorio usado fué un matraz balón con una capacidad de cinco litros adaptado de tres bocas, de vidrio, teniendo como medio de agitación un agitador funcionando con un pequeño motor eléctrico y utilizando como medio de calentamiento una mantilla eléctrica.

La temperatura se controló con un termómetro de vidrio adaptado a una de las bocas del matrás y se uso un condensador de vidrio con serpentín para utilizarlo en el reflujo en los momentos necesarios de la condensación del vapor en el proceso.

Esto fué en general la adaptación al equipo en su simplificación mas sencilla para realizar estas experiencias a escala del laboratorio.

Al equipo del laboratorio fué igualmente adaptadas las columnas de rectificación para realizar esta experiencia.

La finalidad de estas experiencias fueron comprobar las ventajas que favorecen la operación de esterificación durante el proceso en la fabricación de resinas amino solubles en butanol, utilizando el nuevo sistema de recuperación de alcohol butílico por medio de las columnas de rectificación.

Como se ha descrito en capítulos anteriores utilizando el antiguo sistema de recuperación de alcohol por medio de un decantador durante la esterificación del producto, implica la recirculación de butanol al reactor conteniendo un 20% de agua, producto de la condensación, fenómeno que ocasiona que la polimerización del producto tenga un tiempo demasiado largo por la consecuente dificultad de la eliminación total de agua de condensación.

La fase conteniendo mayor cantidad de agua formada en la parte inferior del decantador debido a las diferentes densidades entre butanol y agua, es desechada perdiendo con ello butanol no recuperable que ocasiona la pérdida de un 10% de butanol por cada cien litros de agua eliminada. Todo esto debido a la miscibilidad que existe entre ambos componentes y que no se pueden romper en las condiciones de operación existentes en el equipo, principalmente la temperatura en el decantador en el que solo llega a enfriar hasta 25-30°C al pasar el butanol y el agua por el condensador.

Sobre estas dos desventajas ocasionadas por el sistema de operación en el equipo existente se hicieron varias--

experiencias para tomarse como referencia de comparación entre el nuevo sistema de recuperación de alcohol aplicando torres de rectificación.

Sobre una misma formulación para la producción de una resina de melamina-formaldehidobutilada se hicieron 5 experiencias, 2 utilizando como medio de recirculación del butanol solo el decantador y tres utilizando el par de columnas de rectificación.

El utilizar el par de columnas nos va a proporcionar una medida exacta de recirculación de butanol en un 96% de pureza, el cual es recirculado nuevamente al reactor favoreciendo, además de una mayor velocidad de polimerización del producto, una mayor rapidez en la eliminación del agua de condensación, ya que el alcohol butílico puro arrastra mayor cantidad de agua por sus condiciones de equilibrio, en tanto que la segunda columna eliminará en su totalidad el agua de condensación de la segunda fase y recirculará butanol puro nuevamente al condensador recuperandose este butanol casi en su totalidad.

De acuerdo a estas experiencias comparativas durante el proceso de eliminación de agua por medio de ambos métodos, tomando medidas de flujo de eliminación de agua y alcohol recuperado, que nos va a proporcionar la velocidad de polimerización del producto a partir del incremento de la viscosidad, se obtuvieron las siguientes tablas y gráficas que nos -

TABLA N° I

RESULTADOS PROMEDIO OBTENIDOS USANDO LOS DOS DIFERENTES SISTEMAS DE RECUPERACION DE ALCOHOL EN FABRICACION DE RESINAS AMINO.

Hora	Temperatura °C		Agua Eliminada cm <sup>3</sup>		Viscosidad cps	
	Sis. A	Sis. B	Sis. A	Sis. B	Sis. A	Sis. B
0:00	84	84				
1:00	84	84	28	42	22	15
2:00	84	84	42	58	26	22
3:00	84	85	59	64	29	32
4:00	84	85	71	73	32	50
5:00	84.5	87	84	84	50	60
6:00	84.6	87	100	112	52	65
7:00	84.6	88	113	132	53	70
8:00	84.7	89	118	140	55	78
9:00	84.7	93	141	180	57	79
10:00	85	95	159	200	58	85
11:00	85	97	171	222	65	140
12:00	85	98	182	241	70	200
13:00	85	98	200	261	76	300
14:00	85	99	214	284	79	350
15:00	87	99	230	311	83	450
16:00	90	102	242	349	100	570
17:00	95		258		140	
18:00	96		270		200	
19:00	98		283		270	
20:00	99		300		380	
21:00	100		312		430	
22:00	102		322		550	
23:00	103		329		620	
24:00	105		340		690	

Sistema A : Eliminación de agua por decantación

Sistema B : Eliminación de agua por sistema de columnas de destilación.



**PARTE EXPERIMENTAL**

Gráfico tiempo de Retención vs agua desahogada

**AGUA ELIMINADA  
CM<sup>3</sup>**

400

360

320

280

240

200

160

120

80

40

**SISTEMA CON COLUMNAS DE REGENERACION**

**SISTEMA A DESHUMIDACION**

EXP 1

EXP 2

EXP 1

EXP 2

2

3

4

5

6

7

8

9

10

11

12

13

14

15

16

17

18

19

20

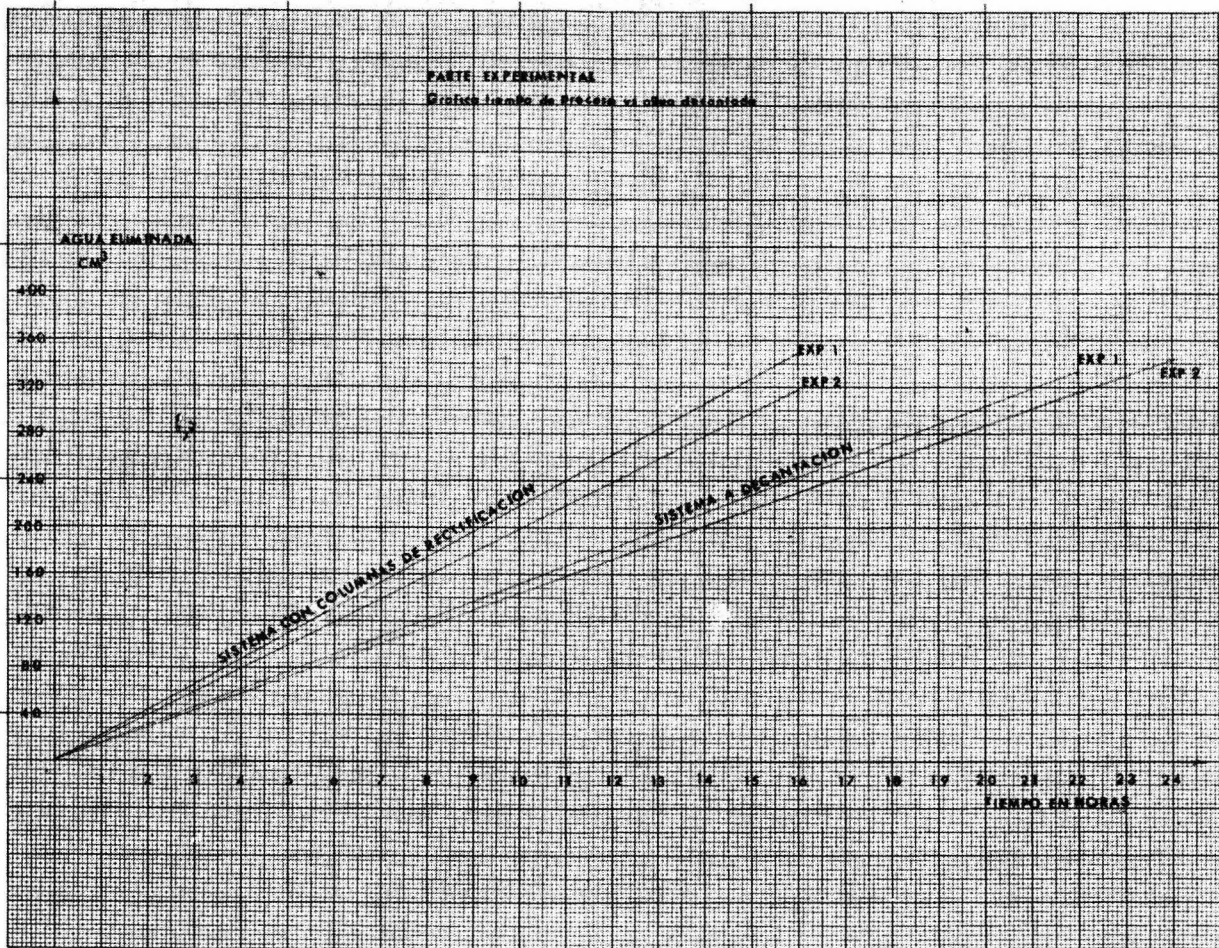
21

22

23

24

**TIEMPO EN HORAS**



representan una idea real de las ventajas que se obtienen en utilizar el nuevo sistema de recuperación alcohol-agua.

De los datos obtenidos en estas experiencias se puede observar las ventajas que favorecen la producción de resinas amino solubles en alcohol butílico utilizando el sistema de recuperación de columnas de rectificación sobre el antiguo sistema de decantación.

Durante la operación de esterificación del producto con butanol normal, el agua producto de condensación, es continuamente eliminada, esta agua de condensación la cantidad eliminada utilizando ambos sistemas varía con respecto al tiempo, obteniéndose una ventaja de 8 a 9 horas promedio, utilizando el sistema de recuperación de columnas sobre el antiguo sistema de decantación, como se puede ver en la tabla número 1, reduciendo considerablemente el tiempo de proceso del producto, que nos va a redituar bajo costo de producción en la fabricación de este tipo de resinas.

Por otra parte del incremento de viscosidad del producto ocasionado por la continua eliminación del agua de condensación y por la esterificación del producto con el butanol, se puede ver que al finalizar la eliminación del agua, hay diferencia de viscosidades utilizando ambos sistemas. Esta diferencia de viscosidades se debe a que utilizando el antiguo sistema de recuperación al desechar la fase acuosa hay pérdida de butanol que ocasiona un incremento en la viscosi-

dad del producto, en tanto que utilizando el par de columnas de rectificación se reduce al mínimo esta pérdida de butanol aumentando la concentración del solvente en el producto y -- con ello disminuyendo su viscosidad,

En general las ventajas que favorecen grandemente-- a nuestro proceso utilizando este nuevo sistema de recupera-- ción de alcohol radica en la reducción del tiempo de produc-- ción, el minimizar las pérdidas del alcohol durante el proce-- so y evitar la contaminación del agua drenada.

VII. CONCLUSIONES

## VII. CONCLUSIONES

Como resultado de este trabajo se puede desprender que las principales ventajas que nos proporciona la instalación y adaptación de columnas de destilación al equipo de fabricación de resinas amino butiladas para recuperación de butanol son las siguientes:

1.- Reducción en el tiempo de proceso con un tiempo considerable de 8 a 9 horas.

2.- Reducción en el costo del producto por la consecuente disminución de tiempo de residencia del mismo en el reactor.

3.- Las pérdidas de butanol por la instalación de este sistema de recuperación se reducen aproximadamente al 3%.

4.- Mayor rapidez en la polimerización final del producto debido a que es menor la proporción de agua de residuo que pueda quedar en el producto utilizando sistemas de columnas en vez del decantador.

5.- Como consecuencia del número anterior es mayor la compatibilidad al mezclar el producto con resinas alquídicas solubles en gas nafta para fabricación de pinturas.

6.- El espacio que pueda ocupar este nuevo sistema de columnas en su instalación es mínimo.

7.- La instalación de las columnas se reduce en su maniobra al poder adaptarse al equipo disponible para la fabricación de resinas amino solubles en butanol.

8.- Evita la contaminación del agua al ser desechada ésta.

VIII. BIBLIOGRAFIA

## VIII. BIBLIOGRAFIA.

- I. Robert E. Treybal.  
Mass Transfer Operations.  
McGraw-Hill Book Company. 1968  
Pags. 281-393
2. Alan S. Foust.  
Principles of Unit Operations.  
Wiley International Edition. 1960  
Pags. 267-287
3. Irving Skeist.  
Handbook of adhesives.  
Reinhold Publishing Corporation. 1962  
Pags. 310-312
4. Calvin E. Schildknecht.  
High Polymers. Vol. X  
Polymer Processes.  
Interscience Publishers, Inc. 1965  
Pags. 295-352
5. John F. Blais.  
Amino Resins.  
Reinhold Publishing Corporation. 1959.  
Pags. I-24
6. Perry. H Robert.  
Chemical Engineers Handbook.  
McGraw-Hill Book Company, Inc. Fourth Edition.  
Pags. 18-25 a 18-51



7. Robert S. Aries.  
Chemical Engineering Cost Estimation.  
McGraw-Hill Book Company, Inc. 1955  
Pages. 79-91
8. George G. Brown.  
Unit Operations. Sixth Edition.  
John Wiley and Sons, Inc. New York. 1956  
Pages. 525-537
9. McCabe W. Smith.  
UNIT OPERATIONS OF CHEMICAL ENGINEERING.  
McGraw-Hill Book Company, Inc. 1945  
Pages. 145-157
10. Furnas and Taylor.  
Trans. Am., Inst. Chem. Engrs. 1940  
Page- 135
11. Briggs, D. K.  
Industrial Chemical Eng. 1940  
Page. 418
12. Dresbak, R. R.  
Physical Properties of Chemical Compounds.  
Advances in Chemical Series # 22.  
American Chemical Society. 1959
13. International Critical Table.  
Pages. 128 y 157

I4. Vargas Aguilar Miguel M.

Detrminación de los coeficientes de transferencia. de  
masa para destilación.

Tesis.

U N A M

I975

I5. Cantu Guerra Manuel.

Estudio Experimental de una Columna Empacada.

Tesis.

U N A M

I973