
FACULTAD DE QUIMICA

U.N.A.M.

**Análisis y Evaluación de Pérdidas en un
Proceso de Obtención de Glicerina Cruda**

T E S I S

Que para obtener el título de :

INGENIERO QUIMICO

p r e s e n t a n :

FRANCISCO RUIZ NUÑO

RAUL GONZALEZ AHUMADA

México, D. F.

1978





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.

LAB TESIS 1978
NO M.T. 198 202195
FECHA _____
PRSC _____



I N D I C E

	Pág.
1.0 INTRODUCCION	1
2.0 GENERALIDADES	4
2.1 GLICERINA	5
2.2 HISTORIA	5
2.3 REACCION DE SAPONIFICACION	6
2.4 GLICERINA COMERCIAL	9
2.4.1 Fuentes de obtención	9
2.4.2 Tipos de glicerina	13
2.4.3 Propiedades físicas	15
2.4.4 Propiedades químicas	15
2.4.5 Usos	19
3.0 DESCRIPCION DEL PROCESO	23
3.1 PROCESO DE SAPONIFICACION	24
3.1.1 Introducción	24
3.1.2 Tipos de procesos	24
3.1.3 El proceso a completa ebullición	29
3.2 TRATAMIENTO DE LEJIAS	38
3.2.1 Composición de las lejías	39
3.2.2 Operaciones involucradas	40
3.2.3 Tratamiento con alúmina y ácido clorhídrico	41
3.3. EVAPORACION	50
3.3.1 Métodos antiguos de evaporación	52
3.3.2 Tipos de evaporación	53
3.3.3 Saleros	58
3.3.4 Descripción del proceso	60
4.0 ANALISIS DE PERDIDAS	69
4.1 GENERALIDADES	70
4.2 PERDIDAS EN EL PROCESO DE OBTENCION	70
4.3	

4.3 PERDIDAS EN EL TRATAMIENTO DE LEJIAS	72
4.3.1 Lavado de tanques	72
4.3.2 Exceso de jabón en las lejías	73
4.3.3 Utilización de ácido sulfúrico	73
4.3.4 Tratamiento con cloruro de calcio	73
4.3.5 Deficiente purificación	74
4.3.6 Filtración	74
4.3.7 Glicerina en pastas de filtrado	75
4.3.8 Control de alcalinidad	75
4.4. PERDIDAS EN EVAPORACION	76
4.4.1 Pérdidas por arrastre	76
4.4.2 Control de vacío	76
4.4.3 Eliminación de media cruda	77
4.4.4 Vaciado de saleros	77
4.4.5 Efecto del nivel	78
4.4.6 Efecto del vacío	80
4.4.7 Sistema de alimentación	82
4.4.8 Ventajas de un proceso continuo	82
4.4.9 Formación de espuma	83
4.4.10 Operación continua a vacío	84
4.4.11 Corrosión en los evaporadores	86
4.5 PERDIDAS MISCELANEAS	87
4.5.1 Pérdidas por medición	87
4.5.2 Pérdidas por escape	92
4.5.3 Pérdidas analíticas	93
4.5.4 Pérdidas químicas	94
5.0 CONCLUSIONES	96
BIBLIOGRAFIA	99

A mis padres:

C.P. Francisco Ruiz Martínez y
C.P. Y L.A.E. Graciela Nuño de Ruiz

A mi hermano:

Biólogo Alfredo Ruiz Nuño

A mis padres:

Raúl González Gil
Carolina Ahumada de González

A mi hermana:

Carolina González Ahumada

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

"ANALISIS Y EVALUACION DE PERDIDAS EN UN PROCESO DE
OBTENCION DE GLICERINA CRUDA"

(TESIS PROFESIONAL)

Tema mancomunado.

TESIS QUE PARA OBTENER EL TITULO DE INGENIERO QUIMICO PRESENTAN:

FRANCISCO RUIZ NUÑO

RAUL GONZALEZ AHUMADA

México, D. F., octubre de 1978.

JURADO ASIGNADO:

Presidente: Prof. Roberto Andrade Cruz
Vocal: Prof. Alfonso Mondragón Medina
Secretario: Prof. Enrique Bravo Medina
1er Suplente: Prof. Caritino Moreno Padilla
2do Suplente: Prof. Rafael García Nava

Sitio donde se desarrolló el tema: MEXICO, D. F.

SUSTENTANTES:

Raúl Alejandro Cuahtémoc González Ahumada
Francisco Ruiz Nuño

ASESOR DEL TEMA:

Enrique Bravo Medina.

1.0 INTRODUCCION

Glicerina y jabón son dos sustancias íntimamente relacionadas entre sí dentro de la industria de manufactura de jabón, pues son productos de la saponificación de grasas y aceites, que es el proceso que se lleva a cabo en dicha industria.

Durante mucho tiempo había sido considerada la glicerina como un subproducto de poca importancia en la fabricación de jabón, pues hasta 1929 su uso se limitaba a la manufactura de anticongelantes, pero en la actualidad su utilización es necesaria para la fabricación de una gran variedad de productos que van, desde jarabes y pastas dentales, hasta resinas sintéticas y lubricantes, incluyendo naturalmente la nitroglicerina, por lo que se considera ya como un

producto tan importante como el jabón.

En México existen varias plantas para la fabricación de glicerina, pero su producción es insuficiente para satisfacer las necesidades del mercado nacional, por lo que se hace necesario recurrir a la importación de este producto.

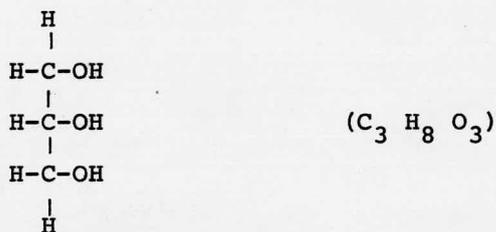
Los procesos y técnicas actuales para la obtención de glicerina presentan la característica común de poseer un alto nivel de pérdidas, debido ésto principalmente a una serie de factores de aparente poca importancia.

El objetivo principal de este trabajo es el de proponer una serie de sugerencias y recomendaciones encaminadas a lograr una disminución en las pérdidas de glicerina -- que habitualmente se tienen en su proceso de obtención, para lo cual presentaremos una descripción completa del proceso, desde la saponificación hasta la obtención de la glicerina cruda en una fábrica de jabón.

2.0 GENERALIDADES

2.1 GLICERINA

El término glicerina se aplica al producto comercial que contiene 80% o más de 1,2,3 - propanotriol (conocido también como glicerol) y cuya estructura química es



2.2 HISTORIA

Este compuesto fué descubierto en el año de 1779 por Scheele, al calentar accidentalmente una mezcla de aceite de oliva y litargirio, preparando el emplasto simple (ja-

bón de plomo), y le dió el nombre de "principio dulce de los aceites". En 1827 Chevreul obtuvo la primer patente para la producción de ácidos grasos por tratamiento de grasas con -- álcalis, hidrolizando el jabón resultante con ácido sulfúrico y recuperando el "principio dulce de los aceites", llamando a éste último "glicerol" (del griego glykeros-dulce).

En 1836 Pelouze propuso la fórmula empírica - - $C_3 H_8 O_3$, siendo establecida la estructura $C_3 H_5 (OH)_3$ de este compuesto hasta 1883 por Berthelot y Lucca.

El desarrollo posterior en la utilización de la glicerina se debe principalmente a las investigaciones y descubrimientos de Nobel, Perkins y Berzelius.

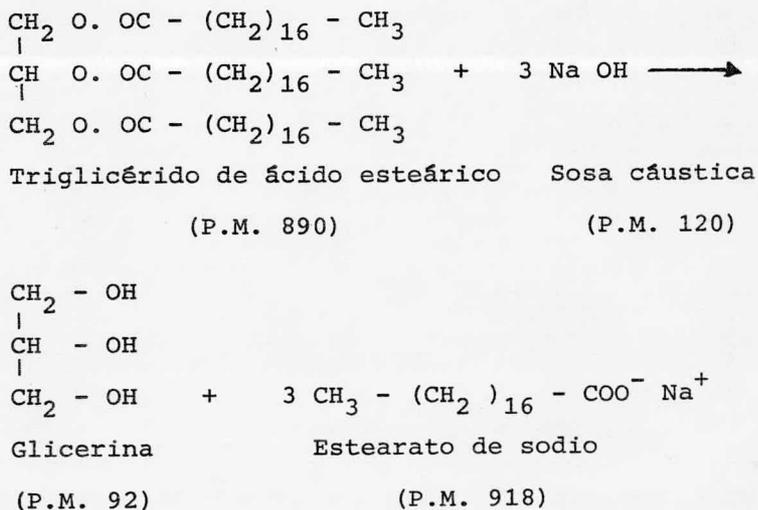
2.3 REACCION DE SAPONIFICACION

El proceso que tiene lugar cuando a partir de un ácido graso y un metal alcalino se forma jabón, por la acción ya sea de una lejía alcalina sobre un aceite natural o sobre un ácido graso libre, o bien de un carbonato alcalino sobre un ácido graso libre, recibe el nombre de saponificación (formación de jabón).

Un aceite neutro es un compuesto de tres moléculas de ácidos grasos con una molécula de glicerina; tales -- compuestos reciben el nombre de ésteres y en este caso particular triglicéridos.

Quando hablamos de saponificación nos referimos a la formación de tres moléculas de jabón con la liberación de una molécula de glicerina por el rompimiento de una molécula de triglicérido por la acción de tres moléculas de álcali. Debemos recordar sin embargo, que en química orgánica el término saponificación no se restringe a la reacción descrita; en sentido más amplio el término se usa para indicar el rompimiento de un éster en sus componentes por la acción de una base, un ácido o simplemente por agua.

Tomemos como ejemplo la saponificación del triglicérido del ácido esteárico por la acción de sosa para ilustrar la reacción de saponificación:



Mientras que la reacción de un ácido graso con un álcali cáustico es espontánea e inmediata, al grado de -- ser suficiente el uso de un carbonato alcalino para llevarla a cabo, las reacciones entre grasas neutras (triglicéridos) y carbonatos alcalinos no ocurren en condiciones normales, y aún las reacciones con un álcali cáustico no empiezan de manera espontánea. Para que se inicie una reacción de este tipo se deben satisfacer ciertas condiciones. Una saponificación entre una grasa neutra y un álcali empezará cuando:

a). Las grasas conteniendo ácidos grasos de bajo peso molecular (aceite de coco, aceite de palma, aceite de almendra, etc.) se agitan con soluciones de álcali cáustico altamente concentradas (mayor a 38°Be) a bajas temperaturas.

b). Cuando un aceite o grasa se emulsifica con álcali concentrado por medio de agitación intensiva en frío.

c). Cuando un aceite o grasa se mezcla con álcalis cáusticos concentrados a bajas temperaturas en presencia de un catalizador adecuado (α - naftol, β -naftol, cresol, -timol, etc.).

d). Mezclando grasas precalentadas y álcalis -- cáusticos concentrados y manteniendo una temperatura elevada (90°aprox.) mientras se agita.

e). Calentando grasas con álcalis bajo presión.

f). Calentando grasas con álcalis libres de agua

en presencia de solventes.

La reacción de saponificación es una reacción - exotérmica. Una vez iniciada la saponificación por cualquier de los medios antes mencionados, se desprenderá calor como resultado de la reacción. El calor de reacción (de saponificación) de una mol de triglicérido es de alrededor de - 60 calorías.

A medida que se forma jabón, la velocidad de -- reacción aumenta continuamente hasta que aproximadamente ha reaccionado la mitad, y después de este punto vuelve a de-- crecer la velocidad de reacción. Esto se debe principalmente a que tanto el aceite como el álcali son solubles en el jabón, haciendo que la reacción sea autocatalítica, pues el medio de reacción (jabón) es en sí un producto de la reac-- ción.

2.4 GLICERINA COMERCIAL

2.4.1 Fuentes de obtención.

La glicerina no se encuentra libre en la natura - leza, sino que se le localiza esterificada formando parte - de grasas y aceites, y en algunos fosfátidos (lecitina espe - cialmente). Es así pues, precisamente la hidrólisis (saponi - ficación) de las grasas uno de los métodos más importantes para su obtención. Existen sin embargo, algunos otros méto - dos para la obtención de la glicerina, algunos de ellos de

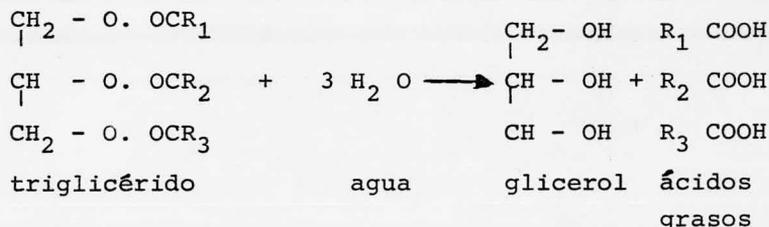
relativamente poca importancia industrial, cuando menos hasta la fecha.

Mencionaremos a continuación algunos de los métodos distintos a la saponificación por medio de los cuales -- también puede ser obtenida la glicerina:

a) Fermentación. Ya Pasteur había encontrado -- que en una fermentación alcohólica de azúcares como se efectúa normalmente se obtiene de un 2% a un 3% de glicerina; -- sin embargo modificando el proceso se puede aumentar considerablemente este porcentaje. La formación del glicerol se explica por una reacción lateral, que puede ser favorecida mediante la adición de bisulfito de calcio, que combinándose -- por adición del acetaldehído impide su reducción a alcohol. Durante la Primera Guerra Mundial para la producción de glicerina a gran escala, (800 a 1000 tons. mensuales) los alemanes utilizaron este proceso desarrollado por Connstein y -- Lúdecke para alcanzar hasta un 35% de rendimiento en peso, -- en relación a la cantidad de azúcar empleada.

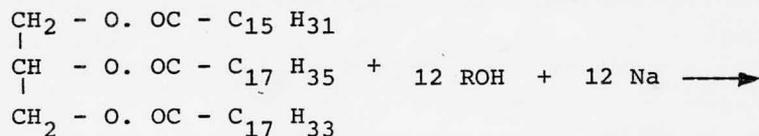
b) Hidrólisis de grasas a ácidos grasos y glicerol. Utilizando este método se obtiene la glicerina sin la -- formación de jabón. Ciertos productores de glicerina prefieren hidrolizar las grasas directamente a ácidos grasos obteniendo con ello algunas ventajas con respecto a la saponificación.

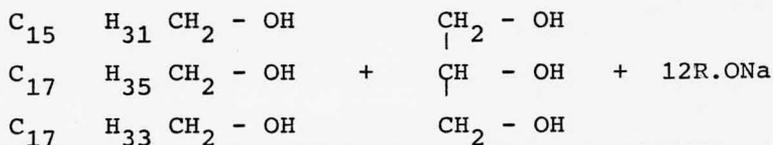
Una ilustración de este tipo de proceso es la siguiente:



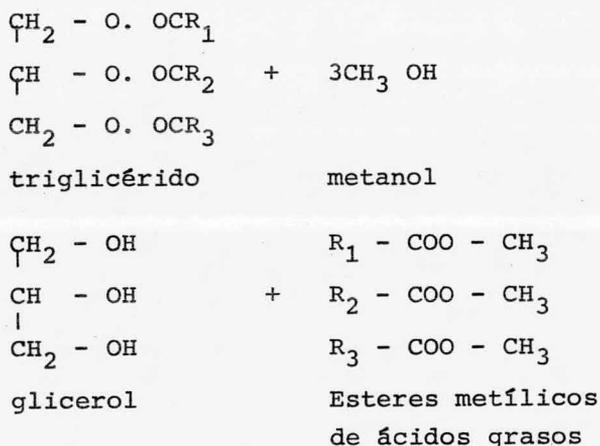
Por este método se obtiene una solución relativamente concentrada en glicerol directamente, sin las impurezas propias de una saponificación. Otro aspecto importante en relación a este método es la demanda que a últimas fechas han adquirido los ácidos grasos, principalmente dentro de la industria de las ceras (velas, etc.).

c) En la fabricación de alcoholes superiores. - En los últimos años se han producido considerables cantidades de glicerina como subproducto durante la fabricación de alcoholes superiores, usados éstos últimos como intermedios en la fabricación de detergentes y agentes humectantes. Un ejemplo de este tipo de reacción es el siguiente:





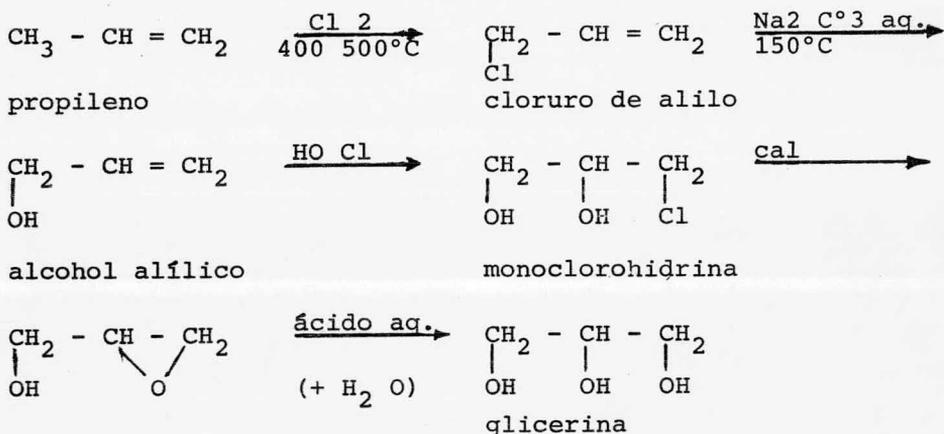
d) Mediante interesterificación. Con el nombre de interesterificación se conoce a aquellas reacciones en -- las cuales un éster de un ácido graso reacciona con ácidos -- grasos, alcoholes, u otros ésteres de ácidos grasos para pro-- ducir un éster distinto al original. En la producción de gli-- cerina se aplica la metanólisis, que puede representarse:



e) Por hidrogenólisis de carbohidratos. Median-- te este método investigado en Alemania durante la Segunda -- Guerra Mundial por Burgin y Sheely se obtiene, mediante la -- inversión del azúcar y la adición de carbonato de calcio, u-- sando níquel como catalizador, una cantidad de glicerina de

aproximadamente el 40%.

f) A partir de propileno. De todos los métodos de síntesis de glicerina a escala comercial, es éste el más importante y el de mayor importancia potencial. Esta síntesis se lleva a cabo a partir del propileno directamente obtenido del petróleo (gas de refinería, gases licuados del petróleo, hidrocarburos líquidos, de la fabricación del butadieno). El proceso más empleado es el siguiente:



2.4.2 Tipos de glicerina.

Comercialmente la glicerina se divide en dos - - clases o tipos principales que a su vez se subdividen en -- varios grados, atendiendo a su contenido de glicerol y a -- otras características tales como color, olor e indicios de impurezas.

a) Glicerina cruda. Recibe este nombre la glicerina que posee entre 80 y 90% de glicerol, teniendo, debido a las impurezas que contiene, un color ambarino oscuro. Se le subdivide en dos grados distintos: "cruda de lejías de jabón", que como su nombre lo indica proviene de la concentración por evaporación de los líquidos depositados en la parte inferior de las pailas después de la saponificación de las grasas, y que contiene aproximadamente 80% de glicerol y de 6 a 9% de sales; y "cruda de saponificación" que se obtiene concentrando los licores remanentes de la hidrólisis de las grasas en autoclaves, y que contiene entre 88 y 90% de glicerol y de 0.25 a 0.5% de sales.

b) Glicerina refinada. Se le da este nombre a la glicerina que ha sido tratada para aumentar su concentración, obteniendo por consiguiente un producto transparente de sabor dulce. Son tres los grados en que se ha subdividido esta clase de glicerina de acuerdo a sus concentraciones las que varían del 96 al 99%. Glicerina USP (gravedad específica 1.2516 - 1.2545); glicerina de alta densidad (gravedad específica 1.2546 a 1.2570); y glicerina grado dinamita (gravedad específica 1.2571 a 1.2595).

En México la clasificación que más comúnmente se emplea es: glicerina cruda (que corresponde a la "cruda de lejías de jabón"); y glicerina Q. P. (químicamente pura)

que comprende los tres grados de glicerina refinada mencionados.

2.4.3 Propiedades físicas.

El glicerol o glicerina es un líquido siruposo incoloro, inodoro, viscoso, de sabor dulce y sumamente higroscópico a temperatura ambiente. El glicerol perfectamente puro solidifica en cristales al enfriarlo, teniendo éstos un punto de fusión de 17.9°C. Tiene un punto de ebullición de 290°C a presión atmosférica. La densidad de la glicerina químicamente pura (Q.P.) es de 1.2617 y el de glicerina al 95% es de 1.2488. La glicerina al 100% tiene un calor específico de 0.5795 cal/g°C a 26°C, una viscosidad de 1499 cp a 20°C, una presión de vapor de 0.0025 mm Hg a 50°C, y de 0.195 mm Hg a 100°C, calor de vaporización de 21060 cal/mol a 55°C, calor de formación de 159.60 kcal/gmol, punto "flash" de 177°C, y un punto de ignición de 204°C. La glicerina es completamente soluble en agua y alcohol, ligeramente soluble en éter, acetato de etilo y dioxano, e insoluble en hidrocarburos.

2.4.4 Propiedades químicas.

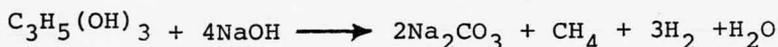
Presentamos ahora aquellas propiedades químicas que son de interés en nuestro análisis, pues como ya veremos más adelante, cierta parte de la pérdida de glicerina

en su proceso de obtención es debida precisamente a su descomposición durante las operaciones que se llevan a cabo.

a) Oxidación. Esta reacción es casi inexistente durante la obtención de la glicerina a partir de una saponificación, pues la glicerina es un compuesto muy estable frente al oxígeno atmosférico a condiciones normales. Sufre reacciones de oxidación por medio de agentes fuertemente oxidantes como lo son el dicromato de sodio, el permanganato de potasio y el peróxido de hidrógeno. También puede ser oxidado al calentarse con ciertas sales, formando gliceraldehído, formaldehído y acroleína. En presencia de un catalizador el glicerol puede ser oxidado con oxígeno atmosférico; al contacto con hierro y cobre, por ejemplo, se tornará corrosivo para los metales, pudiendo acelerarse aún más esta oxidación por un calentamiento y si más metal es disuelto se intensificará dicha oxidación; es este el motivo por el cual cuando el glicerol es utilizado bajo tales condiciones, como agente enfriador en sistemas automotrices, debe ser protegido con un inhibidor de corrosión.

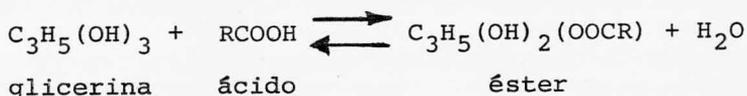
b) Descomposición por calentamiento con sosa. El glicerol se descompone al ser calentado con sosa cáustica formando varios productos, dependiendo de la temperatura.

ra y cantidad de sosa presente. Un ejemplo de esta descomposición lo podemos observar mediante las reacciones:

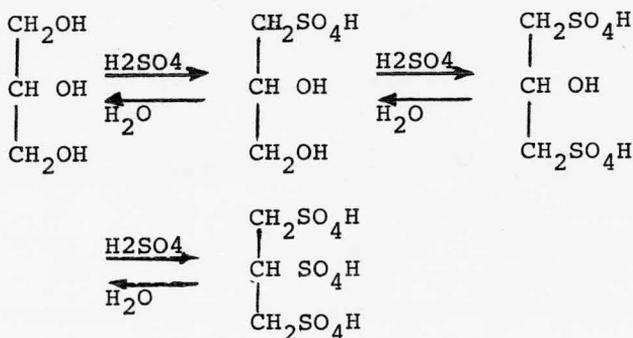


reacciones ambas que tienen lugar entre 300 y --
450°C.

c) Esterificación por ácidos orgánicos. Mediante este tipo de reacción, el glicerol se combina con ácidos orgánicos para dar lugar a la formación de un éster.



d) Esterificación por ácido sulfúrico. La esterificación completa del glicerol por la acción del ácido sulfúrico se puede representar en tres pasos:



El grado de esterificación de la glicerina no depende solamente de la cantidad de ácido utilizado, sino de su concentración, influyendo también el tiempo de reacción y la temperatura.

Esta reacción es el motivo de que no sea conveniente utilizar H_2SO_4 en vez de HCl al acidular las lejías durante su tratamiento como veremos más adelante en la operación de tratamiento de lejías de saponificación, pues además, al haber sodio en la solución se forman sales perjudiciales en el proceso.

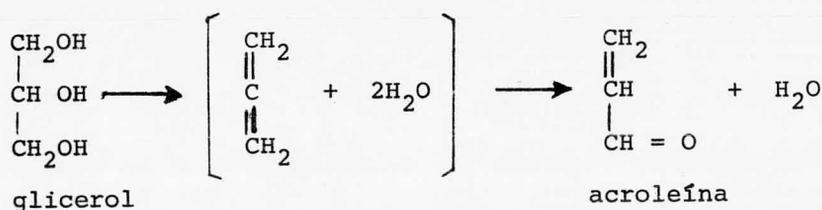
e) Polimerización. Esta es otra reacción indeseable desde el punto de vista de rendimiento de glicerina durante su proceso de obtención. Para la producción comercial de poliglicerol, la glicerina es calentada con un catalizador alcalino a una temperatura entre 200 y 275°C a presión normal o reducida. Los poligliceroles comerciales van desde las moléculas con dos monómeros (diglicerol) hasta aquellas que tienen seis (hexaglicerol).

Los poligliceroles se encuentran en cantidades variables dentro de los residuos conocidos como "pies" que se obtienen de la destilación del glicerol. Estos pies contienen grandes cantidades de sal si provienen de lejías de saponificación, así como ácidos grasos y otras sustancias -

no identificadas. Estos poligliceroles pueden ser extraídos con solventes tales como alcohol isopropílico, glicoles, al₂dehídos o cetonas.

f) Deshidratación y pirólisis del glicerol. -

La deshidratación del glicerol puede dar origen a varios -- productos, pero el principal de ellos es la acroleína. Su - formación se indica mediante la ecuación:



Los productos de la pirólisis del glicerol entre 430 - 450°C incluyen formaldehído, acetaldehído, acroleína y sus productos de adición, hidroxiacetona, acetol y grafito.

g) Biodegradación. El glicerol es fermentado - para producir acroleína por el microorganismo *B. amaracrylus*, mismo que causa el sabor agrio en los vinos. Un producto intermedio de esta fermentación es el aldehído hidracrílico.

2.4.5 USOS.

Virtualmente toda industria utiliza de alguna manera la glicerina, siendo muchos y muy variados sus usos en la actualidad.

Entre otras cosas la glicerina es usada en agricultura e industrias como: pintura, vidrio, metal, fotografía, papel, cosméticos, plásticos, adhesivos, alimentos, -- farmacéuticos, piel, hule y textiles. Día tras día los usos de la glicerina aumentan en todos los campos. Recientemente se ha encontrado que es de utilidad en la fabricación de pulidores, limpiadores, aereosoles, aislantes, productos veterinarios y dentífricos y aún en anticonceptivos.

Por sus propiedades conservadoras y su sabor -- dulce se le emplea en la fabricación de jarabes, licores, - frutas en conserva y en otras bebidas y alimentos. En la industria alimenticia, la "Food and Drug Administration" ha encontrado que es de fácil digestión y no tóxica. Se le usa como solvente, agente humectante e ingrediente en jarabes - como vehículo. Evita la cristalización del azúcar en dulces y helados, y recientemente se le ha utilizado como endulzante en goma de mascar sin azúcar.

Por sus propiedades humectantes se le utiliza - en la industria del tabaco.

Se usa también, calentada con cal de huesos, en la fabricación de rodillos de imprenta.

En la industria química es una materia prima de gran importancia. Se le usa en la fabricación de celofán, -

de polioles de poliéter, de explosivos (trinitroglicerina). En la industria de las pinturas es ampliamente utilizada para la fabricación de resinas alquidálicas, combinada con anhídrido ftálico, para dar lugar a la formación de un poliéster (gliptol) que es un polímero de ftalato de glicerilo.

En farmacia y cosméticos se le emplea para la preparación de ungüentos y pastas para el tratamiento de la piel reseca.

Por sus propiedades no secantes se le usa para añadirlo a plásticos, tintas de copiado, tintas de estampa-do, y tintas de imprenta.

En frenos y prensas hidráulicas es usado como fluido de alta viscosidad; los medidores de gas se rellenan con glicerina.

Una estimación del uso de la glicerina entre las diversas industrias ha sido reportada de la siguiente manera:

Resinas alquidálicas	25%
Tabaco	13%
Explosivos	5%

Celofán	17%
Medicinas y artículos de to- cador incluyendo pastas den tales	16%
Monoglicéridos y alimentos	7%
Espumas de uretano	3%
Otros usos	14%

3.0 DESCRIPCION DEL PROCESO

3.1 PROCESO DE SAPONIFICACION (obtención de la glicerina)

3.1.1 Introducción.

En la elección de un proceso para la manufactura de jabón en una planta en la que se desea obtener un - - buen rendimiento de glicerina como subproducto, son varios los factores que deben ser tomados en cuenta, como el escoger una mezcla de grasas adecuada al uso que se le va a dar al jabón como producto terminado; que el método permita obtener un máximo de productos comerciales a partir de un volumen de grasa determinado; el poder tener un completo control sobre el contenido de tanques y pailas durante el proceso y sobre la calidad del producto final y su composición en lo concerniente a grasas, agua, electrolitos, álcali libre, glicerina y grasa insaponificada; y poder recobrar una cantidad máxima de glicerina de la grasa saponificada contenida en una cantidad mínima de lejía de saponificación, produciendo así, soluciones de glicerina tan altas como sea posible.

3.1.2 Tipos de procesos.

Debido a la gran cantidad de productos de jabón existentes en el mercado, hay también un gran número de métodos prácticos para su manufactura. Los distintos métodos de producción pueden ser clasificados en tres grupos princi

pales: ' /

a) Proceso en frío. En este tipo de proceso - se tienen que mezclar cantidades estequiométricas de lejía concentrada y grasas hasta que la reacción se lleve a cabo. Este proceso tiene lugar cuando la carga de grasa contiene aceites de coco y palma principalmente. Es difícil mantener un control exacto sobre la composición del producto, siendo también casi imposible agregar una cantidad exacta de álcali que asegure que no habrá álcali libre ni grasa insaponificada después del proceso, por lo que generalmente se prefiere usar una cantidad menor a la requerida de álcali dejando grasa sin saponificar dentro del jabón.

Por este método no se obtiene glicerina, pues - ésta permanece en el jabón al no haber procesos adicionales para su extracción aunque, por otro lado, el rendimiento en la obtención de jabón es alto y con un mínimo de pérdidas - pues no se obtienen subproductos como lejías o nigres en el proceso. El costo del equipo es bajo debido a la rapidez y naturaleza simple del proceso. Al utilizar este método se - debe poner especial atención a que las materias primas sean puras, pues no habrá cambios y lavados para la eliminación de impurezas del producto final.

b) Proceso a media ebullición. Este proceso -

es muy similar al proceso en frío, difiriendo prácticamente sólo por el hecho de que los ingredientes son calentados -- hasta aproximadamente 90°C.

Este método tiene la ventaja sobre el anterior de permitir un cierto grado de control sobre la composición del producto, dado que al finalizar la saponificación la masa es lo suficientemente líquida como para permitir la adición de ácidos grasos libres o álcali para la neutralización de la mezcla, aunque al igual que el proceso anterior no se obtendrá glicerina como subproducto, pues ésta permanece dentro del jabón.

c) Proceso a completa ebullición. Los componentes grasos son hervidos con una solución alcalina ligeramente en exceso de la que se requiere para que la saponificación sea exacta. Una vez completada la reacción, se puede seguir por uno de dos caminos de acuerdo al tipo de jabón terminado que se desee:

1. Si por el proceso a completa ebullición se desea producir un jabón sin sedimentación, no habrá graneado después de la saponificación, sino que el producto permanecerá como estaba en el momento de completar la reacción.

Este proceso difiere del de media ebullición -- únicamente en que, en este caso, la masa permanece hirvien-

do y no sólo caliente como en el caso anterior. Se usa este tipo de proceso en la fabricación de algunos jabones blancos de potasio, usando aceite de linaza y en los que se deja la glicerina dentro de la masa saponificada.

2. En la segunda alternativa, el producto de saponificación es separado del exceso de agua, glicerina, álcali y electrolitos por medio de uno o varios procedimientos de lavado de sal o de graneado. A estos jabones se les llama jabones con sedimentación.

Existen dos tipos de jabones de sedimentación: en el primero de ellos, el graneado es completo, en cuyo caso serán llamados jabones coagulados o jabones hervidos sobre lejía clara; en el segundo, son producto de un graneado parcial y entonces no se formará directamente sobre la lejía clara sino sobre una solución jabonosa intermedia llamada nigre; estos jabones reciben el nombre de jabones ajustados, genuinos o de saponificación.

En el primero de los casos el rendimiento de paila (por "batch") será mayor que en el segundo, en el que se forma el nigre; sin embargo, los rendimientos finales de jabón son idénticos en ambos procesos. Otra ventaja de los jabones sedimentados sobre nigre, es que se requiere un mayor espacio de pailas y durante un mayor tiempo, pues hay -

la necesidad de trabajar los nigras; pero en contraposición a ésto, los jabones puros ajustados son de mejor calidad, especialmente en lo que se refiere a textura, con respecto a los sedimentados sobre lejía clara, además de que se podrá obtener la completa garantía sobre el control en la composición última del producto final.

3.1.3 El proceso a completa ebullición.

Es precisamente éste el tipo de proceso del que nos vamos a ocupar, y más específicamente del caso en el -- que se lleva a cabo una sedimentación posterior a la terminación de la saponificación. Mediante este proceso es posible obtener rendimientos relativamente altos de glicerina a partir de las lejías separadas de la masa jabonosa, por lo que ha sido este método el empleado por la mayoría de los - fabricantes de jabón que venden glicerina como subproducto importante.

Es además este proceso el más complejo de los - utilizados actualmente para la fabricación de jabón, por lo que es indispensable un control exacto de las condiciones - en que se lleva a cabo.

Veamos enseguida más ampliamente algunos deta- - lles importantes involucrados en este proceso.

Después de la saponificación, que es en sí una operación exacta, el jabón debe ser llevado a través de una serie de cambios de fase para la eliminación de impurezas, recuperación de glicerina y reducción del contenido de humedad hasta un nivel relativamente bajo (30%).

La saponificación se lleva a cabo en grandes --pailas cilíndricas con fondos cónicos provistos de serpentines para vapor, tanto abiertos como cerrados. Algunas pailas son abiertas y otras no, pero todas están provistas con tubos para la alimentación de grasas, agua, lejía, salmuera, nigre y jabón traído de otras partes de la planta. La capacidad de tales pailas puede exceder de noventa mil litros.

El "batch" de jabón base es iniciado generalmente con un "pie de paila" dejado del hervido anterior. Al hacer la selección de la carga de grasa que va a ser alimentada a la paila para ser saponificada, las principales consideraciones que deben ser tomadas en cuenta son: proveer una mezcla de grasas conteniendo ácidos grasos saturados e insaturados, largos y cortos, en proporciones adecuadas de acuerdo a las cualidades deseadas de estabilidad, dureza, solubilidad, facilidad de moldeo, etc., en el producto final, y un refinado y blanqueado suficiente de la carga de grasa, que nos asegure una buen apariencia. Generalmente se

usan mezclas de sebo, aceite de coco y aceite de semilla de ajonjolí. La calidad de los sebos y los aceites debe ser -- cuidadosamente regulada por medio de análisis de color y -- del contenido de ácidos grasos e impurezas. El aceite de se milla de ajonjolí, se usa como ablandador de ciertos sebos.

Aún cuando estas materias primas deben ser homo logadas contra una calidad standard antes de entrar a la -- planta, los sebos y aceites son blanqueados dentro de la -- planta antes de ser procesados en la manufactura del jabón.

Después de que han sido agregados los aceites, el sebo, la lejía y la sosa caústica, y la reacción de sapo nificación se ha completado, se procede a la adición de sal seca y salmuera a fin de llevar a cabo el graneado. El obje to de este graneado es separar el jabón de la glicerina de saponificación contenida en la lejía.

El jabón empezará a aglomerarse en la parte superior de la paila en forma de una masa burda a la que co-- múnmente se le denomina cuajado o "cera de paila". Esta for ma de textura de cera a temperaturas de ebullición del ja-- bón, es transformada en una masa blanca sólida, mediante en friamiento. La mayor parte de la glicerina es recobrada en el licor extraído de la saponificación en el primer sangrado.

En operaciones que no son a contracorriente, la lejía puede alcanzar un contenido del 6 al 8% de glicerina. Es necesario realizar subsecuentes cambios de salmuera o lavados para hacer la recuperación sustancialmente completa. Estos son llevados a cabo mediante la adición de agua sobre la masa coagulada para llevar nuevamente los componentes -- del "batch" a la región líquida y poder repetir el graneado. El número de lavados dados a un "batch" es de dos o tres -- después del lavado de la saponificación. Cada uno de los lavados realizados drenan de la paila algo de glicerina, pero ninguno de ellos por separado contiene la suficiente cantidad para ser procesados en la planta de glicerina. Debido a ésto se ha establecido un proceso con el fin de incrementar el porcentaje de glicerina en cada lavado. La lejía utilizada para el tercer o último lavado se forma, ya sea con sal, agua y sosa cáustica, o bien, es tomada de los lavados hechos al jabón de nigre o al jabón que contiene todas las impurezas que se aglomeran en el fondo de la paila. Estos jabones se reconocen por su color más oscuro y son removidos de la paila para ser procesados por separado y ser vendidos a compañías manufactureras de jabón de lavandería o para la elaboración de jabones de baja calidad. La lejía obtenida del lavado del jabón de nigre tiene un porcentaje bajo en glicerina, que va del 2 al 6%. Después de que la lejía ha -

sido empleada para un tercer lavado se ha ganado algo de -- glicerina. Esta lejía es almacenada y utilizada en el segundo lavado donde gana un poco más de glicerina.

La lejía que se usa en el segundo lavado es usada de nuevo en el lavado primero o de saponificación, en -- donde el porcentaje de glicerina llega a un máximo. La glicerina de la saponificación está en este punto, lista para ser transportada a la planta de glicerina donde será concentrada y refinada. Este proceso tal como se ha descrito se -- ilustra esquemáticamente en el diagrama 3-1.

En algunos casos, con el fin de aumentar un poco más el rendimiento de glicerina en las lejías de saponificación, se incorpora el nigre de un "batch" anterior durante el lavado en vez de añadirlo a la grasa de saponificación fresca.

El sistema de lavados mostrado en el diagrama -- es a contracorriente, pero las lejías obtenidas de los lavados no son transferidas directamente a otro "batch" sino -- que son almacenadas en tanques para ser usadas posteriormente. Teóricamente, el sistema a contracorriente debe aportar una recuperación del 95% de la glicerina disponible, con -- una relación menor a una libra de lejía de saponificación -- producida por cada libra de grasa saponificada.

TRATAMIENTO DE LEJIAS

DIAGRAMA DE FLUJO

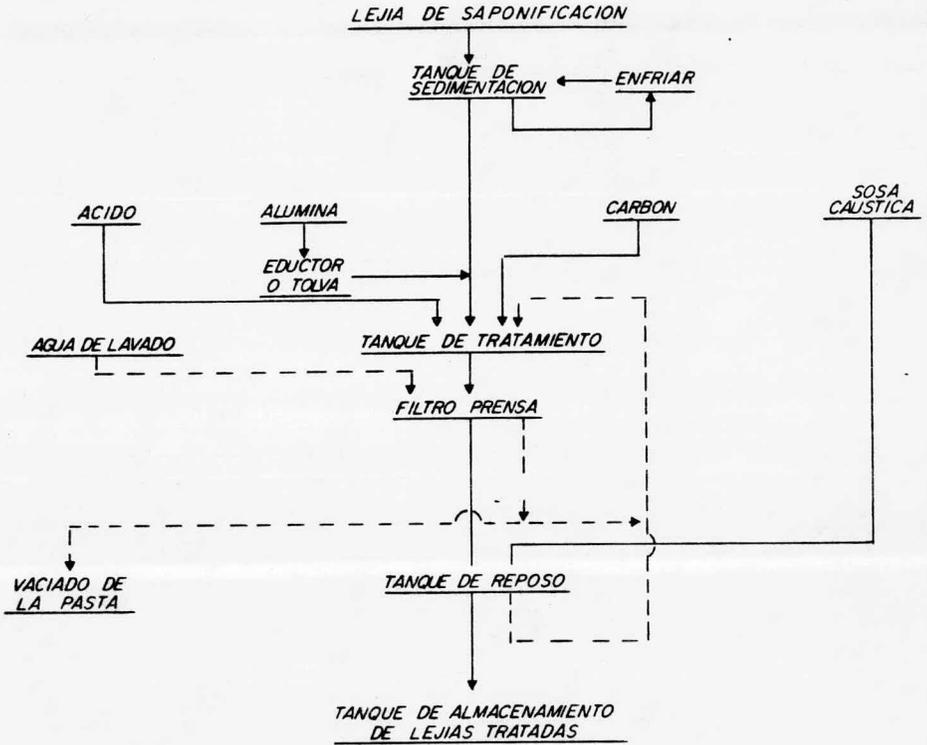


FIGURA 3-1

La operación de "acabado" o "ajuste" se lleva a cabo hirviendo con agua hasta alcanzar la consistencia deseada. Una vez que el "batch" es dejado en reposo, éste se separará en una capa superior de jabón limpio y una capa inferior más delgada de nigre. El objeto principal de la separación es la purificación del jabón de saponificación. El nigre, como ya se mencionó antes, retiene la mayor parte de mugre, materiales colorantes, sales metálicas y otras impurezas indeseables en el "batch", así como también gran parte de las sales disueltas y el álcali libre.

El jabón que se produce por este método es solamente un jabón base que debe ser transportado a líneas de manufactura de distintas marcas en donde se le agregan otros ingredientes como perfumes, desodorantes, colorantes o germicidas para obtener el producto final que saldrá a la venta.

En el transcurso de este método es necesario, con el fin de obtener una operación técnica óptima, considerar y establecer ciertos patrones para tener una medida de control. Enseguida mencionaremos los patrones que se refieren al control de pérdidas de materiales que se originan durante el proceso:

- a) Pérdidas de solución alcalina. Son dos las

fuentes principales de pérdidas de álcali en el proceso a completa ebullición: el álcali que queda en la lejía de saponificación que será mandado a la refinación de glicerina y la lejía de desperdicio que es enviada a alcantarillas. Siendo de estas dos, la primera, la que más costo involucra, pues además del álcali, se desperdiciarán productos químicos extras para neutralizar la lejía en la operación de tratamientamiento.

Esto podría evitarse hasta cierto punto, suministrando, ya sea ácidos grasos, o bien grasas neutras en exceso mientras se extiende el tiempo de hervido. Pero se debe encontrar un balance económico entre el costo de aumentar el tiempo de ebullición y usar más ácidos grasos, y el costo de dejar el álcali dentro de la lejía de saponificación, llegando así al máximo de álcali por ciento permisible en una lejía de saponificación.

b) Cantidad de lejía formada. Es también importante conocer la máxima cantidad permisible de lejía gastada en relación a los materiales saponificados. Esto depende en gran parte del tipo de sistema de paila empleado (a contracorriente o no), si las pailas usan vapor abierto o cerrado, y también qué tanto se desea recobrar de glicerina, así como del espacio disponible para el almacenamiento.

c) Pérdida de jabón en la lejía. Todas las --

lejías contienen pequeñas cantidades de jabón disuelto, que normalmente varía de 0.05 a 0.5%. Para poder evitar un porcentaje excesivo de jabón en estas lejías es necesario tener un control sobre la composición (por medio de la gravedad específica) de las lejías antes de que abandonen las pailas para poder proveer un contenido de sal lo suficientemente alto para asegurar un porcentaje mínimo de jabón disuelto. Se debe tener cuidado, de cualquier manera de dejar la gravedad específica uno o dos grados Baumé por debajo del punto en que el contenido de jabón en la lejía se vuelve constante al aumentar el contenido de sal.

d) Pérdida de glicerina. Para conocer la cantidad adecuada permisible de pérdida en la glicerina dejada dentro del jabón de saponificación, se debe hacer un estudio detallado del sistema en uso, pudiendo así calcular el costo adicional que representa un aumento en el porcentaje de recuperación. El aumento en costo es principalmente causado por el aumento de lejía que se forma después de la saponificación. Se debe hacer énfasis en considerar todas las condiciones a fin de llegar a un balance real entre la cantidad adicional de glicerina que sería recuperada, y el costo de obtenerla.

El método más seguro de hacerlo es establecer dos columnas: sistema A y sistema B, bajo las cuales se lis

ten todos los componentes del costo en el departamento de pailas. Algunos costos son fijos, otros variables, pero se puede tener la certeza del costo total de operación mediante el listado de ellos. La diferencia puede expresarse ya sea como costo unitario por recuperación adicional de glicerina, o como costo total de glicerina recuperada. En algún punto una recuperación mayor de glicerina se verá contrabalanceada con un costo adicional, y será necesario establecer el punto en el que se obtenga un beneficio satisfactorio.

3.2 TRATAMIENTO DE LEJIAS

Una vez producida la glicerina a partir de aceites o grasas mediante la saponificación, debe ser recuperada de las lejías en donde se le encuentra en forma de una solución más o menos diluída acompañada de sustancias extrañas, algunas de las cuales tienen su origen directamente en los aceites y grasas usados como materias primas, y otras que son introducidas durante el proceso.

El paso inicial para efectuar la recuperación es, por lo tanto, purificar la solución mediante la eliminación de las sustancias disueltas aparte del glicerol, tanto como sea prácticamente posible por medio de precipitación y filtración; de esta manera se dejará la solución en condi--

ciones de ser concentrada por medio de evaporación como lo veremos más adelante.

Los beneficios obtenidos con un buen tratamiento son principalmente:

Mejorar el olor y color de la glicerina.

Evitar la formación de espuma durante el proceso de evaporación.

Mejorar el color de la sal.

Disminuir la tendencia de las sales a aglomerarse.

Disminuir la pérdida de las "borras" o "pies" de los procesos de destilación.

3.2.1 Composición de las lejías.

Las lejías obtenidas del lavado inicial o de saponificación que son las que serán transportadas a la planta de glicerina, contienen además de 12 a 18% de glicerina, una considerable cantidad de sal (8 a 20%), una pequeña cantidad de alcalinidad libre (Na_2O .75% aprox.), e indicios de jabón disuelto, además de ciertas impurezas de las grasas - (impurezas orgánicas, compuestos nitrogenados solubles, resinas, sustancias colorantes, sales de sodio de bajo peso molecular, ácidos grasos oxidados, hidrocarburos y produc--

tos de descomposición de grasas y glicerol). Algunas de estas impurezas se sedimentan en el fondo mientras que otras flotan a la superficie.

3.2.2 Operaciones involucradas.

El tratamiento consta de una serie de operaciones destinadas a eliminar casi todas las impurezas orgánicas de la lejía, y pueden dividirse en tres principalmente:

a) Enfriamiento - reposo La lejía bombeada - desde la paila hasta los tanques de tratamiento viene a una temperatura a la que el jabón es totalmente soluble en ella, siendo necesario enfriarla para que el jabón pierda su solubilidad. Es necesario también un tiempo adecuado de reposo (aproximadamente 8 horas) para que el jabón se deposite en la parte superior de los tanques y sea posible desalojarlo.

b) Tratamiento ácido coagulante. Mediante esta operación se combinan los ácidos grasos presentes y el jabón de sodio aún disuelto en la lejía con compuestos químicos que romperán su estructura formando jabones insolubles que serán de fácil separación. Además, al agregar estas sustancias se provocará la formación de una masa gelatinosa de alto poder de absorción, que englobará la mayoría de las impurezas que se encuentren en estado de suspensión, haciendo de este modo fácil su eliminación mediante filtración.

c) Filtración - neutralización Con esta operación se eliminarán las sustancias coaguladas en la solución, obteniendo así un filtrado claro y transparente. Debido a las adiciones de ácido anteriores, es necesario agregar sosa cáustica, a fin de regular el ph, llegando a una solución neutra, pues así se evitará la corrosión en el equipo de evaporación.

3.2.3 Tratamiento con alúmina y ácido clorhídrico.

Este tipo de tratamiento es el que dá una mejor calidad de glicerina, partiendo de lejías de saponificación. Es éste, por lo tanto, el proceso al que nos referiremos y que se ilustra en el plano No. 1, al que se refieren los números de equipos mencionados en esta sección.

Una vez que se encuentra la lejía de saponificación en los tanques de tratamiento (equipos No. 1,2,3) y -- que se han enfriado (equipo No. 4) hasta una temperatura aproximada de 65°C y ha reposado por espacio de 8 horas, se le quita el jabón que se forma en la superficie y se puede proceder ya al tratamiento propiamente dicho. El jabón obtenido en este caso es regresado a las pailas de saponificación.

De experiencia previa (de acuerdo a tipo de lejía obtenida) se agrega la cantidad de alúmina - - - - -

S I M B O L O G I A

	VALVULA DE GLOBO
	VALVULA DE BLOQUEO Y SANGRADO
	VALVULA DE COMPUERTA
	VALVULA DE RETENCION
	VALVULA DE MARIPOSA
	VALVULA DE BOLA
	VALVULA DE DIAFRAGMA
	VALVULA "CHECK" O ROMPEDORA DE VACIO
	VALVULA DE 3 PASOS
	VALVULA DE 4 PASOS
	BRIDA
	CAMBIO EN TAMAÑO DE TUBERIA
	BRIDA EN 8
	CONEXION FLEXIBLE
	TRAMPA DE VAPOR
	FILTRO
<i>AB</i>	LINEA DE AIRE
<i>SB</i>	LINEA DE VAPOR
<i>DC</i>	CONEXION DE DRENAJE
<i>SC</i>	CONEXION DE MUESTREO
	BOMBA CENTRIFUGA

S I M B O L O G I A

	VENTEO DEL TANQUE
	CUBIERTA LIBRE
	VALVULA DE VENTEO
	VALVULA DE SEGURIDAD
	ARRANCADOR
	DISCOS DE RUPTURA
	PRESION MAXIMA PERMITIDA (PSIG)
	VACIO MAXIMO PERMITIDO (PSIG)
	ORIFICIO
	VALVULA DE CONTROL
	SELLO DE DIAFRAGMA
	SELLO FLEXIBLE
	CABLE ELECTRICO
	CAPILAR
	LINEA DE INSTRUMENTO DE PROCESO.

INSTRUMENTACION

<i>PI</i>	INDICADOR DE PRESION
<i>TI</i>	INDICADOR DE TEMPERATURA
<i>PCV</i>	VALVULA DE CONTROL DE PRESION
<i>LSL</i>	SWITCH DE NIVEL BAJO
<i>LSH</i>	SWITCH DE NIVEL ALTO
<i>OG</i>	VIDRIO DE OBSERVACION
<i>TIC</i>	CONTROL INDICADOR DE TEMPERATURA
<i>TT</i>	TRANSMISOR DE TEMPERATURA
<i>TR</i>	GRAFICADOR DE TEMPERATURA
<i>PDI</i>	INDICADOR DE PUNTO DE PRESION
<i>LA</i>	ALARMA DE NIVEL
<i>ZC</i>	CONTROL DE POSICION
<i>FO</i>	ORIFICIO DE FLUJO

EQUIPOS DEL DIAGRAMA I

1,2,3 TANQUES DE TRATAMIENTO

4 ENFRIADOR

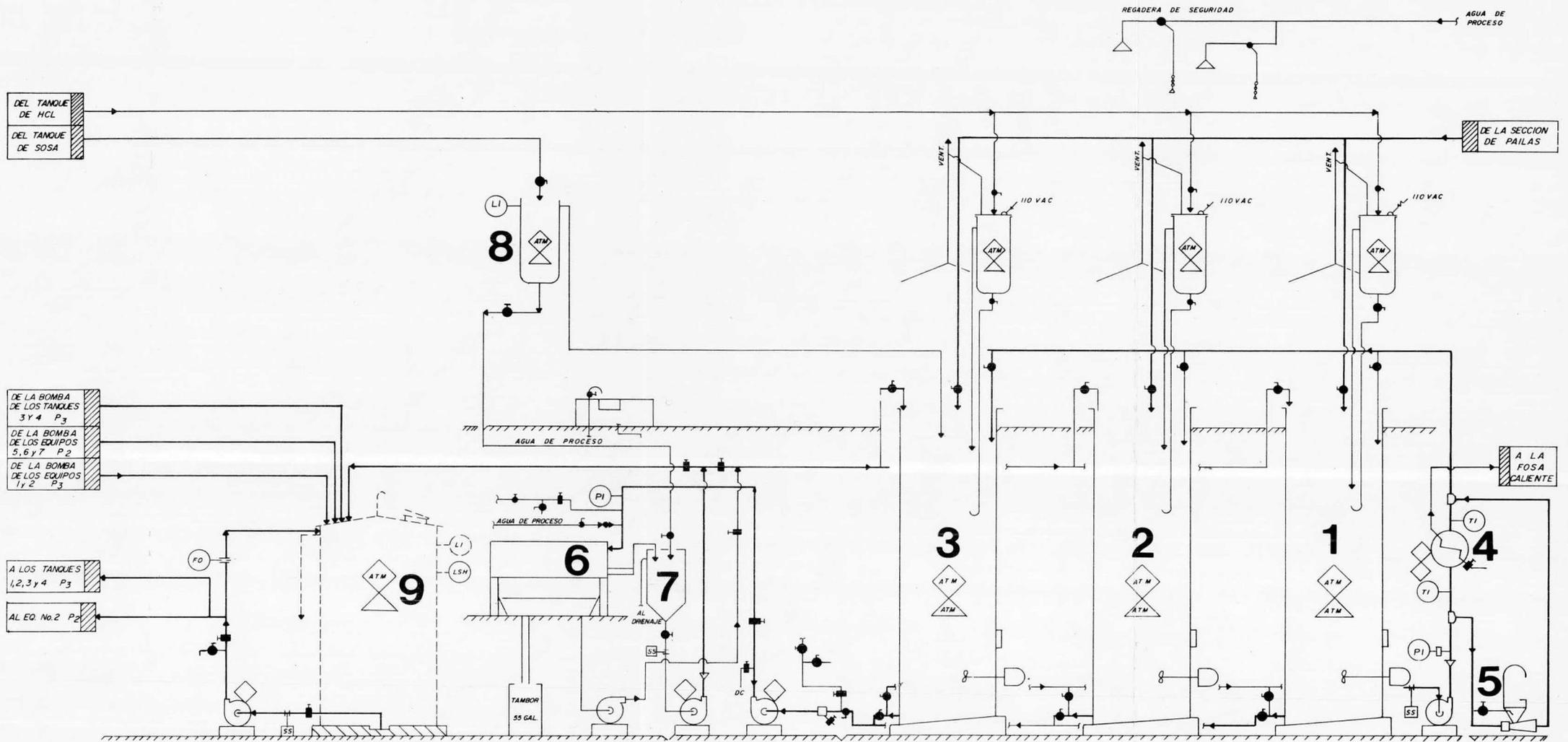
5 EDUCTOR

6 FILTRO PRENSA

7 TANQUE DE NEUTRALIZACION

8 TANQUE DE SOSA

9 TANQUE DE ALMACENAMIENTO



TESIS PROFESIONAL

INGENIERO QUIMICO

FRANCISCO RUIZ NUÑO
RAUL GONZALEZ AHUMADA
U. N. A. M.

DIAGRAMA I

$(\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (8\text{H}_2\text{O}))$, requerida para una buena coagulación de las impurezas (generalmente 0.35%). La adición de alúmina - se lleva a cabo por medio de una tolva (equipo No. 5). El - objeto de ésto es evitar la coagulación en la superficie en caso de que la alúmina fuera agregada directamente sobre la parte superior del tanque. Una vez hecha la adición se agita el contenido del tanque durante aproximadamente 15 minutos.

El sulfato de aluminio precipita y quita de la lejía los jabones disueltos y suspendidos, materia nitrogenada soluble y en parte, ácidos grasos de bajo peso molecular y sus sales. El aluminio reacciona también con cualquier exceso de sosa cáustica para formar un precipitado -- floculento de hidróxido de material albuminoso y de otras - impurezas orgánicas. Enseguida se toma una muestra del tanque y se determina por medio de una titulación potenciométrica la cantidad de HCl que debe añadirse para alcanzar un pH adecuado. Se añade la suficiente cantidad de ácido clorhídrico con el fin de neutralizar la sosa remanente después de la reacción con el sulfato de aluminio.

Se debe acidular de tal forma que el pH permanezca entre 5.0 y 6.0. Si el pH baja demasiado, gran parte de la alúmina se redisolverá incrementándose así la corrosión del equipo. Se efectúa la prueba de "turbidez" inmedia

tamente después de agitar la lejía tratada para tener la seguridad de haber agregado la suficiente cantidad de alúmina. Para hacer esta prueba se filtran aproximadamente 10 ml. de lejía tratada añadiendo un poco de alúmina y agitando. La prueba es positiva si aparece cualquier enturbiamiento. Si esta prueba resulta positiva, se debe continuar con el tratamiento hasta que resulte negativa.

Ya que se tiene la lejía con la cantidad de alúmina suficiente, se procede a la prueba de "turbidez ácida", agregando en una muestra filtrada un exceso de HCl y verificando que no haya un enturbiamiento posterior (resultado negativo), en caso de que la prueba resulte positiva, significará que hace falta agregar más ácido a la lejía.

Cuando la lejía ya ha sido apropiadamente tratada, se filtra bombeándola a través de un filtro prensa (equipo No. 6), por medio de una bomba centrífuga. El cuerpo del filtro prensa está formado por lonas de algodón.

Es conveniente hacer una segunda filtración alcalina en los casos en los cuales las lejías conservan aún algunas impurezas. Cuando esto se lleva a cabo se procede a una adición de sosa cáustica al filtrado de tratamiento de ácido, hasta llevarlo a un pH de 8.5 a 9. Bajo estas condiciones, la pequeña cantidad de alúmina aún disuelta se pre-

cipitará llevando consigo algún jabón y otras impurezas restantes. Normalmente se requiere entre 0.03 y 0.05% de NaOH para el tratamiento alcalino. Se debe tener un cuidadoso control sobre el pH, siendo preferible dejarlo en 8.5 que cercano a 9. El exceso de alcalinidad causará polimerización de glicerol en los pasos siguientes, mientras que un exceso de acidez permitirá que algunos ácidos grasos remanentes después del tratamiento destilen junto con el glicerol. El licor tratado es bombeado al filtro prensa, regresando el filtrado al tanque original hasta que se clarifique. Una vez filtrado este lote se reacidifica hasta un pH de 5 a 7 para poder pasar a evaporación.

El método de tratamiento de la lejía de saponificación aquí descrito no es el único empleado. Existen otros métodos, uno de ellos es el de cloruro de calcio-sosa. La adición de un ligero exceso de solución de cloruro de calcio a la lejía, precipita el jabón presente, pero no remueve muchas de sus otras impurezas. Consecuentemente, en las lejías de bajo grado el cloruro de calcio no es tan efectivo como el aluminio o las sales de hierro. Después de eliminar el precipitado por filtración, el exceso de calcio en solución dentro del filtrado se precipita con carbonato de calcio, mediante adición de sosa. La lejía es filtrada y está lista para ser concentrada hasta un 80% para formar la

glicerina cruda.

Aunque los costos del tratamiento de cloruro de calcio y sosa son considerablemente menores que en los otros métodos, la glicerina cruda producida es adecuada solamente para la producción de lejía destilada amarilla y glicerina de alta densidad, pero no es satisfactoria para la glicerina Q.P. y U.S.P. al ser refinada.

Después de filtrada la lejía tratada se lleva a un tanque intermedio (equipo No. 7) en donde se neutraliza en operación continua con sosa proveniente de un tanque elevado (equipo No. 8); finalmente es mandada al tanque de almacenamiento (equipo No. 9) de donde puede ya pasar a evaporación.

3.3 EVAPORACION

La evaporación de lejías de sal y glicerina (lejías tratadas), es esencialmente una operación para la eliminación del 94% aproximadamente de las sales que contiene y una gran cantidad de agua tan rápida y económicamente como sea posible con una pérdida mínima de glicerina alcanzando así un concentrado de aproximadamente 80% de contenido de glicerol (glicerina cruda).

Esta operación es probablemente la más importante de todo el proceso, pues es en la que se involucran más -

variables a controlar simultáneamente durante su desarrollo, siendo por este motivo la que se encuentra más expuesta a -- originar pérdidas de glicerina, debido principalmente a una baja eficiencia.

La evaporación de lejía obedece a los principios teóricos generales que rigen este tipo de procesos, por lo -- que sólo enfatizaremos aquellos aspectos particulares de esta operación y aquellos que afecten la eficiencia en forma -- directa o apreciable.

El precio de la glicerina será el que a última -- instancia determine el grado y minuciosidad de recuperación deseada. En todos los casos, tanto el llevar más adelante la recuperación de glicerina en forma diluída, como la subse- -- cuente evaporación de tales soluciones se hacen más costosas al aumentar el rendimiento total de glicerina. Es por esto -- que bajo una determinada condición, debe establecerse hasta qué punto puede ser llevada a cabo la recuperación, económi- ca y convenientemente.

Como ya hemos mencionado, lo primero que se debe cuidar es que los licores que serán evaporados hayan sido -- propiamente tratados y filtrados, pues de otra forma será -- imposible alcanzar la calidad deseada de glicerina cruda.

La composición de los licores influye de una ma-

nera determinante en el diseño de un evaporador de glicerina. Para la evaporación de las lejías tratadas de saponificación se debe contar con un dispositivo que permita la eliminación de la sal que será precipitada al irse concentrando la solución, de preferencia sin que la evaporación se vea interrumpida.

3.3.1 Métodos antiguos de evaporación.

Como en algunas otras industrias, la evaporación de los licores de glicerina se llevaba a cabo anteriormente en recipientes abiertos con calentamiento y a presión atmosférica. Esto tiene desde luego muchas objeciones; ocupan demasiado espacio y es mucho el calor que se desperdicia, siendo además la velocidad de evaporación demasiado baja. Era difícil y lento llegar a concentraciones altas y se requería vapor de muy alta presión. A estas altas temperaturas a las que se operaba era mucho mayor la pérdida de glicerina que en una evaporación al vacío. Además por la falta de medios de circulación del líquido, la sal se depositaba en los tubos de calentamiento, aislándolos y reduciendo su capacidad. No había tampoco ningún medio simple o conveniente de lavar o eliminar las sales precipitadas en la evaporación. Ya desde hace bastante tiempo, los manufactureros de jabón han adoptado, para la recuperación de la glicerina, los evaporado

res de tipo de tubo verticales operando bajo vacío, y son todavía a la fecha los más utilizados. En el diseño de estos - evaporadores se han hecho ciertas implementaciones, pero todos ellos operan bajo los principios básicos de una evaporación al vacío.

3.3.2 Tipos de evaporación (formas prácticas de evaporación)

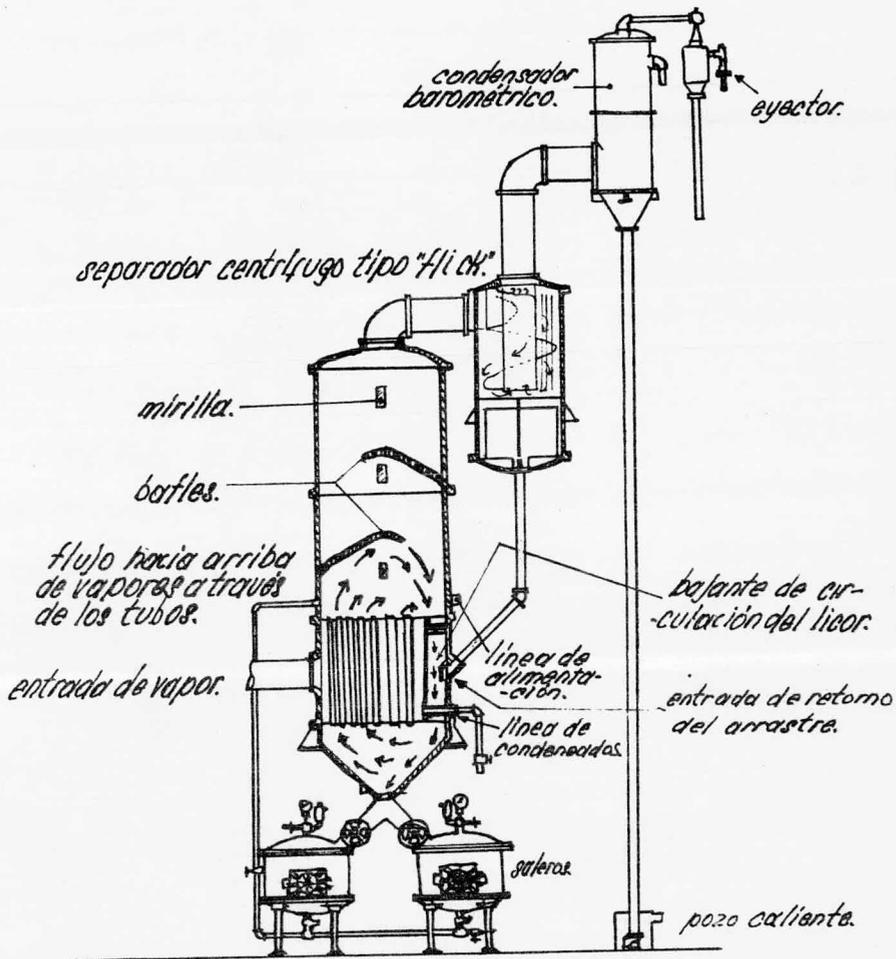
La evaporación de soluciones de glicerina se con fina a la utilización de dos métodos, de acuerdo al número - de evaporadores empleados.

a) Evaporación de simple efecto. Un evaporador de simple efecto tiene un costo inicial menor, pero requiere aproximadamente el doble de vapor y de agua de condensación que uno de doble efecto que realice el mismo trabajo.

La evaporación a simple efecto se usa cuando se dispone de vapor agotado o cuando se desea tener una mínima cantidad de equipo. Cuando se dispone de vapor vivo es usual evaporar en doble efecto pues así las necesidades de vapor y agua serán mucho menores.

Un evaporador de simple efecto se muestra en la figura 3-2.

En esta operación, la concentración completa des de 15 a 80% de glicerina se efectuará en un sólo paso.



dibujo 3-2; evaporador de efecto simple.

El diseño del evaporador debe ser tal, que dé -- una máxima eficiencia en consumo de vapor y una alta velocidad de transferencia de calor para que el equipo resulte económico en operación y tenga una mayor capacidad.

Como se observa en la figura 3-2, se trata de un evaporador standard de tubos verticales cortos. Los diámetros de los tubos varían de 1 1/2 a 3" de diámetro y de 4 a 5 ft de alto. La calandria viene equipada con una bajante que puede ser excéntrica o anular, y cuyo diseño es tal que produce una circulación en dirección hacia arriba por los tubos y hacia abajo en la bajante. Hay además un par de saleros destinados a la recuperación de la sal, cuya descripción y funcionamiento trataremos más adelante. El material del cuerpo del evaporador es de acero al carbón con un pequeño porcentaje de níquel para hacerlo resistente a la corrosión; los tubos de la calandria están hechos de cobre.

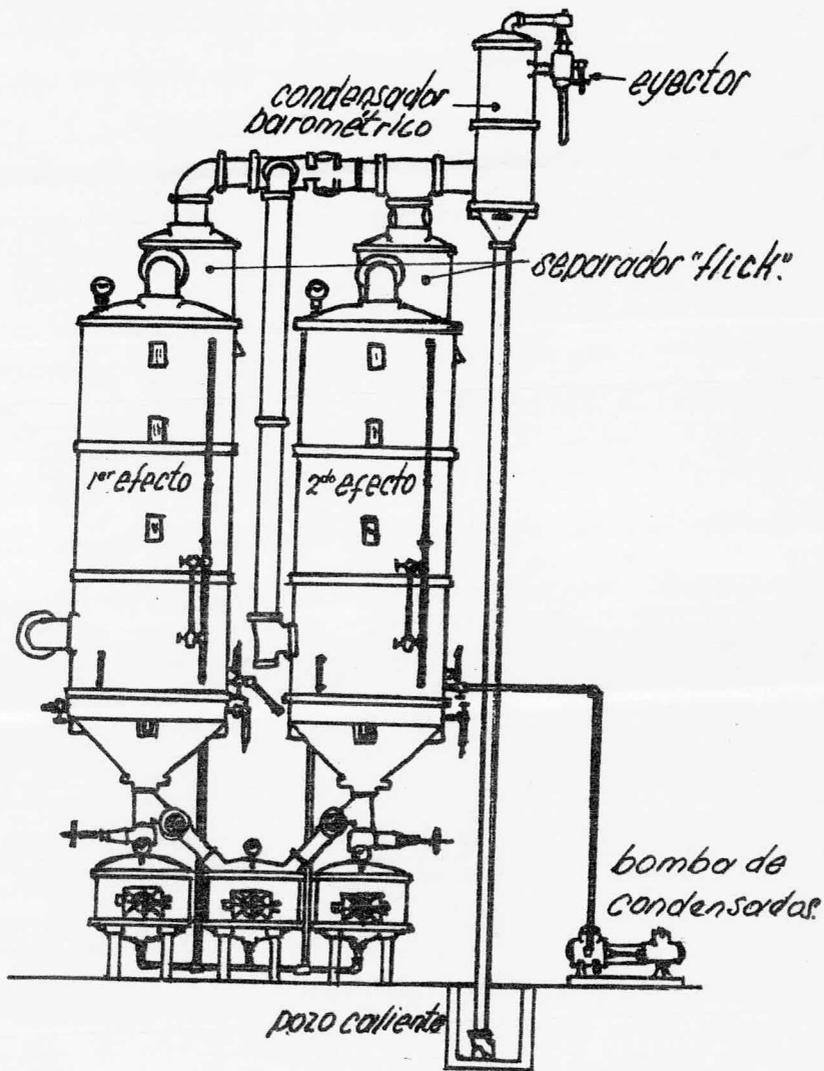
Algunos evaporadores, como el caso del que se -- muestra en la figura 3-2, vienen equipados con un separador tipo "Flick", que consiste esencialmente en un dispositivo -- provisto de baffles helicoidales que dirigen el paso de vapor desde la entrada hasta una salida apropiadamente dispuesta -- en la parte inferior, desde donde volverá subir hasta salir por la parte superior, mientras que las partículas líquidas

caerán a una cámara aislada desde donde serán regresadas al evaporador. La eficacia del separador "Flick" se debe a la separación centrífuga de las partículas entrantes y el completo desalojo del arrastre separado del camino de los vapores.

El equipo de vacío consiste generalmente en un condensador barométrico y un eyector de vapor de dos pasos. Para una buena operación debe mantenerse una presión uniforme en el eyector. La función de este equipo es la de eliminar el aire y los no condensables que venían mezclados con la lejía.

b) Evaporación de doble efecto. No es difícil operar con un evaporador de doble efecto y producir glicerina cruda, pero para operar la unidad a su eficiencia y capacidad máximas, economizando vapor y tiempo, se requiere de una cuidadosa atención a un gran número de detalles.

El objetivo principal al efectuarse este tipo de operación es el de ahorrar vapor, pues la velocidad de evaporación es casi la misma si se opera con el doble efecto que si se hace con un solo evaporador a simple efecto. En la figura 3-3 se ilustra esquemáticamente el funcionamiento de este tipo de evaporador. En esta operación, la primera calandria es alimentada con vapor vivo y la calandria del segundo



dibujo 3-3 ; evaporador de doble efecto.

se alimentará con el vapor desprendido de la lejía del primero.

Un doble efecto consiste de dos cuerpos de evaporación equipados cada uno con calandria, cámara de vapor y baffles, tres saleros que permiten una operación continua, un separador para cada efecto, eyector de vacío y tubería de conexión.

La tubería de un evaporador de doble efecto puede estar dispuesta (1) tal que la unidad pueda ser operada como doble efecto solamente, (2) que, además de operar como doble efecto, el segundo de los efectos pueda ser operado como un efecto simple para terminado, o (3) que, además de operar como un doble efecto, uno o ambos de los efectos puedan ser operados como efectos simples (este es el caso que se ilustra en la figura 3-3).

3.3.3 Saleros.

Al concentrar lejías tratadas de saponificación para obtener glicerina cruda, se elimina del 11 al 15% de sal de esta lejía, dependiendo la cantidad exacta de las cantidades de sal y glicerina presentes en la lejía y la concentración de la cruda terminada.

Tan pronto como el licor en cualquiera de los efectos alcanza el punto de saleo, (el punto de saleo es

cuando se alcanzan las condiciones de temperatura y concentración dentro del licor, tales que hagan que se llegue al punto de saturación de la solución, ocasionando que la sal cristalice), la sal comenzará a cristalizar y caerá hacia el fondo del evaporador. La presencia de sal puede observarse fácilmente en el licor que es lanzado contra las mirillas. Después de que la sal ha comenzado a cristalizar, la lejía deja de tener poder de disolución sobre cualquier sal que haya quedado en los tubos en operaciones anteriores, -- pues es una solución de sal sobresaturada, y en este momento es cuando se debe empezar a quitar la sal de los evaporadores.

El método de separación que vamos a describir -- es el que se conoce como método de saleros ("salt boxes"). En este método se emplean tres recipientes o cámaras bajo la calandria en los que la sal de una operación completa es colectada. Después de terminar una operación, la carga entera es dejada caer al tanque que tiene fondo falso cubierto con una cama filtro de malla de alambre y tela filtrante. -- La glicerina es bombeada entonces hacia afuera de este fondo falso. La sal se lava primeramente con lejía, después -- con agua, siendo los licores bombeados de regreso al tanque de alimentación del evaporador. Mediante este procedimiento, el contenido de sal en la glicerina puede bajarse hasta --

0.5 a 2%, dependiendo de la cantidad del lavado y el cuidado puesto en la operación.

Además de este método existen otros dos ampliamente usados: el método extractores de sal y el método de tambores de sal y centrífugas.

3.3.4 Descripción del proceso.

La lejía es bombeada desde el tanque receptor de lejía tratada (equipo No. 9, plano 1) a través de un precalentador (equipo No. 1, plano 2) hasta el primer evaporador de doble efecto (equipo No. 2, plano 2). El precalentador usa como medio de calentamiento parte del vapor proveniente del primer efecto. La temperatura de entrada al evaporador de la solución que va a ser concentrada será de 80 a 90°C.

El primer efecto es operado con una presión absoluta positiva de aproximadamente 1.5 Kg/cm^2 y es calentado con una presión de vapor absoluta de 3 Kg/cm^2 . Debe tenerse cuidado de no suministrar vapor hasta que el nivel de la lejía tratada esté por encima de la parte superior de la calandria, lo que puede verificarse a través del vidrio de observación o mirilla inferior. El nivel del líquido debe ser mantenido entre las dos mirillas durante la operación. Para ésto se requerirá que la alimentación de la lejía se -

EQUIPOS DEL DIAGRAMA 2

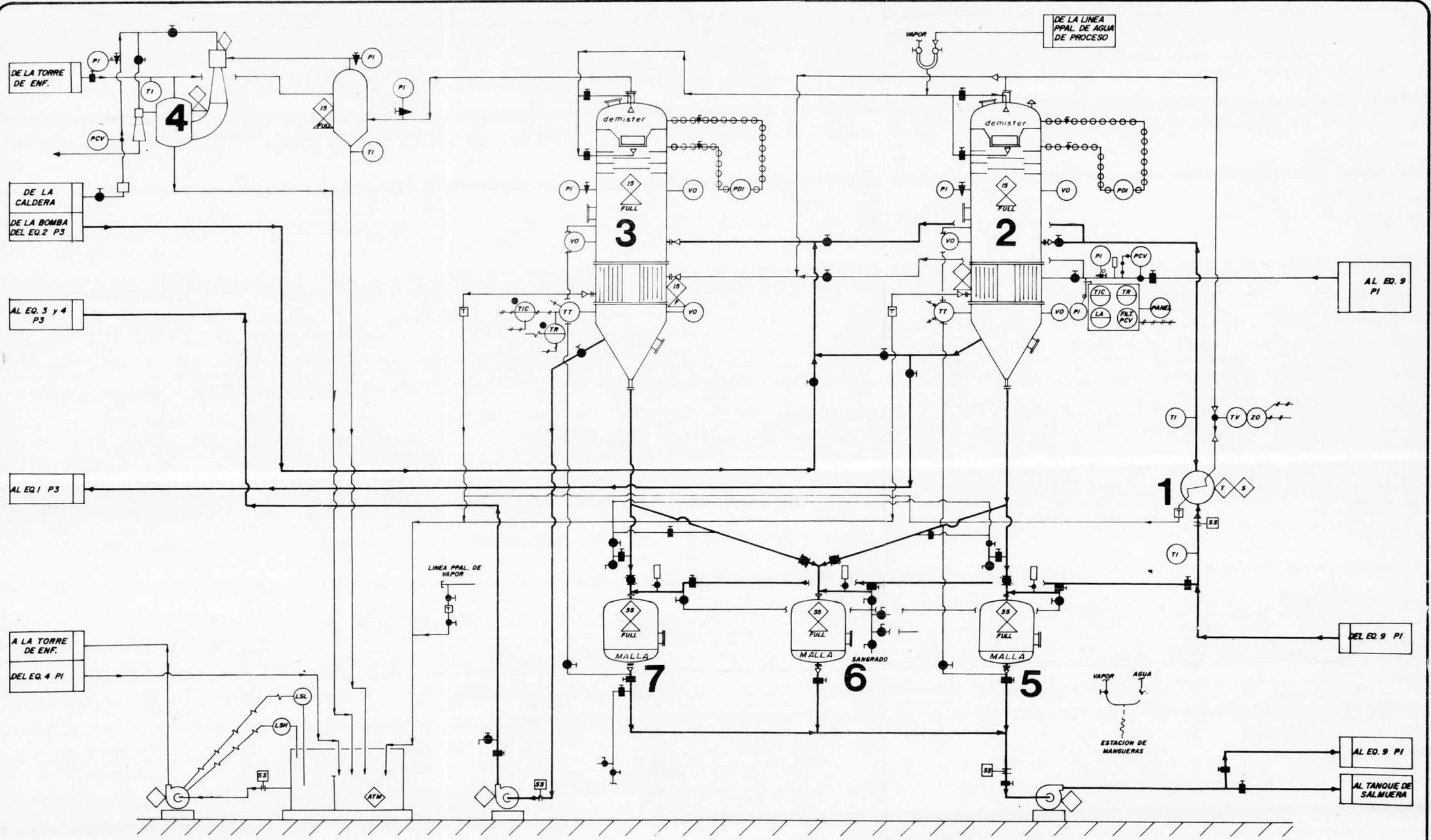
1 PRECALENTADOR

2 EVAPORADOR (PRIMER EFECTO)

3 EVAPORADOR (SEGUNDO EFECTO)

4 EYECTOR

5,6,7 SALEROS



TESIS PROFESIONAL	
INGENIERO QUIMICO	FRANCISCO RUIZ NUÑO RAUL GONZALEZ AHUMADA
	U. N. A. M.
DIAGRAMA 2	

interrumpa al iniciar la operación (una vez que el nivel del líquido se ha establecido), hasta el momento en que empiece la ebullición.

Después de que la temperatura del líquido dentro del evaporador alcanza una temperatura entre 110 y 120°C., - la válvula de la línea de descarga del líquido se abre y se permite que el licor fluya por gravedad hacia los tanques de semicruda (equipo No. 1, plano 3). En este momento debe - - abrirse también ligeramente la válvula de entrada para permitir que entre más lejía al sistema. Los licores al salir del primer efecto, contendrán aproximadamente un 28% de glicerina.

La semicruda se deja reposar en los tanques de - sedimentación (equipos No. 1,2, plano 3) por un mínimo de 8 horas. Esto permitirá que cualquier sal sólida que se encuentre en el líquido se deposite en el fondo de los tanques. En el tipo de proceso que se ilustra, se usan dos tanques en serie, dejándose escurrir el líquido del primero hacia el se--gundo. Una vez que se ha completado el período de asentamiento, la semicruda es regresada hacia el segundo efecto del -- evaporador (equipo No. 3, plano 2).

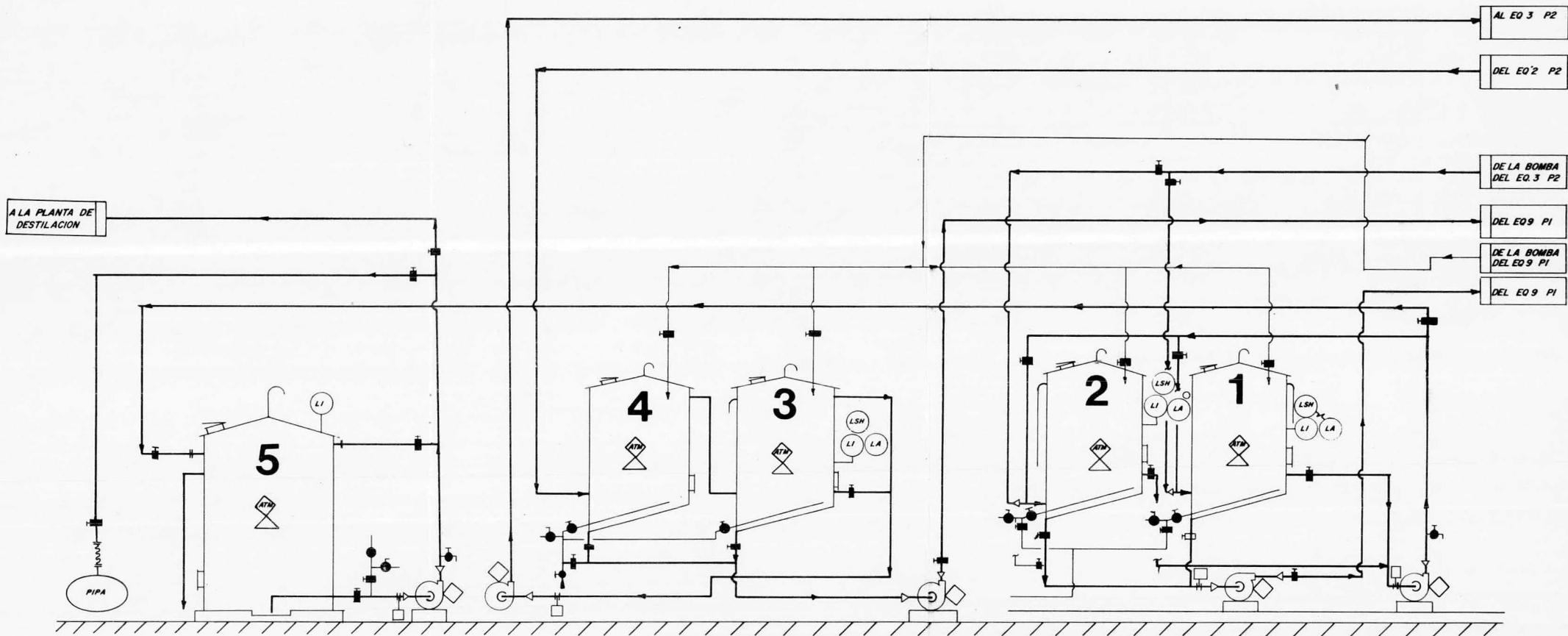
El segundo efecto opera a presión reducida (45-55 mm absoluta). Esto permitirá que se llegue a una tempera-

EQUIPOS DEL DIAGRAMA 3

1,2 TANQUES DE SEMICRUDA.

3,4 TANQUES DE ASENTAMIENTO.

5 TANQUE DE ALMACENAMIENTO
DE CRUDA.



TESIS PROFESIONAL	
INGENIERO QUIMICO	FRANCISCO RUIZ NUÑO RAUL GONZALEZ AHUMADA
	U. N. A. M.
	DIAGRAMA 3

tura aproximada de 70°C cuando la presión sea mantenida y el líquido contenga ya 80% de glicerina. El vacío en este evaporador es hecho por un eyector de vapor de tres pasos (equipo No. 4, plano 2) que opera con vapor de alta presión. Cuando se alcanzan la temperatura y presión adecuadas dentro del evaporador y se tiene por lo tanto un líquido rico en glicerina (concentrado al 80%), se procede a su bombeo hasta los tanques de asentamiento de glicerina cruda (equipos No. 3,4, plano 3) donde se deja reposar.

El calentamiento para el segundo efecto proviene de la condensación de vapor del primer efecto. Este vapor es simplemente un vapor de baja presión.

La glicerina cruda permanece en los tanques de asentamiento de cruda por un mínimo de 72 horas.

El asentamiento se hace en estos dos tanques -- (equipos No. 3,4, plano 3) que operan solamente en paralelo. El propósito del asentamiento final es el eliminar todas o casi todas las partículas de sal que vienen todavía acompañando a la glicerina cruda. Después de 72 horas de asentamiento y habiendo verificado por medio de análisis que en realidad contenga 80% de glicerina, la carga es bombeada al tanque de almacenamiento de glicerina cruda (equipo No. 5, plano 3) donde se guarda para su distribución.

Periódicamente es necesario llevar a cabo limpiezas de las sales sedimentadas en los fondos de los tanques de cruda y semicruda (equipos Nos. 1,2,3,4, plano 3). Esto puede lograrse bombeando cierta cantidad de lejía desde el tanque de almacenamiento de lejías tratadas (equipo No. 9, plano 1) hasta estos tanques. El lavado se hace introduciendo un poco de esta lejía en la parte inferior de los tanques (hasta alcanzar una altura aproximada de 2 m.) e introduciendo vapor dentro del tanque. El vapor agitará y calentará la solución aumentando así la velocidad de disolución. La lejía rica en sal, se bombea después de regreso hacia el tanque de lejía tratada. Repitiendo algunas veces el tratamiento se logrará eliminar toda la sal.

Recuperación de sal. Al irse efectuando el proceso de evaporación, tanto la cantidad de fluido como su coeficiente de solubilidad se abaten; de esta manera se propicia la formación de cristales de sal dentro de la solución. Estos cristales que se forman caen gradualmente dentro de tres recipientes llamados saleros (equipos Nos. 5,6, 7, plano 2). Periódicamente, una vez por turno, los saleros necesitan ser vaciados. Para hacerlo, se cierra la válvula de mariposa que hay entre el evaporador y el salero. Se abre entonces la válvula de agua que se encuentra en la parte superior del salero, al mismo tiempo que se abre la vál-

vula en la parte inferior del mismo. Se acciona la bomba de salmuera concentrada y ésta es llevada desde el salero hasta el tanque de lejía tratada durante un período de dos minutos después del cual se cierra la válvula de esta línea y se abre entonces la válvula de la línea que conduce hasta los tanques de salmuera. Cuando la mayor parte de la sal ha sido transferida se cierra la válvula de agua. Entonces se alimenta lejía de sal y glicerina (lejía tratada) a los saleros. Después de ésto se para la bomba de salmuera y se cierran las válvulas de alimentación y salida del salero, para finalmente abrir la válvula de mariposa y permitir la entrada de más sal proveniente del evaporador.

La concentración de esta solución salina se ajustará dentro del tanque de sal, para posteriormente ser llevada al tanque de almacenamiento de salmueras para ser utilizada en el departamento de pailas.

4.0 ANALISIS DE PERDIDAS

4.1 GENERALIDADES

Cuando hablamos de pérdidas a lo largo de este estudio, nos referimos no sólo a aquellas fugas de glicerina que a lo largo del proceso se irán sumando y que representan la glicerina que deja de ser recuperada, y aquellas pérdidas derivadas directamente del proceso como pueden ser los gastos excesivos de reactivos, baja eficiencia de los equipos o daños a los mismos, sino que incluiremos también bajo este concepto a aquellas pérdidas ficticias cuyo principal inconveniente es el de generar una información errónea ocasionando así tomas de decisión equivocadas.

4.2 PERDIDAS EN EL PROCESO DE OBTENCION.

El rendimiento de glicerina de la fabricación -

de jabón depende en gran parte de la cantidad que es dejada dentro del jabón, la cual puede no ser estrictamente considerada como una pérdida. Un rendimiento del 90 al 95% del contenido total de las grasas hacia las lejías de saponificación se considera muy bueno.

El porcentaje de pérdida se calcula por medio de diferencia. Todos los sebos y aceites que entran a la planta son analizados y se calcula el porcentaje de ácidos grasos libres; el porcentaje de glicerina que debe ser obtenido de una saponificación puede ser fácilmente encontrado conociendo el porcentaje de ácidos grasos libres y la cantidad de --grasa saponificada.

Hay sin embargo algunas pérdidas de glicerina --dentro del proceso de saponificación u operaciones relacionadas directamente con él, que pueden ser considerablemente --disminuídas si se cuidan algunos aspectos.

Debe en primer lugar verificarse la calidad de --las grasas, es decir, tratar de que no se suministre a la --planta con grasas de baja calidad conteniendo un grado alto de acidez.

Si se tiene algún lote de grasa de baja calidad, no debe ser mezclado con grasa de buena calidad en la bodega pues la primera acidificará a la segunda, disminuyendo nota-

blemente su calidad.

Se debe así mismo, cuidar que las grasas no sufran descomposición, ya sea por acción bacteriana (fermentación) que se propicia por un mal lavado de tanques y un tiempo prolongado de almacenamiento; o bien, debido a oxidaciones si la grasa está a la intemperie y expuesta a los rayos del sol.

Es también necesario verificar que las grasas -- que serán saponificadas hayan sido bien lavadas y blanqueadas para minimizar las impurezas y aumentar consecuentemente la eficiencia en los procesos siguientes.

4.3 PERDIDAS EN EL TRATAMIENTO DE LEJIAS

4.3.1 Lavado de tanques.

Es frecuente en muchas plantas el dejar las lejías en condiciones poco sanitarias (tanques mal lavados, expuestos al sol) antes de ser tratadas, lo que va a ocasionar importantes pérdidas en el contenido de glicerol por fermentación bacteriana de la glicerina. Por esta razón, es recomendable en primer lugar, programar un lavado de tanques con cierta frecuencia (una vez al mes) y además, agotar las lejías de dichos tanques en vísperas de paros largos.

4.3.2 Exceso de jabón en las lejías.

Cuando hay un exceso de jabón en las lejías que van a ser tratadas químicamente antes de la filtración, se provoca un gasto excesivo de reactivos.

Son dos las causas principales de este problema: acortar el tiempo de reposo de la lejía ocasionando que no haya tiempo suficiente para que todo el jabón suba a la superficie y no eliminar completamente todo el jabón que ha flotado una vez terminado el reposo.

4.3.3 Utilización de ácido sulfúrico.

En algunas plantas se prefiere el uso de ácido sulfúrico para sustituir al ácido clorhídrico debido al bajo precio del primero en el tratamiento de las lejías de saponificación. Esto presenta dos grandes inconvenientes:

Habrán en los tanques una formación de sulfato de sodio, sustancia que una vez recuperada y llevada junto con la sal a las pailas de saponificación, hará disminuir el "graneo". El sulfato de sodio arrastrará además consigo glicerina que se perderá con la sal.

4.3.4 Tratamiento con cloruro de calcio.

El uso de cloruro de calcio como alternativa al de alúmina o al de cloruro férrico, no obstante de ser más -

económico y precipitar al igual que los dos últimos al jabón presente, no es recomendable en lejías de pobre o mediano -- contenido de glicerol, pues no tiene la propiedad de englobar otro tipo de impurezas, dejándolas dentro de la solución después del filtrado.

4.3.5 Deficiente purificación.

Cuando no se agrega suficiente aglutinante a las lejías debido a un resultado incorrecto en la prueba de turbidez, se dejan dentro de la lejía impurezas no detectables con facilidad en el filtrado (siendo éste ligeramente amarillento) sino que en el momento de la evaporación y al observar la intensificación de color, será cuando tenga que ser rechazado el lote por no cubrir las especificaciones de calidad.

Es recomendable agregar siempre un pequeño exceso de aglutinante para evitar al máximo la posibilidad de -- que se presente este problema.

4.3.6 Filtración.

En los casos en los que se lleva a cabo un doble tratamiento (uno ácido y otro alcalino), es importante evitar que se haga el filtrado del tratamiento alcalino en las mismas lonas en que se hizo el filtrado del tratamiento ácido, pues esto ocasionará que la sosa se combine con los áci-

dos grasos libres que se encuentran en la pasta, produciendo jabón que ya no será detectado hasta que por esta causa se produzca una gran cantidad de espuma durante el proceso de evaporación con grandes problemas.

Se recomienda por lo tanto tener dos filtros - disponibles, uno para el filtrado ácido y otro para el alcalino, pero en caso de que haya sólo uno disponible, las lonas deben ser cambiadas o al menos muy bien lavadas antes del segundo tratamiento.

4.3.7 Glicerina en pastas de filtrado.

Un procedimiento común en muchas plantas es el de raspar las pastas del filtro prensa una vez terminada la operación de filtrado, siendo estas pastas desechadas, perdiéndose así la glicerina que todavía contienen éstas.

Se recomienda por lo tanto un lavado intenso con agua para posteriormente secar con aire, mandando el lavado del filtro de regreso a los tanques de tratamiento (operación anotada anteriormente en la descripción del proceso).

4.3.8 Control de alcalinidad.

Es muy importante calcular correctamente la cantidad de sosa requerida para neutralizar las lejías, pues si se excede la cantidad de sosa y el pH aumenta demasiado

(8.5 a 9) la alcalinidad excesiva originará una polimerización de glicerina durante la evaporación.

4.4 PERDIDAS EN EVAPORACION

4.4.1 Pérdidas por arrastre.

Una de las pérdidas más cuantiosas es debida al arrastre de licor por el vapor de agua que se desprende de la superficie del líquido. Esta pérdida puede ser apreciablemente disminuída teniendo un adecuado sistema de baffles y un "demister" o bien un separador tipo "Flick" como se ha mencionado en el proceso; también es conveniente contar con un espacio de vapor amplio.

4.4.2 Control de vacío.

Frecuentemente, sobre todo en plantas grandes, existen fluctuaciones en el caudal de agua que alimenta al condensador barométrico, pues la torre de enfriamiento de donde se surte, abastece además a otros equipos. Esta variación en volumen ocasiona que el vacío del evaporador sufra momentáneas alteraciones; cuando el aumento es demasiado brusco, baja rápidamente el punto de ebullición del licor, lo que da lugar a la generación de vapor en el seno del licor, produciéndose entonces un salto de la carga, llegando en ciertos casos a vaciarse todo el evaporador a través de la pierna barométrica. Para evitar ésto, es necesario inme-

diatamente al observar fluctuaciones en el vacío, cerrar los suministros de vapor hacia las calandrias hasta que se tenga nuevamente un vacío constante.

Esta expulsión de licor presenta, además de una pérdida de glicerina, un problema adicional que es la contaminación de agua de servicio de la planta que, como es alimentada a diferentes equipos, puede causar trastornos graves dentro de ellos.

4.4.3 Eliminación de media cruda.

Es posible concentrar en un solo evaporador la lejía desde el 15 hasta el 80%, es decir, eliminando el paso en que se desaloja licor al 30% (media cruda); ésto sin embargo no es recomendable, pues la velocidad de evaporación disminuye y se tendrá un mayor número de pérdidas por arrastre y habrá así mismo dificultades en la expulsión de sal.

4.4.4 Vaciado de saleros.

Otro aspecto al que debe dársele importancia es la eliminación de sal, pues si ésta no se realiza a intervalos apropiados, la sal se incrustará en los tubos de la calandria ocasionando una baja en la transferencia de calor. Para la eliminación de estas incrustaciones será necesario parar la operación, vaciar el evaporador y hervir con agua,

lo que ocasionará un paro largo y por lo tanto una disminu--
ción en la eficiencia.

4.4.5 Efecto del nivel.

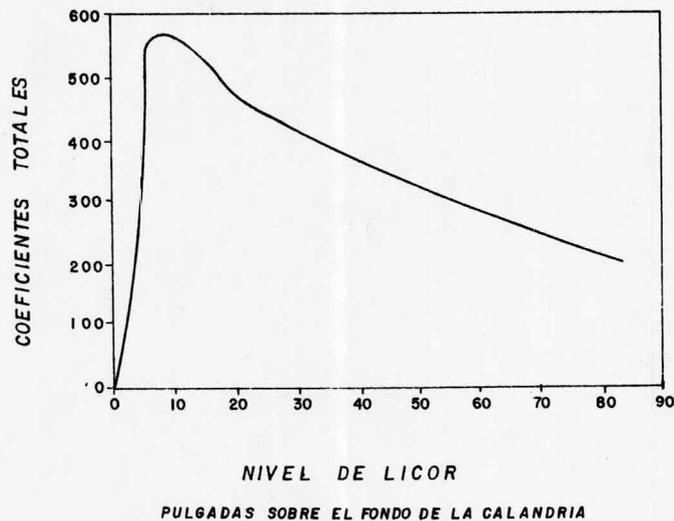
La velocidad de evaporación va a depender funda--
mentalmente del valor del coeficiente de transferencia de --
calor.

Badger realizó estudios sobre la influencia que -
ejerce el nivel de licor sobre dicho coeficiente; este estu-
dio fué hecho con un evaporador con calandria de tipo de ca-
nasta usando agua destilada, pero sin embargo es una repre--
sentación cualitativa análoga de lo que sucede en un evaporado
dor como al que nos referimos.

Como se puede ver en la gráfica 4-1, los valores
máximos para estos coeficientes son alcanzados cuando el ni-
vel del licor se encuentra ligeramente abajo de la parte me-
dia de los tubos de la calandria, pero mantener este nivel -
en la práctica no es posible, pues se dañaría la estructura
de la calandria. La operación debe ser llevada a cabo en la
práctica con un nivel ligeramente por encima de la termina--
ción de la calandria y con un buen control de éste por parte
de los operadores para evitar que baje por diferencias en la
alimentación o en la descarga.

Muchas veces para hacer mínima la atención que --

RELACION ENTRE NIVEL DE LIQUIDO Y COEFICIENTE DE TRANSFERENCIA
DE CALOR EN UN EVAPORADOR DE TUBOS VERTICALES DE
30 IN.



debe ser prestada a la operación, se acostumbra permitir que el nivel suba muy por encima de los tubos, pero esto ocasionará una apreciable disminución en la velocidad de evaporación, por lo que no es recomendable.

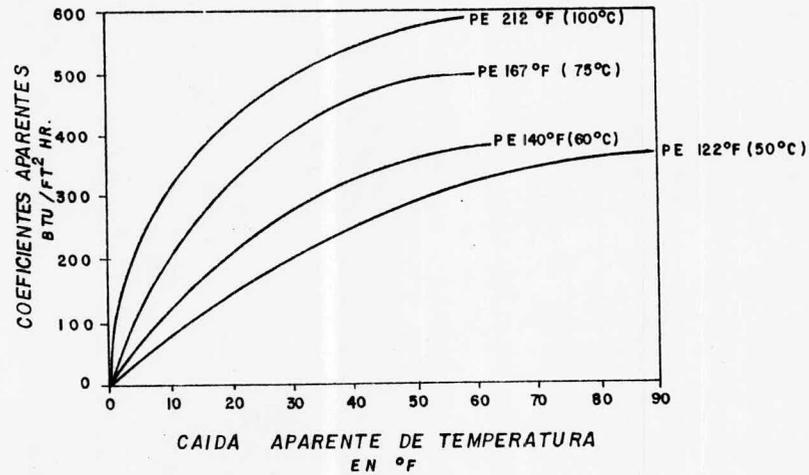
4.4.6 Efecto de vacío.

Al trabajar con evaporadores a presión reducida, es costumbre del operador trabajar con la mínima presión, -- que se puede alcanzar con el eyector o con la bomba de vacío, pues como es bien sabido, al disminuir la presión, bajará -- también el punto de ebullición aumentándose así la capacidad de evaporación; pero es importante tomar en cuenta que al -- disminuir el punto de ebullición, disminuirá también el va-- lor del coeficiente de transferencia, lo cual afectará sobre la velocidad de reacción haciéndola bajar.

Este fenómeno se ilustra más claramente con la -- gráfica 4-2, aunque sólo nos sirva como guía de cómo se com-- portan estas variables, pues todos los datos similares son -- particulares para cada tipo de evaporador y vapor utilizados, por lo que constituye una información confidencial de las -- compañías constructoras de evaporadores.

Se recomienda por lo tanto, a fin de determinar -- el vacío óptimo, hacer estudios experimentales una vez con-- troladas todas las variables del proceso, en vista de que se

COEFICIENTES DE TRANSFERENCIA DE CALOR A DISTINTOS
PUNTOS DE EBULLICION (CAMBIO DE PRESION)



carece de información teórica al respecto.

4.4.7 Sistema de alimentación.

En lo que se refiere al sistema de alimentación - es importante considerar ante todo la temperatura de entrada, pues ésta repercutirá enormemente en la cantidad de gasto de vapor vivo. Habitualmente se pasa del tanque de lejía tratada hasta el evaporador del primer efecto, siendo la temperatura de entrada de ésta de 25 a 30°C, ocasionando un gasto - de vapor vivo en exceso por cada libra de licor evaporada. - La recomendación en este tipo de sistema es estudiar la conveniencia de adquirir un equipo de precalentamiento (como se muestra en el equipo No. 1 del plano 2) que eleve la temperatura de la lejía antes de que ésta entre al cuerpo del evaporador, disminuyéndose así la relación de libra de vapor vivo por cada libra de vapor originada.

En caso de que el sistema funcione a doble efecto el medio de calentamiento del precalentador podrá ser el mismo vapor que se utiliza para calentar la calandria del segundo efecto, y en la mayoría de los casos, la justificación de la instalación de un precalentador será amplia.

4.4.8 Ventajas de un proceso continuo.

Al llevar a cabo una evaporación en doble efecto, se puede optar por realizar la operación continua o bien en

forma "batch". En la mayoría de los licores es casi inmediata la elección de un proceso continuo, sin embargo, cuando se trata de lejías aumenta el número de problemas de operación, los cuales deben ser considerados en el diseño para poder aprovechar las ventajas que proporciona una operación continua como son una mayor capacidad y un menor número de operaciones, que repercutirán directamente en ahorro de personal.

Un problema en operación continua es la diferencia de viscosidades de los licores del primero y segundo efectos, pues un aumento de viscosidad ocasiona un decremento en el valor del coeficiente aparente de transmisión de calor, lo que causará que el primer evaporador trabaje con una mayor eficiencia que el segundo.

4.4.9 Formación de espuma.

La espuma consiste en una masa estable de burbujas, cuya formación es originada por una modificación de la tensión superficial del licor por alguna sustancia presente, misma que estabiliza la película de burbujas que se ha formado.

La causa de la formación de espuma sobre un líquido no es clara, pues incluso se forma dentro de evaporadores que aparentemente están libres de tensoactivos.

En el caso de licores de glicerina el problema es atribuido al jabón remanente por un tratamiento deficiente de las lejías. La pérdida tiene lugar al crecer la espuma -- con rapidez dentro del evaporador, haciendo ineficaz el "demister", e incluso vertiéndose dentro de la calandria del segundo evaporador en caso de un doble efecto, o hacia el separador en el caso de un simple efecto.

Obviamente la espuma puede ser evitada eliminando todos los sólidos suspendidos y materia coloidal, pero esto no es práctico.

Existen varios medios para la eliminación de la - espuma, como el uso de antiespumantes o vapor a alta velocidad dirigido contra la espuma para romperla, pero ninguno de ellos es adecuado para este caso, pues mientras que mediante el primero se aumentarán las impurezas del licor, en el segundo se provocará un considerable aumento en el arrastre, - ocasionándose así mayores pérdidas.

Prácticamente lo más recomendable es bajar al mínimo posible el nivel del licor, bajar la velocidad de evaporación y modificar la lejía de alimentación, mezclándola en el tanque de almacenamiento con los "batches" nuevos.

4.4.10 Operación continua a vacío.

La operación de evaporación continua a doble efec

to es considerada actualmente como la mejor para las grandes capacidades de producción de lejías de las fábricas de jabón que recuperan glicerina como subproducto.

Una descripción de la operación se presentó ya en las secciones 3.3.2 y 3.3.4.

Esta operación como fué descrita, tiene sin embargo, algunos detalles susceptibles a mejora. Uno de los problemas que se presentan es el bombeo de la glicerina cruda - desde el evaporador del segundo efecto hasta los tanques de reposo, pues como ya vimos este evaporador trabaja al vacío, y la presión en la admisión de la bomba es muy pequeña, lo que ocasiona un mal funcionamiento de ésta, contribuyendo a ésto la alta viscosidad y el gran contenido de sal que provocará que no se tenga fácilmente un flujo constante de cruda.

El sistema que proponemos para dar solución a - - este problema es el siguiente: instalar un tanque conectado al sistema de vacío y a la salida de cruda del evaporador, - de tal forma que se pueda dosificar hacia este tanque la cruda hasta que esté lleno. Una vez lleno este tanque, se cierra la válvula de la línea de conexión entre el evaporador y el tanque, rompiendo simultáneamente el vacío de este último. Este tanque estará conectado a la bomba de transferencia de cruda, la cual podrá ya efectuar su trabajo sin el problema

de la baja presión. Cuando se haya terminado de vaciar el -- tanque, se cierra la válvula de descarga y se abren las lí-- neas de vacío hasta que adquiera la misma presión que el eva-- porador, después de lo cual se vuelve a alimentar el tanque, dosificando desde el evaporador.

Se debe tener cuidado en que la bomba de transfe-- rencia de cruda tenga la capacidad suficiente para terminar con el vaciado del tanque antes de que el nivel del evapora-- dor suba demasiado, para que de esta manera no haya necesi-- dad de contar con dos tanques en paralelo incrementando los costos.

4.4.11 Corrosión en los evaporadores.

Durante los tratamientos de lejías (sección 3.2) no se logra eliminar más de la mitad de los ácidos grasos li-- bres que se encuentran presentes. En los casos en los que la lejía concentrada va a ser destinada a refinación para obte-- ner glicerina de grado farmacéutico (U.S.P.), los ácidos gra-- sos libres constituyen una impureza indeseable (causan mal - olor), y a la vez de muy difícil eliminación sólo por desti-- lación. Es debido a ésto, que la eliminación de los ácidos - grasos es intentada desde la evaporación siendo para ésto ne-- cesario que la lejía esté del lado ácido, para que de esta - manera sean volátiles. Pero si los evaporadores no tienen --

ningún tratamiento especial (de níquel, por ejemplo) que les permita operar a valores de pH bajos, es más conveniente no hacerlo, pues ésto provocaría serios daños en los equipos - en un tiempo bastante corto, teniendo la desventaja adicional de no ser la corrosión fácilmente detectable a tiempo.

De cualquier manera y aún cuando el pH esté bajo control es recomendable una inspección periódica dentro de los evaporadores que nos asegure su buen estado.

4.5 PERDIDAS MISCELANEAS

4.5.1 Pérdidas por medición.

El contenido de las pailas de jabón y de los tanques de almacenamiento de lejía y glicerina es medido usualmente en forma líneal por medio de centímetros de vaciado. El instrumento que generalmente se usa para esta medición - es poco confiable. Consiste de una tabla delgada de aproximadamente tres metros de longitud con ranuras o líneas talladas a intervalos de 5 centímetros. En el centro de la tabla hay una perforación a través del cual pasa un hilo de algodón. El hilo de algodón tiene un peso atado al extremo que pasa a través del agujero. Se coloca la tabla sobre la paila de tal manera que la perforación quede a un metro - - aproximadamente del borde de la paila. Se deja caer el peso hasta que tenga contacto con la superficie del material que

será medido. La distancia se medirá entonces usando los intervalos marcados sobre la tabla.

Hay un considerable error en algunos de estos instrumentos. Se estima que se tiene un error de dos centímetros por cada paila medida. Esto significaría por ejemplo, una variación de 800 Kg. en cada tanque de sebo listo para ser blanqueado, Esta cantidad no significaría mucho si consideramos la gran cantidad de sebo blanqueado, pero mensualmente esta variación alcanzaría una cantidad de 40 toneladas.

Para evitar estos errores se podría al menos mejorar el sistema calibrando con mayor exactitud la tabla y -- reemplazando el hilo por otro de un material que no se expanda y contraiga con la humedad.

De cualquier forma, lo más conveniente es el uso de un indicador manométrico como el descrito por Govan para pesar el contenido total de la paila. Un esquema de este dispositivo se muestra en la figura 4-3.

La válvula F permanece cerrada mientras la G está abierta. Se introduce aire al sistema mediante la bomba A -- hasta que las burbujas rompen en la superficie de la paila. La válvula G se cierra y se abre la F, y la diferencia en milímetros entre los dos niveles del manómetro de mercurio se anota.

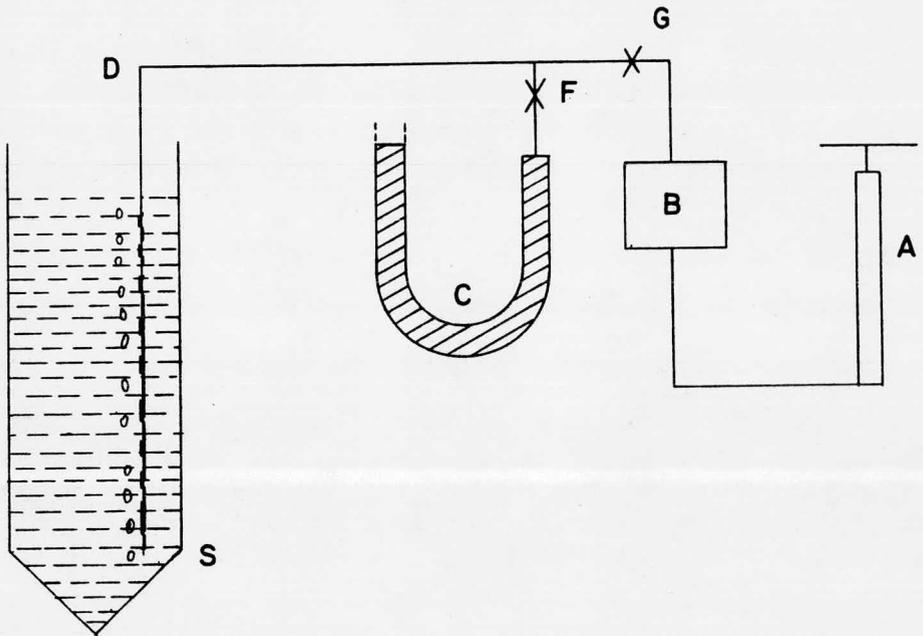


FIGURA 4-3 = INDICADOR MANOMETRICO

Multiplicando la cantidad de milímetros por el -- factor de paila se obtiene el peso total de su contenido por encima de la abertura S de la tubería D en el fondo de la -- paila. El peso del contenido de la paila en el cono por debajo del punto S se considera como la tara constante de la paila y puede ser obtenido directamente o calculado. El factor de paila en sí puede calcularse de su sección horizontal o -- bien calibrando directamente, anotando la diferencia manomé-- trica con un peso de material conocido bombeado a la paila. La exactitud en las mediciones es independiente de las condiciones del material dentro de la paila. Puede ser no homogé-- neo y a cualquier temperatura, siempre y cuando se conserve la fluidez.

Este método de medición es mucho más exacto y conduce a una información más precisa de la producción.

Una medición lineal presenta otras desventajas e inexactitudes, pudiera ser por ejemplo, que el nivel supe-- rior del líquido no tenga una altura uniforme, ya sea porque el tanque esté ligeramente inclinado o porque en algunos la-- dos se acumulen grumos de material más pesadamente que en -- otros.

Algunas ocasiones no se permite que el jabón sedimente por un tiempo suficiente después de la saponificación

y la lejía es removida demasiado aprisa. Esta lejía se lleva consigo jabón disuelto que entra a los tanques de almacén, - se enfría y se solidifica. Cuando la lejía es medida antes - de ser transportada al departamento de glicerina, el jabón - que ha solidificado y ha flotado a la superficie forma una - capa que también es medida como lejía conteniendo glicerina. Cierta cantidad del jabón disuelto no solidifica y es trans- portado de cualquier manera a la planta de glicerina donde - se mezcla con otras impurezas y se elimina.

El jabón en los tanques de lejía debe ser lavado periódicamente y regresado a pailas, evitándose que se cuente como lejía.

También debe cuidarse que el reposo en las pailas sea suficiente para reducir de esta manera la cantidad de ja**u** b**o**n que escapa hacia los tanques de lejía.

Otro factor importante en los errores de medición lo constituyen los errores humanos, mismos que pueden ser -- prevenidos mediante un entrenamiento y una buena información al personal acerca de la importancia que tienen las medicion es y entrenamiento a supervisores, haciéndolos responsables de la medida correcta de los contenidos de las pailas.

Así mismo y en vista de las serias pérdidas que - crean las inexactitudes en las mediciones es necesario examin

nar y calibrar periódicamente los medidores y balanzas usadas.

4.5.2 Pérdidas por escape.

Las pérdidas por escape pueden deberse a varias razones.

La lejía que se tira a alcantarillas debido a la falta de espacio para almacenarla. Como ya se mencionó antes, la lejía usada para el tercer lavado de jabón, proviene ya sea de jabones de nigre de la saponificación o de una lejía hecha con agua, sosa y sal. Algunas veces la capacidad del tanque que guarda la lejía que será usada para el tercer lavado es limitada debido a la abundancia de lejía de jabones de nigre. Esta lejía debe ser circulada y debido a falta de espacio a veces debe ser tirada. Las lejías de nigre sucio también son eliminadas para evitar la contaminación de lejías limpias. En ocasiones, las lejías contienen hasta un 4.5% de glicerina, que es desde luego perdida en las alcantarillas.

Es también importante cuidar que no haya aberturas por donde se fugue la glicerina. Pueden presentarse perforaciones en los tanques, que aunque aparentemente insignificantes, su acumulación puede significar una gran pérdida.

Otra pérdida puede ocurrir cuando las tuberías -

de grasa o glicerina son lavadas con agua o vapor. Esta pérdida se puede evitar si se regresan estos lavados a las paletas y tanques.

4.5.3 Pérdidas analíticas.

Las pérdidas debidas a problemas analíticos ocurren como consecuencia de varios factores.

Un factor muy simple es la falta de exactitud de las balanzas. La balanza analítica usada para pesar las - - muestras de análisis debe ser revisada y limpiada frecuente mente para evitar este tipo de error.

El tiempo es también un factor muy importante en la fase analítica de la glicerina, pues la glicerina concentrada es higroscópica (absorbente de agua). El tiempo que - transcurre entre el muestreo y el momento del análisis puede alargarse en ocasiones por algunos días, retardo que causará que la glicerina expuesta al aire absorba humedad y -- consecuentemente varíe su concentración. Para evitar ésto - las muestras deben ser pesadas y diluídas tan pronto como - sea posible y cerradas herméticamente en frascos volumétricos.

Problemas analíticos se derivan también de un -- mal muestreo, por lo que se debe entrenar cuidadosamente a las personas que lo realizan para que obtengan muestras ho-

mogéneas y de ser posible no tomen simplemente muestras del fondo y de lo alto del tanque.

También puede ocurrir una vaporización de la muestra de lejía diluída. El agua se evapora de la muestra si ésta no está perfectamente tapada y el análisis podría mostrar una concentración mayor que la que tenía la muestra original; también podría ocurrir, como se mencionará en el siguiente punto, una fermentación que modifique los resultados.

4.5.4 Pérdidas químicas.

Pueden existir también pérdidas por reacciones químicas, algunas de las cuales se pueden detectar por simple observación.

Es importante evitar mantener las grasas crudas en almacenamiento, particularmente en clima cálido, durante un tiempo considerable antes de ser procesadas. Alguna pérdida de glicerina tiene lugar en el almacén al convertirse ésta en residuo orgánico y glicol mediante hidrólisis, y en grasas muy pobres, frecuentemente tiene lugar una pérdida seria y una degradación mediante fermentación. Se debe propiciar la rápida circulación de las grasas y evitar tanques de almacenamiento calentados directamente por los rayos del sol.

Otro punto importante que debe ser observado es el rápido tránsito de los licores diluídos de glicerol. Pér-

didas serias por fermentación pueden ocurrir si se les guarda por largos períodos o bajo condiciones insalubres. En un experimento, Rayner, tomando los lodos del fondo de un tanque y almacenándolos, después de haberlos lavado, durante -- cuatro días a 37°C, observó que al final del período perdió en los lavados 60% del glicerol original, como resultado del ataque de bacterias. Demostró además que un lavado periódico de los tanques disminuye considerablemente las impurezas de fermentación. Aunque el caso de Rayner puede considerarse extremo, muestra la importancia de un lavado frecuente de los tanques y un manejo rápido de los licores de glicerina después del proceso para evitar así estas pérdidas por degradación.

Una saponificación incompleta puede ocurrir cuando se acelera el proceso. Las grasas insaponificadas se mezclan entonces con el jabón y llevan consigo más de lo que -- les corresponde de glicerina. Se debe tener cuidado para asegurar una reacción completa para que así, más glicerina pueda ser recuperada y se obtenga una mejor calidad de jabón.

También hay pérdidas por polimerización de glicerina en la destilación si no se controlan la temperatura y -- presión en la operación.

5.0 CONCLUSIONES

La recuperación de la glicerina de las lejías de saponificación es una operación muy productiva, siempre y cuando las pérdidas sean reducidas a un mínimo.

Dentro del capítulo de análisis de pérdidas señalamos una serie de recomendaciones encaminadas al mejoramiento de las distintas operaciones del proceso con el fin de disminuir las pérdidas considerablemente. Pensamos que en aquellos casos en los que se requiera la adquisición de algún equipo adicional al ya existente, es indispensable que sean tomados en cuenta todos los factores que contribuyan a su justificación, y en aquellos casos en los que sólo se requiere alguna modificación al equipo o a la forma de operar, o bien una mayor atención sobre las operaciones efectuadas,

se les dé toda la importancia que amerita.

Es también necesario hacer estudios financieros - para encontrar el punto en el que se obtiene la máxima venta ja de recuperación de glicerina, considerando que una recupe ración excesiva pudiera aumentar los costos desproporcional- mente.

Actualmente son las fábricas de jabón la princi-- pal fuente de obtención de glicerina, pero mientras que el - mercado de jabón se incrementa sólo en función del crecimien to demográfico, el aumento en la demanda de glicerina se de- be además a la gran variedad de usos y aplicaciones que día con día han aumentado como resultado de nuevas investigacio- nes. Debido a ello es que se hace necesario, para no tener - que recurrir a otros procesos de fabricación de glicerina, - más costosos hasta la fecha, incrementar al máximo la produc ción en las plantas de jabón ya existentes.

La glicerina, como hemos dicho, es una sustancia que cobra cada vez una mayor importancia, pues es empleada - prácticamente en todas las industrias, siendo así ilimitado su mercado, por lo que es muy conveniente evitar su monopoli zación Si se dedicara tiempo y esfuerzo suficientes para -- ver que las instalaciones sean satisfactorias, serían más - las compañías que podrían vender este producto a precios com petitivos.

B I B L I O G R A F I A

KERN DONALD Q.

Process Heat Transfer

Mc Graw-Hill Kogakusha, L.T.D.

Tokio 1950.

KIRK-OTHMER

Encyclopaedia of Chemical Technology, vol. 10

Interscience Publishers a division of John Wiley J. Sons Inc.

1966

MINER CARL S. - DALTON N.N.

Glycerol

American Chemical Society Monograph Series.

Reinhold Publishing Corporation.

1953

PACKER J. - VAUGHAN J.

Organic Chemistry

Oxford University Press

Oxford 1958.

PERRY JOHN H.

Chemical Engineers' Handbook, 4a edición

Mc Graw-Hill Kogakusha L.T.D.

Tokio 1963.

ALLMANN DR. FRITZ

Enciclopedia de Química Industrial

Editorial Gustavo Gili, S. A.

Barcelona, España 1952.

DAVIDSOHN J.- BETTER E.J. - DAVIDSOHN A.

Soap Manufacture

Interscience Publishers Inc.

Londres 1953.

KARRER PAUL

Organic Chemistry, 4a edición

Elsevier Publishing Company Inc.

Amsterdam 1950

RIEGEL EMIL R.

Química Industrial

Ediciones Grijalbo, S.A.

Barcelona 1964.

WEBRE ALFRED L. - ROBINSON CLARK S.

Evaporation Chemical Catalog Company Inc.

1926.