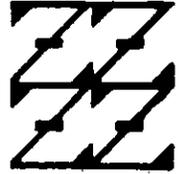


27  
204



**UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTONOMA DE MEXICO**

**U N A M  
F E S  
Z A R A G O Z A**



**LO HUMANO ES  
DE NUESTRA REFLEXION**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
"ZARAGOZA"**

**DESARROLLO Y SIMULACION DE UN PROCESO  
PARA EL BLANQUEO Y REUTILIZACION DE SILICE  
PARA CROMATOGRAFIA EN COLUMNA.  
— RECUPERADA —**

**T E S I S**

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
INGENIERO QUIMICO  
P R E S E N T A :  
DIANA MIRANDA TORRES**

DIRIGIDA POR:

I.Q. EDUARDO VAZQUEZ ZAMORA.

**TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN**

1998

259083



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 está 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.



LIBERTAD NACIONAL  
AVANZAMA DE  
MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
\*ZARAGOZA\*  
JEFATURA DE INGENIERIA QUIMICA  
OFICIO: 082/001/97

*C. Diana Miranda Torres*  
Presente

En respuesta a su solicitud de asignación de jurado para el Examen Profesional, le comunico que la Jefatura a mi cargo ha propuesto la siguiente designación:

*Presidente: I.Q. Alejandro Rogel Ramírez*  
*Vocal: I.Q. Eduardo Vázquez Zamora*  
*Secretario: I.Q. Salvador Gallegos Ramales*  
*Suplente: I.Q. Andrés Aquino Canchola*  
*Suplente: I.Q. Esteban Minor Pérez*

ATENTAMENTE  
"LO HUMANO EJE DE NUESTRA REFLEXION"  
México, D.F., 5 de Enero de 1998

I.Q. Magín Enrique Juárez Villar  
Jefe de la Carrera

Dedico este trabajo de tesis:

A mis padres:

*Francisco Raúl Miranda Zárate.*

*Luz Ma. Torres Bautista.*

Porque a ustedes les debo la vida, y porque gracias a ustedes soy lo que soy. Porque sin su apoyo no lo habría logrado. Porque ustedes representan mi fuerza. Porque ustedes con sus sabios consejos y sus enseñanzas me han guiado por la vida y he aprendido a valorarla, disfrutarla y enfrentarla.

Porque son ustedes quienes se han sacrificado y esforzado para que mi educación sea completa y firme, son quienes comparten este momento conmigo, porque saben que esto representa un triunfo conjunto, para ustedes como padres y para mí como hija y como persona.

Porque tengo la riqueza más grande que existe en el mundo, a ustedes.

**FELICIDADES**

**¡Lo logramos!**

A mi hermana:

*Nohemi Miranda Torres.*

Porque eres parte de mí:

mi fortaleza, mi amiga, mi conciencia, . . .

Porque en cada momento nuestras vidas hemos estado juntas, los hemos disfrutado, hemos reído juntas. Este sólo es uno más, pero es por el que tanto hemos esperado, aún sin contar los que nos faltan.

Porque has sido mi ejemplo, como mujer y como profesionista.

Porque sé que en estos momentos te sientes tan feliz como yo.

Porque lo más que te puedo decir es:

. . .

**¡Lo hicimos, crayoncito!**

A la memoria de todos aquellos que aunque no están conmigo físicamente, sé que hubieran deseado estarlo y que el tiempo que pudimos convivir fue suficiente para no olvidarlos y compartir con ellos estos momentos.

*Raúl Miranda Galván*  
*Juan A. Miranda Zárate.*

Porque en su momento me enseñaron que lo importante de la vida es aprovecharla al máximo y valorar a las personas que están con nosotros porque el día de mañana tal vez no lo estén.

No importa dónde estén, siempre seguirán en mi corazón.

A un gran hombre:

*Ing. Eduardo Vázquez Zamora.*

Porque de él aprendí que la palabra ingeniería encierra no sólo conocimientos matemáticos y exactos, sino que la palabra ingeniería encierra creatividad, imaginación, honestidad, astucia, innovación, superación, mejorar, alcanzar, lograr, llevar a cabo, enfrentar, . . .

Porque de él he aprendido que la grandeza de una persona no se evalúa por logros personales sino por su sencillez y su calidad humana.

Porque en cada uno de los retos a los que nos hemos enfrentado como ingenieros, él se ha encargado de ser la guía en cada uno ellos, por su apoyo incondicional en cada uno de los proyectos que hemos desarrollado juntos y de los que tanto hemos aprendido y disfrutado.

Porque con su habilidad, creatividad, honestidad y fortaleza de espíritu, ha inculcado en cada uno de sus alumnos ese espíritu de lucha que debe acompañar siempre a todo profesionista, porque sus enseñanzas me acompañarán siempre y sus sabios consejos nunca olvidaré.

Por haber dedicado parte de su tiempo para dirigir este trabajo y haberme apoyado en todas y cada una de las etapas de esta investigación.

Por sus enseñanzas como maestro, investigador, ingeniero, . . .

Porque lo mejor de todo es poder llamarlo "AMIGO", sólo puedo decirle:

**¡Lo hicimos, Inge.!**

**¡Gracias!**

A mi profesor de Ingeniería de Procesos:

*Ing. Celestino Montiel Maldonado*

Mi más sincero agradecimiento, por su ayuda incondicional e invaluable para el uso del simulador, por haber transmitido parte de sus conocimientos mientras fue mi profesor, por su paciencia docente y por su calidad humana, por sus sabios consejos y por el placer de haber compartido experiencias técnicas que ayudaron a enriquecer mi formación.

Por esto y mucho más,

¡Gracias!

A la H. Academia de Energía.  
A cada uno de sus miembros.  
A su presidente: Ing. Alejandro Rogel Ramírez.

Porque hablar de la Academia de Energía, es hablar de un centro del saber, de un lugar en donde los conocimientos se entregan a todo aquel que tenga ganas de adquirirlos, en donde la destreza es sólo una de las herramientas de su diario acontecer y uno de sus principales logros.

Porque con todos y cada uno de sus miembros he compartido momentos inolvidables, con ellos he aprendido cosas que difícilmente aprendería en un aula, el significado de la palabra amistad.

Porque con ellos he aprendido a valorar a nuestra carrera, a nuestra escuela y a nuestra institución. Porque juntos hemos aprendido que la amistad y la convivencia multidisciplinaria es lo que ayuda a fortalecer a los buenos profesionistas.

Porque con ellos he aprendido que la ingeniería no sólo es teoría sino práctica y que los buenos ingenieros son aquellos que saben aprovechar sus conocimientos y aplicarlos en el momento adecuado para lograr un bien común; que la ingeniería es disciplina, fortaleza, rectitud, capacidad, destreza, honestidad. Que la grandeza de las personas se mide por la forma en que luchan por alcanzar sus ideales.

Porque gran parte de los mejores recuerdos que tengo de Zaragoza están con la Academia de Energía. Por esto y mucho más. . .

# INDICE

---

OBJETIVOS.	1
INTRODUCCION.	2
GENERALIDADES.	4
Historia de la cromatografía.	6
Cromatografía.	
Tipos, Técnicas y Fundamento teórico.	8
Cromatografía de Adsorción y Partición.	11
Cromatografía en Columna, en placa preparativa y cromatografía en capa fina.	14
Adsorbentes.	16
Aplicaciones.	19
GEL DE SILICE.	23
El silicio.	24
Dióxido de silicio.	26
Generalidades de la sílica gel.	28
Tipos de sílica gel.	29
Propiedades físicas y químicas del gel de sílice.	30
Usos del gel de sílice	32
Sucedáneos.	35
Características físicas y químicas del gel de sílice.	40
Procesos de producción del gel de sílice.	41
Características del gel de sílice como producto comercial.	47
Características del gel de sílice a tratar.	48

# INDICE

---

---

- Continuación -

Operaciones Unitarias.	49
RECUPERACION DEL GEL DE SILICE.	58
Proceso de recuperación.	59
Antecedentes.	60
Metodología de recuperación.	62
Blanqueadores.	63
Método de laboratorio para el blanqueo.	72
Alternativas de proceso.	77
Operaciones en el proceso de blanqueo.	79
Proceso de blanqueo PB-A1.	80
Proceso de blanqueo PB-A2.	83
Proceso de blanqueo PB-A3.	86
Proceso de blanqueo PB-A4.	89
Análisis funcional para las alternativas de proceso.	92
Comparación de procesos.	97
Características del equipo sugerido	98
SIMULACION DEL PROCESO.	103
Simulación de procesos.	104
Resultados de la simulación del proceso de blanqueo.	108
CONCLUSIONES.	
BIBLIOGRAFIA.	

## **CONTENIDO.**

### **CAPITULO I**

#### **GENERALIDADES**

- **Cromatografía:**
  - Tipos.
  - Técnicas.
  - Fundamento teórico.

### **CAPITULO II**

#### **GEL DE SILICE**

- **Características del gel de sílice:**
  - Propiedades físicas y químicas.
  - Métodos de obtención.
  - Usos.
- **Operaciones Unitarias.**

## **CAPITULO III**

### **RECUPERACION DEL GEL DE SILICE**

- **Proceso de recuperación del gel de sílice:**
  - Metodología experimental.
  - Resultados de las metodologías realizadas.
  - Diseño del proceso.
  - Características del proceso.

## **CAPITULO IV**

### **SIMULACION DEL PROCESO**

- **Simulación del proceso de recuperación del gel de sílice:**
  - Simulación del proceso seleccionado.
  - Resultados de la simulación del proceso.
  - Análisis de resultados.

## **CONCLUSIONES**

## **BIBLIOGRAFIA**

## **OBJETIVOS.**

Este trabajo tiene como finalidad desarrollar un método de blanqueo para la sílice utilizada en cromatografía en columna y que fue recuperada, con el fin de que ésta pueda ser reutilizada.

Actualmente no existen procesos específicos para el tratamiento y blanqueo de gel de sílice para su reutilización, es por eso que el desarrollo de un proceso para esta tarea resultaría innovador, razón por la que también se pretende llevar a cabo una simulación del proceso a desarrollar y con ello proporcionar una alternativa más a la industria. Aún a pesar de que los alcances de este trabajo se reducen a un escalamiento hasta nivel planta piloto, se deja abierta la posibilidad de que en estudios posteriores el escalamiento se haga hasta nivel industrial.

## INTRODUCCION

Muchas de las sustancias químicas de uso común en el laboratorio pueden dañar a plantas, animales y personas si se desechan de manera descuidada. Si bien muchas soluciones pueden simplemente vertirse en el drenaje sin mayor peligro, otras constituirían agentes tóxicos en ríos y mantos freáticos.

Un gran número de procedimientos de separación se basan en el grado en el cual varias sustancias son adsorbidas en la superficie de un material inerte (un material inerte es aquel en el cual no ocurren cambios químicos). Debe notarse la diferencia que existe entre adsorción y absorción.

*Adsorción*, significa adherencia a una superficie, mientras que *absorción* significa penetración; el agua es absorbida por una esponja.

Los procesos de separación por adsorción se conocen como *métodos cromatográficos*. El término cromatografía se debe a que se utiliza para separar pigmentos; significa literalmente "graficando colores". Por ejemplo, una solución que contenga pigmentos, puede ser lavada si se pasa por una columna empacada con un adsorbente adecuado. Los componentes se mueven a través de la columna a diferentes velocidades debido a la diferencia con la cual son adsorbidos. Este tipo de separación se conoce como **Cromatografía en Columna**.

Cuando el material adsorbente es papel y la solución que contiene la mezcla se mueve hacia arriba a través del papel, la técnica se denomina **Cromatografía en papel**. Los componentes que son adsorbidos por el papel de manera más fuerte, se mueven a través del mismo en forma más lenta.

El adsorbente utilizado durante la cromatografía es desechado, ya que conserva adsorbidas una cantidad de sustancias y en gran parte sustancias coloridas. Si se toma en cuenta que la cromatografía está relacionada con el color, el adsorbente empleado ya no sería útil. Es por eso que este trabajo tiene como finalidad el desarrollo de un proceso alternativo que permita la reutilización de uno de los adsorbentes utilizados con mayor frecuencia en las técnicas cromatográficas.

El proyecto consta de dos fases, la primera correspondiente al desarrollo experimental en el laboratorio para ubicar las operaciones a realizar y desarrollar el proceso. La segunda etapa contempla el diseño del proceso a nivel planta piloto y la simulación del mismo con la ayuda de un simulador, para proporcionar resultados concretos y confiables sobre el proceso desarrollado.

La sílice que se utilice para el desarrollo experimental será aquella utilizada en los *Laboratorios de Investigación* y que después de ser utilizada ya se considera como material de desecho.

Para la fase del desarrollo de ingeniería y simulación se contará con el apoyo de equipo de cómputo con la finalidad de que los resultados obtenidos tengan un amplio rango de confiabilidad y nos permitan apreciar las ventajas y desventajas del método desarrollado, además que daría pauta a que otro tesista en el futuro retomara este tema y le diera continuidad al tema y problemática aquí descrita.

Cabe resaltar que la importancia de este trabajo radica en el desarrollo de un proceso que permita reaprovechar la sílice que fue utilizada en los análisis cromatográficos, reduciendo así el desecho desmedido que se lleva a cabo con este material y por consiguiente promover el mejor aprovechamiento de los recursos materiales y económicos.

A la fecha, la sílica gel se distribuye a un costo promedio de \$ 1,000.<sup>00</sup> el Kg. Si se considera un consumo mensual de 20 kg por mes, entonces se tendría un reaprovechamiento de alrededor de \$20,000.<sup>00</sup> mensuales en lo que se refiere al consumo de la sílica.

El gel de sílice es un producto que es ampliamente utilizado en la industria, debido a su flexibilidad y utilidad como agente adsorbente de vapores valiosos (como los de gasolinas y disolventes orgánicos), como desecante, decolorante, etc. Por consiguiente, la reutilización de este producto no se limita únicamente a los aspectos cromatográficos, sino también a aquellas otras alternativas que se mencionaron y que conducen necesariamente a la reutilización o bien a su reaprovechamiento.

# CAPITULO I

## GENERALIDADES

---

### CROMATOGRAFIA

#### TIPOS, TECNICAS, FUNDAMENTO TEORICO.

---

---

## **CAPITULO I.**

### **GENERALIDADES.**

A pesar de que existen diversas actividades que involucran el uso de la sílice, debido a su carácter adsorbente, se eligió aquella que fue utilizada en los laboratorios de investigación y que se generaron después de efectuar una cromatografía en columna. Estos desperdicios fueron solicitados por la sustentante para la realización de este trabajo, el cual consiste en el tratamiento de la sílice hasta lograr su blanqueo con la finalidad de que ésta pudiera ser reutilizada ya sea en otras columnas cromatográficas o en alguna otra aplicación de tantas que la sílice tiene, como se describe en el capítulo II y en la tabla 2.2 del mismo capítulo.

Uno de los aspectos importantes que se analizarán en este capítulo, es la forma en que se lleva a cabo la cromatografía en columna, ya que el desarrollo de esta técnica representa la fuente de la materia prima para el desarrollo de este proyecto de investigación (aunque como ya se dijo no es la única), es por eso que este capítulo se dedica a la cromatografía en columna y la importancia de ésta como técnica.

## HISTORIA

En 1850, Runge describió la formación de zonas coloreadas cuando se goteaban sustancias coloreantes sobre papel secante, pero el desarrollo más importante vino en 1903 con los experimentos de Tswett. Este botánico polaco logró separar una mezcla de pigmentos de plantas en una columna de carbonato de calcio. Más tarde en 1910, cromatografió un extracto de yema de huevo en una columna de anilina. Sus investigaciones, sin embargo, no fueron utilizadas por otros investigadores hasta 1931. Esta demora tal vez se debió al hecho de que los trabajos de Tswett fueron publicados en ruso y en una revista que no tenía amplia circulación, fuera de Polonia.

El rápido desarrollo de la cromatografía como herramienta analítica sensitiva no ocurrió hasta 1931 cuando Kuhn, con Lederer y con Winstentein emplearon la técnica para el análisis de pigmentos de plantas, confirmando los primeros trabajos de Tswett y su predicción de que el caroteno (pigmento rojo de las plantas) no era una sola sustancia sino una mezcla de varios homólogos estrechamente relacionados. Al mismo tiempo el tamaño de las columnas empleadas fue aumentado para poder recuperar los componentes separados. La técnica, por lo tanto, no sólo era analítica sino preparatoria.

La cromatografía de columna por estos tiempos tenía aplicaciones limitadas dado que los componentes que se podían separar eran invariablemente lípidos. Pasaron 10 años antes de que Martin y Syngé desarrollaran una técnica mediante la cual se pudieran separar compuestos acuosos o hidrofílicos. Esto marcó un nuevo interés en la técnica y en 1944, Consden, Gordon y Martin lograron separar mezclas complejas de aminoácidos en papel y fueron premiados con el premio Nobel por sus trabajos. Al poco tiempo, en 1947, en los Estados Unidos, la Comisión de Energía Atómica dió a conocer información sobre el uso de la cromatografía de intercambio iónico para la separación de productos de fisión nuclear.

El desarrollo más reciente en el campo de la cromatografía se deriva de los trabajos de Stahl, quien en 1956, presentó una técnica práctica mediante la cual, una capa delgada extendida sobre una placa de vidrio, de gel de sílice, celulosa o de alúmina era diseminada. Esta técnica, llamada cromatografía de capa delgada, ha resultado ser un análisis más rápido y más sensible para el examen de mezclas complejas y en muchos casos ha substituido a otros métodos similares más antiguos de cromatografía en papel.

En 1959, Porath y Flodin introdujeron una nueva técnica llamada cromatografía de filtración en gel. Esta se ha vuelto una poderosa y nueva herramienta para la separación de sustancias de alto peso molecular, particularmente las proteínas, y ha encontrado muchas aplicaciones en los campos de la bioquímica, la medicina, la fisiología y la biología. La mayoría de las técnicas de filtración en gel han sido usadas con columnas y desde principios de los años 70's se han hecho trabajos con una combinación de filtración en gel y materiales de intercambio iónico, logrando que las separaciones complejas sean extremadamente rápidas y eficientes.

## **CROMATOGRAFIA**

### **TIPOS, TECNICAS, FUNDAMENTO TEORICO.**

Una mezcla de sustancias que van a ser separadas se aplica en solución a un medio de sostén. Este puede ser papel (cromatografía en papel), una capa de sílice (cromatografía en capa delgada) o una columna rellena con resina adsorbente o de intercambio iónico (cromatografía de columna). Se deja correr por el medio de sostén un solvente revelador y dicho solvente lava junto con él la mezcla de las sustancias aplicadas previamente. En el proceso, las diferentes moléculas de la mezcla son arrastradas por el lavado a distintas velocidades, resultando así si separación.

El grado de separación depende de cuatro fuerzas que operan independientemente una de la otra. Estas son:

1. La velocidad de flujo del solvente.
2. La solubilidad de las sustancias en el solvente.
3. Los efectos de fraccionamiento.
4. Los efectos de adsorción.

Los primeros dos factores son responsables de la movilización de la mezcla de sustancias a través del medio de sostén, y los dos últimos factores son responsables del retardo del movimiento de la mezcla a través del medio de sostén.

El flujo del solvente es el mismo para todas las sustancias presentes en la mezcla. Si todas las sustancias fueran completamente solubles, no habría separación. No obstante, por fortuna es muy raro que las sustancias tengan la misma solubilidad en cualquier solvente. Si la sustancia es muy soluble, tenderá a movilizarse a través del medio de sostén y aparecerá en el frente del solvente en movimiento.

Por otra parte, si es relativamente insoluble, tenderá a permanecer en su punto de origen. Por lo tanto, uno de los factores primordiales que determinan la separación cromatográfica son la combinación de la solubilidad y del flujo del solvente. Los otros factores, los factores retardantes, son igualmente importantes y merecen alguna discusión.

## EFFECTOS DE FRAGMENTACION

Como se mencionó antes, la mayoría de las sustancias tendrán distinta solubilidad en diferentes solventes. Si una sustancia se pone en contacto con dos solventes que no se mezclen entresí, se distribuirá entre los dos solventes en relación a la distribución de un soluto entre dos o más solventes que no se mezclan.

El solvente o el líquido que es atrapado por el medio de sostén, sea éste papel, gel, sílice o alúmina, se llama fase estacionaria. Al solvente revelador se le llama fase móvil. Se puede obtener una fragmentación completa si se permite al soluto equilibrarse entre las fases estacionaria y móvil. Si esto no sucede, no será buena la separación y las manchas tenderán a rayar o a "colorear".

Los efectos de fragmentación han sido explotados con mucho éxito en los procesos de separación usando distribución de contracorriente. Esta resulta análoga a la separación entre dos solventes que no se mezclan empleando un embudo de separación. En cromatografía, las fibras de celulosa del papel o una pequeña parte del medio de sostén, se pueden considerar como cámara de separación, con solvente fresco que está siendo agregado constantemente para reponer al que se ha movido a la siguiente cámara. El grado de separación de los componentes de una mezcla dependerá de cuántas cámaras en el papel, o en el medio de sostén, estén en equilibrio con la fase móvil al pasar ésta sobre ellas. Si no se alcanza el equilibrio, las manchas no serán discretas, es decir, rayarán.

## EFFECTOS DE ADSORCION

La adsorción se lleva a cabo cuando hay una concentración más alta en la superficie de un sólido que en la solución circundante. Es totalmente un fenómeno de superficie y no debe confundirse con la absorción, que es la entrada de una substancia en el cuerpo de otra.

Generalmente los adsorbentes usados en cromatografía son el carbón mineral, el sílice gel, el azúcar, el gis (empleado particularmente para la separación de pigmentos vegetales) y la alúmina. Estos deben ser preparados muy cuidadosamente para su uso y sus poderes de separación pueden reducirse grandemente si se hallan presentes ligeras huellas de impurezas, porque ellas ocupan los sitios de adsorción. La impureza más común es el agua.

El gel de sílice para la cromatografía por adsorción debe calentarse a altas temperaturas durante un considerable periodo de tiempo para lograr retirar el agua. A este proceso se le llama activación. Si se agrega agua (desactivación), el gel de sílice se puede usar también para la cromatografía por fragmentación. Cuando es activado, se usa generalmente para la separación de materiales lípidos y cuando es desactivado, se puede utilizar para la separación de material acuoso.

Las separaciones se llevan a cabo sobre adsorbentes porque se crea un equilibrio entre el adsorbente y las moléculas de la fase móvil. Si las moléculas de un componente de la mezcla están estrechamente ligadas al adsorbente, la substancia no descenderá por la columna, sino que será retenida fuertemente en la columna. Si las moléculas tienen una baja atracción hacia el adsorbente, tenderán a moverse rápidamente con la fase móvil. La adsorción influirá sobre la separación cromatográfica, los componentes de la mezcla fuertemente adsorbidos estarán retardados, mientras que las substancias mal adsorbidas se mueven más rápidamente con el solvente móvil.

## CROMATOGRAFIA DE ADSORCION Y PARTICION

La palabra griega cromatografía viene de las palabras griegas Khromatos (color) y graphos (escrito) fundamentalmente. Todos los métodos cromatográficos van dirigidos fundamentalmente a la aplicación de dos o más sustancias. Esto resulta en la cromatografía preparativa, pero también se aplica a la analítica. La pureza de lo que se cree un solo compuesto puro, se demuestra únicamente si se comprueba la ausencia de las posibles impurezas, para ello los patrones de impureza de referencia, deben desplazarse hacia posiciones distintas de la muestra pura.

Las separaciones cromatográficas se consiguen mediante la distribución de los componentes de una mezcla entre una fase fija y otra que se desplaza, llamadas respectivamente Fase Estacionaria y Fase Móvil. Las separaciones entre dos sustancias empieza cuando una está retenida más fuertemente por la fase estacionaria que la otra, que tiende a desplazarse más rápidamente en fase móvil.

f

Al observar la separación de dos sustancias coloridas, los componentes de una tinta o de un colorante por ejemplo, una zona parece moverse muy lentamente. Sin embargo, las moléculas de cada uno son altamente absorbidas y separadas presentando un movimiento de forma errática. A causa de este movimiento desordenado de las unidades integrantes, una zona se ensancha durante la separación cromatográfica la forma ideal resultante es la de una curva de GROS correspondiente a una distribución estática normal.

Se utilizan 3 técnicas distintas llamadas:

- Desarrollo por elusión.
- Análisis frontal.
- Desarrollo por desplazamiento.

## DESARROLLO POR ELUSION

Representa el concepto básico de la separación cromatográfica y es la técnica más usada en los distintos métodos cromatográficos. Para describir estas técnicas se considera una mezcla de dos componentes, dicha mezcla se introduce en el extremo superior de la columna adsorbente y sus componentes se separan en zonas, al pasar uno o más componentes a través de la columna, la fase móvil de adsorción débil o no del todo, por la fase sólida estacionaria. Este tipo no se consigue fácilmente en las prácticas.

## ANALISIS FRONTAL

Consiste en la aplicación continua de una mezcla en el origen. En principio el componente menos fuertemente adsorbido fluye a lo largo de la columna, mientras que el más fuertemente adsorbido se acumula cerca del origen, sin embargo, existe un límite en la capacidad del adsorbente.

Cuando éste se alcanza, también el componente más fuertemente adsorbido empieza a desplazarse hacia lo largo de la columna, por esto las primeras fracciones contendrán sólo el material menos fuertemente adsorbido. Más tarde aparecerán una mezcla de ambas sustancias, esto puede tener lugar en el desarrollo por elusión, especialmente si se le ha aplicado a la columna una carga excesiva.

En vez de zonas distintas unas de otras, hay superposición salvo en la parte que corresponde al primer componente. Evidentemente el análisis frontal es una técnica preparativa más que analítica y respecto a las dos técnicas, tienen el inconveniente de requerir más cantidad de mezcla dado que esta tiene que ser aplicada en forma continua a la columna.

## DESARROLLO POR DESPLAZAMIENTO.

Es el desarrollo de un disolvente más fuertemente adsorbido que los componentes de la mezcla aplicada inicialmente (lo contrario del desarrollo por elusión).

A medida que el disolvente pasa a lo largo de la columna, desplaza a la mezcla al mismo tiempo que se separa parcialmente como en el análisis frontal. Parte del material menos fuertemente adsorbido, es recuperado en forma pura, seguido por una mezcla pero con el desarrollo por desplazamiento podemos obtener parte del componente más fuertemente adsorbido que está como una zona pura detrás de dicha mezcla. El desarrollo por desplazamiento es la técnica que predomina en la resolución final de una columna o en el lavado preliminar de una capa fina o un papel con un disolvente muy polar. Es además un método preparativo pero no es aconsejable para análisis, así como para fines analíticos, la técnica por elusión es esencial. Constituye la base de las técnicas, como preparativas, gas - líquido sobre papel o en capa fina. El análisis frontal y el desarrollo por desplazamiento que se pueden usar en la cromatografía gas - sólido, son técnicas que se emplean para separar un componente específico de una mezcla, pueden ir seguidos si es necesario, de un desarrollo por elusión para purificar el componente (técnicas no muy usadas).

## **CROMATOGRAFIA EN COLUMNA, EN PLACA PREPARATIVA Y CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA.**

Una columna para uso cromatográfico consiste en dos fases contenidas en un espacio que generalmente es cilíndrico y mucho más largo que ancho, es decir, un tubo generalmente de vidrio de sección transversa constante, montado en posición vertical. Se adaptan varios accesorios a la cabeza y extremo final de la columna, de modo que se puede mantener un proceso de elusión y recoger las sustancias cromatográficas.

Las dos fases en el tubo se pueden clasificar de la siguiente manera:

a) Fase Sólido y Líquido.

El sólido se selecciona de manera que tenga afinidad química con la sustancia a cromatografiar, el proceso empleado es la adsorción. Si las fuerzas que intervienen son del tipo de Van der Waals o el intercambio iónico. Si se trata de fuerzas iónicas, la fase líquida es la móvil y debe ocasionar un grado de adsorción si las sustancias han de verse desplazadas en la columna.

b) Fase líquida

Estas deben ser inmiscibles y que una se mantenga estacionaria mientras que la otra se desplaza, esto proporciona el sistema de reparto.

c) Un gas y/o un líquido o un sólido.

Las condiciones son similares a cualquiera de las presentes, el gas proporciona la fase móvil. Esta es la cromatografía en fase gaseosa.

## CROMATOGRAFIA EN PLACA PREPARATIVA Y CAPA FINA.

La cantidad de solutos que pueden cromatografiarse en cada placa depende de la propia naturaleza del mismo y del modo de separarse.

Como regla general, por adsorción puede fraccionarse unos 100 grs de mezcla en una placa de 40 x 20 cm (1mm de espesor), mientras que por reparto la cantidad de muestra sólo es 10 mg generalmente. La muestra se aplica sobre la base de la placa, formando una línea con cualquiera de los métodos de aplicación. A continuación se desarrolla la placa empleando un disolvente adecuado. La recuperación de la sustancia se puede hacer por extracción con un Soxhlet.

En caso de los cromatofilos puede cortarse la banda con una tijeras y recuperar las sustancias de forma análoga a la cromatografía de papel.

La cromatografía en capa fina se practica de dos formas diferentes: La primera consiste en aplicar un volumen conocido de la muestra a una placa y desarrollarla, localizando y recuperando el producto, aunque otra manera es la determinación de los componentes sobre la propia placa.

## ADSORBENTES.

### Gel de Sílice

El gel de sílice o ácido silícico adsorbente que se emplea con más largueza es débilmente ácido. Generalmente lleva acompañado un agente aglomerante, yeso (sulfato de calcio semihidratado), para proporcionar firmeza al adsorbente. Esto puede ocasionar dificultades en la CCF de compuestos inorgánicos; se ha visto que los adsorbentes se adhieren bastante satisfactoriamente sin el aglomerante, si están pulverizados a fondo, hasta un tamaño de partículas muy fino. La ausencia del aglomerante tiene la ventaja de que las papillas acuosas permanecen fluidas durante largo tiempo, mientras que una papilla con aglomerante debe ser empleada dentro de los tres o cuatro minutos después de su preparación.

En sustitución del yeso se ha empleado como aglomerante el almidón de arroz. Así se consiguen capas que son más consistentes y menos susceptibles de deterioro por causas mecánicas, pero lo son por un ataque de los reactivos de revelado de naturaleza corrosiva (por ejemplo, ácido sulfúrico). Para trabajos inorgánicos o cuantitativos existe una calidad de gel de sílice de pureza muy elevada.

También han sido incorporados dos indicadores de ultravioleta, por separado o juntos, en diversos tipos de gel de sílice. La fluoresceína sódica fluoresce cuando se expone a la luz ultravioleta a  $254 \text{ m}\mu$ , de manera que las manchas de compuestos que absorben a esta frecuencia contrastan fuertemente sobre el fondo fluorescente verde - amarillo. Las sales de sodio de los ácidos hidroxipireno-sulfónicos fluorescen a  $366 \text{ m}\mu$ , y proporcionan un fondo de contraste para la serie, más limitada, de los compuestos que absorben a esta frecuencia.

### **Alúmina**

La Alúmina u óxido de aluminio es un adsorbente ligeramente básico. No consigue un desarrollo tan alto de la sustancia depositada como el gel de sílice. Es también un adsorbente con el máximo poder de reacción química, de manera que es posible que con compuestos sensibles, éstos se degraden al tiempo que se carga la placa. La alúmina se puede adquirir con o sin yeso y fluoresceína.

### **Kieselguhr**

Kieselguhr o tierra de diatomeas es un adsorbente neutro; no sólo es mucho menos adsorbente que el gel de sílice o la alúmina, sino también de un poder de resolución menor. Puede añadirse al gel de sílice para conseguir un adsorbente menos activo; se emplea principalmente como un soporte para la fase estacionaria de la CCF de reparto. Se puede adquirir con o sin yeso, como aglomerante.

### **Celulosa**

Como adsorbente se emplea exclusivamente como soporte de la fase estacionaria líquida en la CCF de reparto, de la misma manera que las hojas de papel de celulosa actúan como soporte en la cromatografía de reparto en papel. La ventaja de la CCF con celulosa estriba en que los tiempos de desarrollo son mucho más cortos en comparación con los que, con los mismos sistemas de eluyentes, se precisaban sobre papel; la sensibilidad está grandemente aumentada. Esto explica en parte por la reducida longitud de la fibra de la celulosa para CCF, en parte por la mayor superficie de contacto. Ambas cosas tienden a hacer más concretas las manchas. Debido a su naturaleza fibrosa, la celulosa consigue capas satisfactorias sin necesidad de aglomerante, aunque puede adquirirse con yeso añadido. También existen tipos de celulosa que llevan fluoresceína y acetato de celulosa.

Existen polvos de celulosa cambiadora de iones con o sin yeso. Este tipo de celulosas incluyen amino-etilcelulosa, DEAE (dietil-amino-etil) - celulosa, CM- (carboxi-metil) -celulosa, P- (fosforilada) - celulosa y ECTEOLA - celulosa (mezcla de celulosa alcalina, trietanolamina y epiclorhidrina).

Otros adsorbentes comerciales (Tabla 1.3) específicos para la CCF son los polvos de poliamida y silicato magnésico. Sin embargo, existen una gran variedad de adsorbentes, con inclusión de sulfato cálcico, florisil y polvo de vidrio; se ha de decir que no existe ninguna razón intrínseca por la que no pueda usarse, en CCF, cualquier material que pueda adherirse a una placa. Si bien esto es innecesario con la técnica de la capa suelta.

Es posible preparar ciertos adsorbentes a partir de los componentes básicos mencionados (por ejemplo, ácido silícico o gel de sílice y yeso), pero el coste de los adsorbentes comerciales lo hacen innecesario. El soporte para el adsorbente no ha de ser necesariamente el vidrio; ya han sido empleados materiales tales como el plástico transparente y hojas de aleación de aluminio.

*Tabla 1.3 Tipos de adsorbentes que existen en el mercado*

FABRICANTE	PRODUCTO			
	<i>Gel de Sílice</i>	<i>Alúmina</i>	<i>Kieselguhr</i>	<i>Celulosa</i>
Camag (Fluka)	8	4	-	4
Hopkin y Williams	2	2	1	-
May y Baker	1	1	1	-
Macherey-Nagel	12	2	2	16
Mallinckrodt	8	-	-	-
Merck	8	6	1	-
Woelm	1	3	-	-
Whatman	1	-	-	5
Totales	41	18	5	25

## **APLICACIONES DE LA CROMATOGRAFIA**

### **Filtración en Geles**

Dado que la filtración en geles separa los compuestos de acuerdo con su tamaño y también por su peso molecular. Es posible aplicar este proceso con una amplia variedad de compuestos. Sin embargo, la técnica no puede separar moléculas con sólo pequeñas diferencias en su tamaño molecular.

Cada gel tiene su propia gama de fraccionamiento, lo cual significa que cualquier compuesto con un peso molecular mayor que el del límite de exclusión, pasará a través de la columna y será eluido junto con el frente del solvente. Los geles con bajo rango de fraccionamiento, son particularmente útiles para fraccionar los pequeños péptidos o los sacáridos así como para desalar mezclas antes de someterlas a otras formas de cromatografía.

Las soluciones con varios azúcares son bien separadas y esta técnica puede resultar muy valiosa para exámenes de orina, suero sanguíneo y otros lípidos biológicos donde con frecuencia interfieren las proteínas. La separación parcial de las proteínas del suero sanguíneo y de la sangre se realiza con facilidad, como también el fraccionamiento de extractos biológicos complejos o caldos de fermentación.

### **Intercambio Iónico**

Hasta hace poco la cromatografía por intercambio iónico sólo se podía aplicar a la separación de moléculas relativamente pequeñas. Sin embargo, con la llegada del dietilamino etilo (DEAE) el carboximetilo y los derivados sulfoetilo de Sephadex, se pueden lograr con facilidad separaciones de moléculas grandes de acuerdo con su carga. También se han llevado a cabo separaciones completas de aminoácidos. Los aminoácidos se separan particularmente bien en las resinas de intercambio iónico porque son anfotéricos y por lo tanto contienen dos grupos ionizables por molécula, que son ácidos y básicos.

Las proteínas han sido separadas tanto en columnas de resinas como en dextranas modificadas, sin embargo, las proteínas son demasiado grandes para penetrar en la matriz de la resina y en consecuencia la separación ocurre en la superficie de ésta y tan sólo para proteínas de bajo peso molecular. De igual forma, las resinas de intercambio iónico son muy útiles para separar las bases purínicas y pirimidínicas, al igual que los nucleótidos.

### **Cromatografía por adsorción**

La alúmina se ha empleado para la separación general de casi todas las clases de materiales. Tanto el silicato de aluminio como el gel de sílice se usan para la separación de esteroides, glucósidos de esteroides, ácidos grasos y los glicéridos; mientras que la sacarosa finamente molida es útil para separar pigmentos de plantas, tales como carotenoides, xantófilas y las clorofilas. En la tabla 1.4 se muestran las principales aplicaciones de la cromatografía por adsorción.

---

**Tabla 1.4 Aplicaciones de la cromatografía por adsorción**


---

Tipo de Adsorbente	Aplicación
Alúmina	Adecuado para colorantes, ésteres, vitaminas, esteroides, material inorgánico y alcaloides.
Silicato de aluminio	Esteroides y glucósidos de esteroles.
Carbonato de calcio	Pigmentos de plantas (carotenoides, xantófilas y clorofilas).
Hidróxido de calcio	Carotenoides.
Fosfato de calcio	Proteínas incluyendo enzimas y ácidos nucleicos.
Celulosa	Carbohidratos, aminoácidos (similar al papel) y colorantes.
Carbón	Aminoácidos, péptidos y carbohidratos.
Magnesio	Igual que para la alúmina.
Carbonato de magnesio	Porfirinas y algunos pigmentos biliares.
Silicato de magnesio	Algunas grasas (principalmente los glicéridos), esteroides, ésteres grasos, alcaloides y acetatos de azúcares.
Gel de sílice	Aminoácidos, esteroides, ácidos grasos, glicéridos y azúcares.
Sacarosa	Pigmentos de plantas incluyendo clorofilas y xantófilas.

## CAPITULO II

### GEL DE SILICE

---

#### CARACTERISTICAS DEL GEL DE SILICE

**PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS, METODOS DE OBTENCION,  
USOS.  
OPERACIONES UNITARIAS.**

---

---

## **CAPITULO II.**

### **GEL DE SILICE.**

La importancia de la sílice en el desarrollo de este trabajo es evidente, es por eso que resulta importante conocer la forma en que ésta se obtiene y los procesos industriales que existen en la actualidad para la fabricación de este material. Un elemento que juega un papel importante es el silicio, es por eso que este capítulo se iniciará hablando un poco sobre dicho elemento.

Es muy importante destacar las propiedades del gel de sílice, ya que representa un factor primordial para el desarrollo del proceso es decir , es necesario conocer las características del material a tratar como son: Densidad, tamaño de partícula, adsorción de humedad, etc. (en la tabla 2.1 se presenta un resumen de propiedades, dentro de este capítulo), ya que con estos datos se podrá elegir la mejor alternativa para alcanzar la(s) meta(s) planteadas en los objetivos de este proyecto.

Hablar de los métodos de preparación industrial y los procesos existentes, servirá como guía para el diseño del proceso alternativo para los fines previamente establecidos, como se verá en el capítulo III. Al final de este capítulo, se presenta un anexo denominado "Operaciones Unitarias", que tiene como objetivo principal describir las operaciones principales que se llevan a cabo en el proceso de fabricación de gel de sílice.

El gel de sílice no se utiliza únicamente en técnicas cromatográficas para trabajos de investigación, sino que tiene una gran diversidad de aplicaciones industriales, como se describe en la tabla 2.2 de este mismo capítulo, y que impacta en el uso que se le puede dar a la sílice obtenida con el proceso derivado de este trabajo de investigación, que se marcará con mayor énfasis en los capítulos III y IV de este trabajo.

## EL SILICIO

### Historia y estado natural.

El nombre de silicio se deriva de la palabra latina *silex* (pedernal). Los compuestos del silicio han sido de gran importancia desde la prehistoria. Las herramientas y las armas hechas de pedernal, una de las variedades de dióxido de silicio, fueron los primeros utensilios del hombre. Aunque sir Humphry Davy tenía la certidumbre de que la sílice no era un elemento, no consiguió descomponerla.

En 1823, Berzelius produjo silicio amorfo haciendo actuar tetrafluoruro de silicio sobre potasio caliente. Al lavar el producto con agua, obtuvo un polvo pardo, que era silicio amorfo. En 1854, Henri Sainte-Claire Deville preparó silicio cristalino por electrólisis de un cloruro impuro de sodio y aluminio. El silicio estaba contenido en el aluminio en forma de escamas brillantes; se eliminó el aluminio por disolución y quedó el silicio cristalino.

El silicio, a diferencia del carbono, no existe libre en la naturaleza. Como dióxido se encuentra en varias formas de cuarzo: cristal de roca, amatista, cuarzo ahumado, cuarzo rosa y cuarzo lechoso. La arena es en gran parte dióxido de silicio (sílice). El ópalo es una variedad hidratada de cuarzo. La mayoría de las rocas corrientes salvo calizas o dolomitas, contienen silicio, por ejemplo el feldespato,  $KAlSi_3O_8$ ; el asbesto,  $Mg_8Ca(SiO)_3$ ; la mica  $KH_2Al_3(SiO_4)_3$ .

### Obtención del Silicio

El tetracloruro de silicio puede reducirse a silicio por el potasio, el sodio o el aluminio:



Durante la reducción hay que excluir el oxígeno del aparato.

La sílice puede reducirse mediante un reductor energético como magnesio o Aluminio.



El silicio obtenido de este modo es un polvo pardo amorfo. Se produce una variedad cristalina calentando una mezcla de arena y carbón en un horno eléctrico. El procedimiento es análogo al empleado para obtener carburo de silicio, con la diferencia de utilizar una cantidad menor de carbón.



Añadiendo a la carga óxido de hierro, se obtiene una aleación de hierro y silicio llamada ferrosilicio.

## DIOXIDO DE SILICIO (SILICE)

Se encuentra en la naturaleza en muy diversas formas de cuarzo, como un depósito cristalino. El color de los cristales proviene de impurezas. Son formas amorfas de sílice el ágata, el jaspe y el ónice. Las partes duras y brillantes de la paja y del bambú contienen sílice, y en gran proporción existe también en los esqueletos de algunos organismos marinos (esponjas y tierras de diatomeas o de infusorios).

El cuarzo puro puede fundirse en un horno eléctrico a unos 1,600 °C, para moldearlo en vasijas, como vasos, botellas y tubos, igual que el vidrio. El "vidrio" resultante es lechoso y translúcido, por las diminutas burbujas de gas incluidas en el material. Se obtiene cuarzo transparente fundiéndolo en vacío, para eliminar los gases.

### Estructura del $\text{SiO}_2$

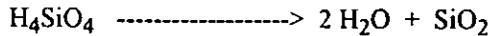
El contraste entre el dióxido de carbono y el dióxido de silicio es muy pronunciado. En el dióxido de carbono sólido, la unidad de estructura es la molécula,  $\text{CO}_2$ , mientras que en el de silicio la molécula no existe. Esto explica la volatilidad del  $\text{CO}_2$  y el elevado punto de fusión y de ebullición de la sílice.

La estructura unitaria en la sílice es un tetraedro, consistente en un átomo de silicio rodeado de cuatro átomos de oxígeno. Los tetraedros se unen entre sí compartiendo los átomos de oxígeno de sus vértices contiguos. Un átomo de silicio tiene, por así decirlo, media compartición en cuatro átomos de oxígeno y esto explica la relación en el compuesto de un átomo de silicio y dos de oxígeno ( $\text{SiO}_2$ ).

Todo el cristal de sílice puede considerarse como una molécula gigante; la red cristalina es sólida y se necesita una gran energía para romperla. Por eso es que el cuarzo tiene un elevado punto de ebullición y es una sustancia dura. Los tetraedros pueden enlazarse de diversos modos para producir una figura de tres dimensiones, dando origen a las diversas formas de la sílice.

## Acidos Silícicos

El dióxido de silicio,  $\text{SiO}_2$ , es el anhídrido del ácido ortosilícico,  $\text{H}_4\text{SiO}_4$ ; pero la reacción no es reversible:



Cuando se deshidrata el ácido orto, son posibles teóricamente varios ácidos que representan diversos grados de hidratación del  $\text{SiO}_2$  como:

- Acido ortosilícico.
- Acido metasilícico.
- Acido disilícico.
- Acido trisilícico.

Si se añade un ácido a una disolución de silicato sódico, se forma inmediatamente un precipitado gelatinoso de ácido silícico. Pero si el silicato se vierte sobre el ácido no hay precipitación y el ácido silícico queda en suspensión coloidal. El precipitado primeramente obtenido corresponde a la fórmula  $\text{H}_4\text{SiO}_4$  (Acido ortosilícico).

El ácido silícico incompletamente deshidratado que se obtiene calentando la sustancia precipitada en vacío a  $300^\circ\text{C}$ , contiene alrededor de 6% de agua, y se llama **gel de sílice**. Se emplea como desecante, decolorante y adsorbente de vapores valiosos, como los de gasolina y disolventes orgánicos.

## **Generalidades de la Sílica Gel.**

La sílica gel puede ser descrita como una red rígida tridimensional coherente, de partículas contiguas de sílica coloidal. La formación de sílica gel es posible por medio de la polimerización de ácido silícico, así como por agregación de partículas de sílica coloidal.

La historia de la sílica gel se remonta a principios de este siglo. Partiendo con Wolf y Praetorius en 1928, Vail resumió la historia, fabricación y uso de los geles comerciales en 1952. La teoría de la estructura de la gel y su comportamiento fueron descritas por Iller en 1955. Una revisión hecha por Neimark cubre principalmente los trabajos rusos hechos en el campo hasta 1953. Desde 1970, la actividad de investigación y publicación se ha visto estimulada por la creciente demanda de geles de estructura especial para uso en columnas cromatográficas, tan importantes para los análisis clínicos.

Por otro lado, la sílica gel se presenta en una gran variedad de tamaños, que van desde las grandes masas sólidas hasta partículas submicroscópicas y su grado de hidratación va desde casi anhidro a masas gelatinosas blandas que contienen 100 partes de agua por 1 de sílica.

## **Formación de un gel.**

La diferencia entre un gel y un precipitado, estriba en que en un gel la concentración de partículas como una red tridimensional es la misma en toda la solución circundante, mientras que en un precipitado, la concentración de flóculos o agregados es más alta en el precipitado que en la solución. Las partículas de un gel no son visibles, mientras que en el precipitado sí lo son.

La etapa inicial para la formación de geles o fase de gelado, comienza con la congregación de algunas partículas formando pequeñas cadenas, las cuales se van incrementando hasta formar una cadena ramificada.

La fase de gelado es invisible, ya que la solución permanece clara, sin embargo se denota que la viscosidad aumenta a medida que se avanza en esta fase.

Las características de un gel son como sigue:

1. Asociación fuerte y formación de estructuras.
2. No existe movimiento browniano.
3. En reposo, el gel tendrá una forma estable, sólo fluirá al sobrepasar un punto de cedencia.

### **Tipos de Sílica Gel.**

Los tipos de sílica gel que existen dependen del tipo de tratamiento que se le da después de la etapa de gelado. Los nombres de la sílica gel se derivan del tipo de agente dispersante en que se lleve a cabo la gelación.

*Alcogel.* Son geles en los cuales los poros están llenos de alcohol.

*Hidrogel o acuagel.* Son geles en los que los poros están llenos de agua.

*Xerogel.* Es un gel en el que el medio líquido ha sido removido, con lo cual la estructura del gel comienza a comprimirse, reduciéndose la porosidad.

*Aerogel.* Es un tipo especial de Xerogel, en el cual el líquido ha sido removido en tal forma que no haya cambio en la estructura del gel cuando al momento de remover el líquido.

### Propiedades físicas y químicas del gel de sílice.

La sílica gel está contenida en el campo de estudio de la química inorgánica, es una sílica amorfa parcialmente deshidratada. Esto es, una sílica polimerizada, la cual es considerada como un polímero condensado en ácido silícico.

Cuando la gelación se lleva a cabo en un medio ácido, las mezclas de la sílica son extremadamente pequeñas, pero cuando la gelación se lleva a cabo en un medio alcalino, se obtienen mezclas de sílica más grandes. Como resultado, el diámetro de poro promedio es mayor, incrementándose el volumen del poro y disminuyendo el área superficial.

Como se vió anteriormente, si se modifica la técnica de preparación de la sílica gel, se obtienen distintos tipos de ésta. Las propiedades de estos tipos pueden englobarse en los siguientes grupos:

#### *Sílica gel de regular densidad (alcogel y acuagel).*

Esta sílica se distingue por sus poros extremadamente finos, los cuales tienen una alta capacidad de adsorción de agua y de otro tipo de compuestos polares. Bajo pruebas estáticas, esta es una gel que adsorbe aproximadamente 7% de agua a 10 % rH a 25 °C. La capacidad de adsorción aumenta de 40 a 80 % rH.

rH = Humedad relativa

Bajo prácticas dinámicas de adsorción, la capacidad para adsorber agua es alta, alcanzándose un 25 %, es decir, 25 g de agua se adsorben por cada 100 g de adsorbente activado.

Una propiedad importante de este tipo de sílica radica en que este no es un producto totalmente deshidratado, sino que cuenta con grupos hidroxilo, los cuales son muy importantes en la determinación de su estructura y características. Este tipo de gel tiene una alta selectividad por las moléculas polares. También cuenta con gran área superficial y gran porcentaje de poros pequeños.

*Silica gel de baja densidad (Aerogel y Xerogel).*

Esta silica se caracteriza por un diámetro y un volumen de poro más grande y uniforme que la silica de regular densidad. Generalmente se prepara como un polvo fino con un tamaño entre 1 y 5  $\mu$ . Esta silica de baja densidad, es un aerogel, el cual es un xerogel como se indicó anteriormente.

A continuación se presenta un cuadro comparativo de las propiedades de estos dos tipos de silica.

**Tabla 2.1 Cuadro comparativo entre las propiedades de la silica de regular densidad y la silica de baja densidad.**

Propiedades	Silica de regular densidad	Silica de baja densidad
Densidad (g/ml)		
Aparente	0.67 - 0.75	0.12 - 0.17
Partículas	1.1 - 1.2	---
Verdadera	2.20	2.20
Area superficial (m <sup>2</sup> /g)	750 - 800	100 - 200
Volumen de poro (ml/g)	0.37 - 0.40	1.4 - 2.0
Diám. prom. poro (A°)	22 - 26	180 - 220
Tamaño partícula	0.2 - 0.5 mm	10 - 40 milimicras
Adsorción de humedad (%)	25	3
Conduc. térmica (Btu/hrft <sup>2</sup> °F)	1	1
Calor específico (Btu/lb°F)	0.22	0.22

NOTA. Dentro de este capítulo, bajo el título de "Características del gel de sílice a tratar", se podrán conocer las características del gel de sílice utilizado para el desarrollo de este trabajo de investigación.

### **Mecanismo de adsorción de la sílica gel.**

Dado que existen diversas teorías para explicar la adsorción de la sílica gel, se tratará de exponer las principales características de éstas.

Primeramente se lleva a cabo una condensación inicial de vapor en los poros de la sílica, llega a formar una capa monomolecular la cual, a su vez, da lugar a una humedad relativa uniforme muy baja; posteriormente la adsorción continúa mediante una atracción capilar llenándose los poros de la partícula en proporción directa a la presión relativa del vapor adsorbido.

El líquido condensado en el poro forma un menisco cóncavo a la fase vapor. La presión de vapor sobre este menisco es más baja que la presión de vapor normal del líquido.

Para poros muy pequeños, los vapores se condensan a presiones más bajas que la presión de vapor normal, por lo que los diámetros de poro más pequeños dan mayores pérdidas de presión, lo cual implica una mayor adsorción.

Dependiendo del tipo de partículas y de sus propiedades adsorptivas será la utilización de la sílica.

### **Usos del gel de sílice.**

Los usos del gel de sílice son muy variados; para una mejor visualización de éstos se recurrirá a la tabla 2.1 en donde se denota la industria que emplea el gel de sílice y la aplicación que tiene éste dentro de la misma.

Tabla 2.2 Aplicación del gel de sílice por industria.

Industria	Forma*	Aplicación
Gas Natural	E	Secado a bajo punto de rocío. Control de bajo punto de rocío de hidrocarburos. Recuperación de hidrocarburos de fracciones de gasolina.
Refinación	E	Secador empleado en los reformadores de gases reciclados, combustibles keroseno, hidrocarburos fraccionados, atmósferas inertes y una amplia variedad de otros hidrocarburos líquidos y gaseosos.
Químicos/Petroquímicos	E	Secado a bajo punto de rocío de innumerables gases y líquidos tales como el H <sub>2</sub> , N <sub>2</sub> , CCl <sub>4</sub> , H <sub>2</sub> S, HCl, SO <sub>2</sub> , refrigerantes, etileno, benceno, etc. Además se puede efectuar la purificación de gases y líquidos. Por ejemplo, remoción de benceno, tolueno y otros aromáticos de corrientes parafínicas, purificación de corrientes de alimentación de monómeros, adsorción y recuperación de otras sustancias químicas como el SO <sub>2</sub> , CHCl <sub>3</sub> , ac. acético, metanol y varios solventes más.
Gases industriales	E	Secado del aire de entrada y remoción de hidrocarburos del líquido rico en las plantas LOX. Además el del de sílice se usa para secar productos gaseosos.
Refrigeración	E	Se emplea como secante de refrigerantes en sistemas de refrigeración automotrices y comerciales.

Industria	Forma*	Aplicación
Empaques comerciales y militares.	G	Numerosas configuraciones de embalaje utilizan el gel de sílice para protección contra humedad, enmohecimiento y olores en productos farmacéuticos, alimentos, empaqueo de productos metálicos, equipo e instrumentos delicados.
Telecomunicaciones	G	Los cables de teléfono subterráneos están protegidos por equipo de secado que contienen sílica gel. Además, estos cables se unen con sílica gel que se pone en su superficie para disminuir el riesgo de resquebraaduras entre ellos.
<i>Aplicaciones Misceláneas</i>		
Secado de flores	G	Generalmente vienen con un indicador incluido.
Indicador de humedad	G	Geles que contienen cloruro de cobalto como colorante, el cual indica con sus cambios de color, la humedad relativa que en ese momento se tiene.
Cromatografía	G	Se trata de una sílica gel de extrema pureza y de un tamaño de partícula especial para separaciones cromatográficas.
Como ayuda a catalizadores.	G	Su alta porosidad, poder adsorptivo y su carácter inerte, permiten que ciertos metales resulten eficientes catalizadores al incorporárseles el gel de sílice.
Agente dispersante	G	Sílicas de tamaño micrónico, se usan como transportadores y dispersantes para aceite y agua; agentes espesantes de pinturas antigrumos y agentes que permiten el libre flujo para alimentos y productos farmacéuticos.

\* G = Granular; E = Esférico

### **Sucedáneos.**

De todas las aplicaciones que tiene la sílica gel, destaca la de desecante industrial, por los volúmenes que se usan y por su gran capacidad adsorbente.

La sílica gel y demás sustancias útiles como desecantes industriales (y que podrían utilizarse como sucedáneos), están clasificados como desecantes insolubles, es decir, se trata de sólidos que no se humedecen ni se vuelven pegajosos en servicio ordinario. Además de materias insolubles como la alúmina, bauxita y sílica gel, se incluyen los percloratos de magnesio y bario, que son solubles en el agua. El hecho de que a estos últimos se les considere también como desecantes insolubles, se debe a que mantienen su estado sólido en todos los periodos del ciclo de secamiento. Por consiguiente, el equipo en que se usan estos desecantes se diseña con las mismas normas y especificaciones que los equipos en que se usan sustancias verdaderamente insolubles.

Los desecantes insolubles son muy usuales en instalaciones de gran escala donde se requiere de un secado muy completo. Se pueden secar gases y líquidos pasándolos por lechos fijos de estos materiales, donde el desecante es regenerado "in situ" al final del ciclo de secamiento. En la tabla 2.3 se muestra la capacidad de adsorción de diversos desecantes insolubles.

**Tabla 2.3 Capacidad adsorbente de diversos desecantes insolubles**

Sustancia (nombre comercial)	Fórmula	H <sub>2</sub> O remanente por litro de aire, (mg)
Cloruro de calcio anhidro.	CaCl <sub>2</sub>	1.25 (1.23 a 1.27)
Cloruro de calcio (anhidro no técnico)	CaCl <sub>2</sub>	0.36 (0.33 a 0.38)
Sílica gel	H <sub>4</sub> SiO <sub>4</sub>	0.006 (0.002 a 0.01)
Sulfato de calcio	CaSO <sub>4</sub>	0.005 (0.004 a 0.006)
Oxido de calcio	CaO	0.0035 (0.003 a 0.004)
Perclorato de magnesio anhidro	Mg(ClO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	0.002 (0.0016 a 0.0024)
Alúmina	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.001 (0.0008 a 0.0012)
Oxido de bario	BaO	0.00065 (0.0006 a 0.0008)

FUENTE: National Bureau of Standards.

Se han suscitado muchas discusiones acerca de los méritos relativos de la sílica gel, la bauxita y la alúmina; sin embargo son tantas las variables que intervienen que es difícil llegar a una conclusión precisa sobre cual ofrece mayores ventajas.

Muchos ingenieros creen que la sílica gel tiene mayor capacidad de secamiento y algo menos de eficiencia de secamiento que las bauxitas en igualdad de circunstancias. La sílica gel se desintegra en contacto con agua líquida libre, y en cambio, las bauxitas retienen su forma de partícula, lo cual puede ser de importancia, incluso en secadores en que ordinariamente no hay agua líquida en las condiciones normales de operación, ya que es posible que penetre agua en el lecho desecante si se trastorna la unidad.

La mayor capacidad de secamiento de la sílica gel a menudo es un punto de gran importancia a su favor, pues permite menor masa de desecante y menor calor para la regeneración. Estas consideraciones hacen que la sílica gel tenga alguna ventaja sobre las bauxitas.

**Análisis de la demanda.***Fuentes de demanda actuales.*

Como resultado de una investigación directa se localizaron los principales distribuidores en la República Mexicana. Para mayor claridad, en la tabla 2.4 se muestra una relación de distribuidores y el área industrial en donde han enfocado su producto.

*a) Como deshidratante o agente secante a nivel industrial.*

Aquel utilizado en filtros deshidratantes, - usados - principalmente en la industria de la refrigeración industrial. Este tipo de sílica gel es preferentemente de forma esférica, ya que esto evita problemas de desgaste en las líneas donde se instala el filtro. En la mayoría de los casos se le incluye un indicador de humedad. Toda la producción es importada.

---

**Tabla 2.4a Distribuidores y área de distribución de sílica gel como deshidratante a nivel industrial.**

---

<b>Distribuidor</b>	<b>Estado</b>
Hermetik S. A.	Edo. de México
Valy Control	Distrito Federal
Metaloquímica Mexicana	Distrito Federal
Holz Chemicals de México	Edo. de México
Watson Phillips Cía.	Edo. de México

*b) Deshidratante a nivel comercial.*

Es aquel que se emplea en el empaquetamiento de ciertos productos que podrían ser dañados por la humedad como son: aparatos eléctricos, flores deshidratadas, medicinas, alimentos, etc. Este tipo de sílica gel es de tipo granular. También llega a emplearse a nivel industrial aunque a menor escala. Existe producción nacional.

*Tabla 2.4b Distribuidores y área de distribución de sílica gel como deshidratante a nivel comercial.*

<b>Distribuidor</b>	<b>Estado</b>
Alquimia Mexicana	Distrito Federal
Química Anglomexicana S. A. *	Distrito Federal
Corzo de México*	Distrito Federal
Watson Phillips y Cia.	Edo. de México
Metaloquímica Mexicana	Distrito Federal
Holz de México	Edo. de México

\* Productor.

c) *Agente adsorbente en laboratorios.*

Aquí se emplea un tipo de sílica gel muy pura y de diámetro de partícula muy pequeño.

*Tabla 2.4c Distribuidores y área de distribución de sílica gel como agente adsorbente en laboratorios.*

Distribuidor	Estado
Industrias Merck	Edo. México, Puebla, Guadalajara.
J. T. Baker	Edo. de México
Holz Chemicals de Méx.	Edo. de México

**Análisis de los precios de venta de la sílica gel.**

En el caso de la sílica gel granulada, que es la que se produce en México, el precio varía conforme disminuye el diámetro de la partícula. Así, para la sílica más burda se tiene un precio de 976 \$/kg; mientras que para la sílica de 1 mm de diámetro sin indicador, el precio promedio es de 2,850 \$/kg, para el caso de sílica con indicador de humedad, el precio promedio es de 3,460 \$/kg.

Para la sílica gel de forma esférica, se tienen precios más altos (gran parte de este tipo de sílica se importa) y tiene una mayor utilidad. El precio promedio para este tipo de sílica con indicador es de 1,000 \$/kg.

## CARACTERISTICAS DEL GEL DE SILICE

El gel de sílice adsorbente es químicamente inerte, no es deliquescente ni tampoco corrosiva. Adsorberá 40 % de su peso en agua.

Tiene especial afinidad por moléculas que contienen grupos hidroxilos u otros grupos que contengan oxígeno. Su carácter adsorbente con algunas sustancias es como sigue en orden decreciente: agua, alcoholes, diolefinas, naftenos y parafinas.

Es capaz de sacar fácilmente gases con punto de rocío menores de  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Las temperaturas de regeneración que se recomiendan son de  $150$  a  $175\text{ }^{\circ}\text{C}$ , aunque a  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$  se puede regenerar parcialmente.

*Tabla 2.5 Características Físicas y Químicas*

Compuesto	Contenido (% peso)
Silica (Acido silícico)	89.24
Agua	6.00
Alúmina	3.00
Cloruro de cobalto	1.76

Forma de la partícula:	Esférica
Diámetro de la partícula:	$5 \times 10^{-3}\text{ cm}$
Area superficial:	$832 \times 10^5\text{ m}^2/\text{kg}$
Calor específico:	$0.22\text{ cal/kg }^{\circ}\text{C}$
Densidad:	$1.203\text{ g/ml}$
Conductividad térmica:	$1.24 \times 10^6\text{ cal/hrm}^2\text{m}^{\circ}\text{C}$

## **PROCESOS DE PRODUCCION DEL GEL DE SILICE**

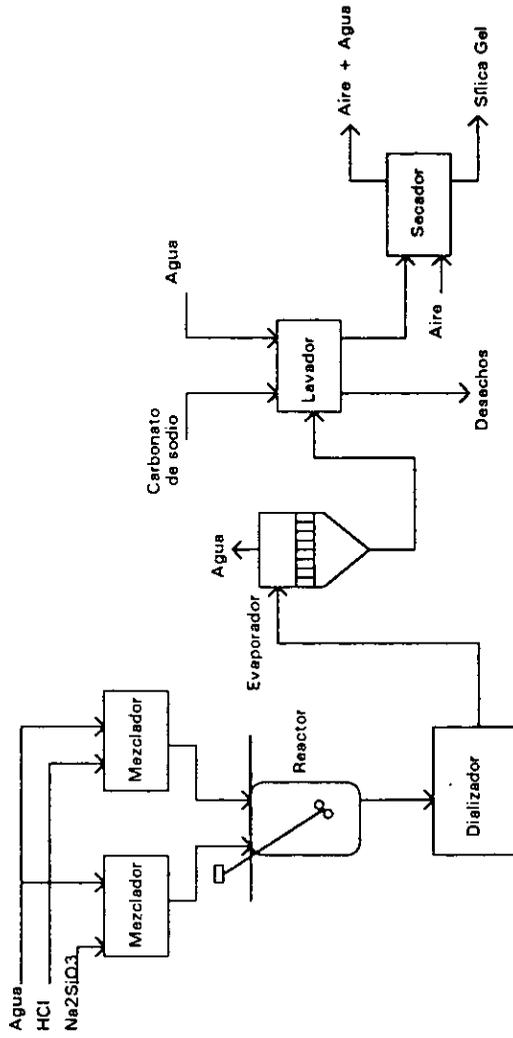
### **PROCESO HUMMER**

El método Hummer produce un gel de sílice con aproximadamente 13% de contenido de agua, con una consistencia y dureza aceptable. Este método requiere como materia prima el silicato de sodio y el ácido clorhídrico.

Se emplea silicato de sodio en solución diluida, se mezcla con ácido clorhídrico diluido (20 %) dentro de un reactor, donde se tratará de que no se presente precipitación. Posteriormente, la solución proveniente del reactor se alimenta a un dializador, donde los iones cloruro y sódico se difunden en otro líquido, dejando una solución coloidal transparente llamado hidrogel o ácido silícico. Esta solución se concentra por evaporación hasta que el contenido de dióxido aumenta su concentración hasta un 14 %. Posteriormente se coagula en una jalea de sílice transparente de color blanco azulado (hidrogel).

El gel de sílice se alimenta a un secador con aire, el cual retiene alrededor del 16 % de agua en el aire de salida, quedando la sílice con aproximadamente el 13%.

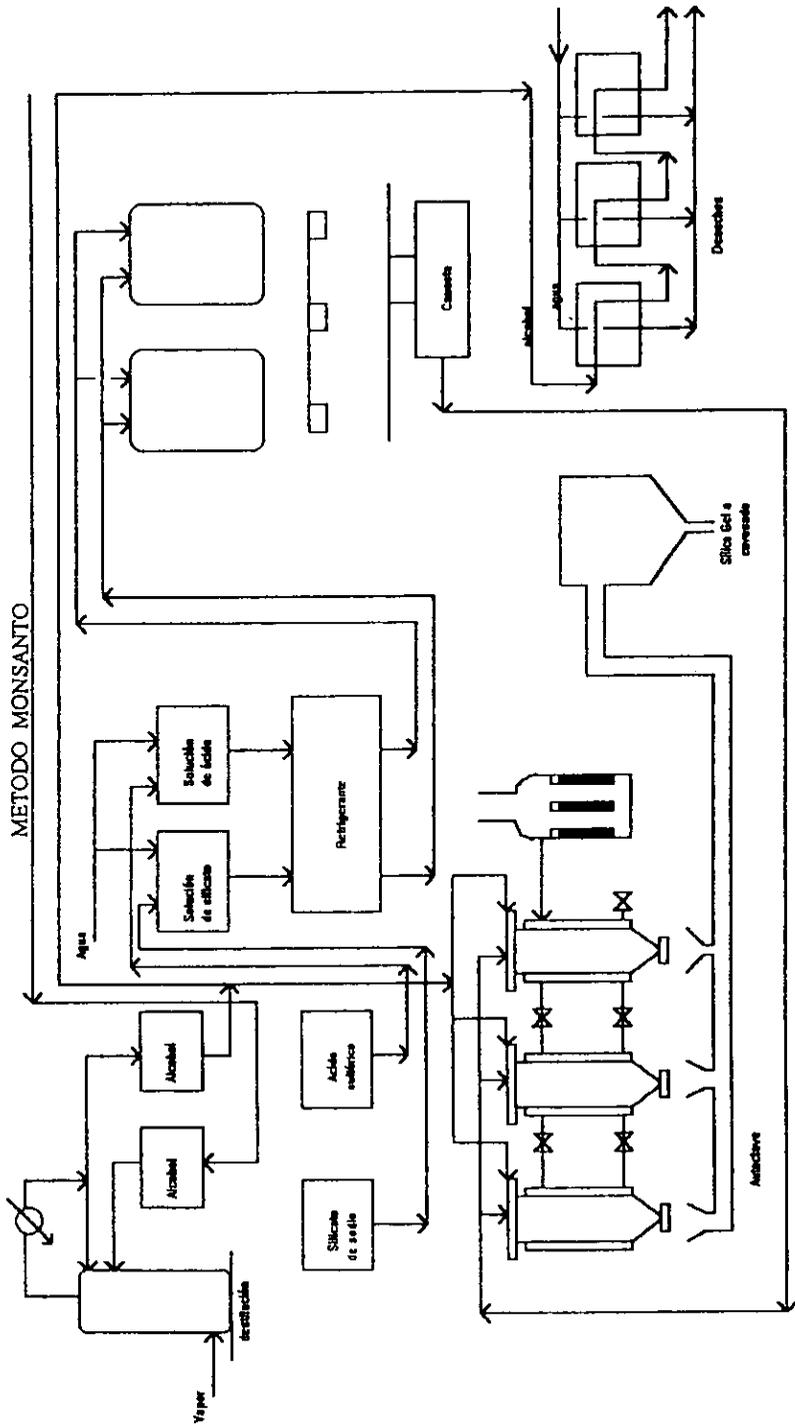
# METODO HUM-MER



## METODO MONSANTO

El método Monsanto, fue el primer método que se utilizó para producir sílica gel a gran escala. Este método consiste en mezclar una solución diluida de ácido mineral ( $H_2SO_4$ ,  $HCl$ ,  $HNO_3$ ). Esta mezcla se pasa a un reactor donde deberá controlarse la temperatura utilizando un controlador. Este reactor tiene un rendimiento del 80 % de sílica. Posteriormente se traslada a una serie de tanques de lavado (1 a 4) donde se lavan los sólidos precipitados con agua de lavado, en dichos tanques se remueven las sales formadas así como el sulfato de sodio o cloruro de sodio según el tipo de ácido que se haya utilizado. El precipitado así obtenido, se traslada mediante una canasta hacia una autoclave a una temperatura de 550 °C y 1atm de presión, donde se deja aproximadamente 30 min. Después de esto, se evacúan las autoclaves del aerogel obtenido y se transporta mediante un sistema neumático. El producto tiene una densidad bastante baja, de 3 a 9 lb/ft<sup>3</sup>.

METODO MONSANTO



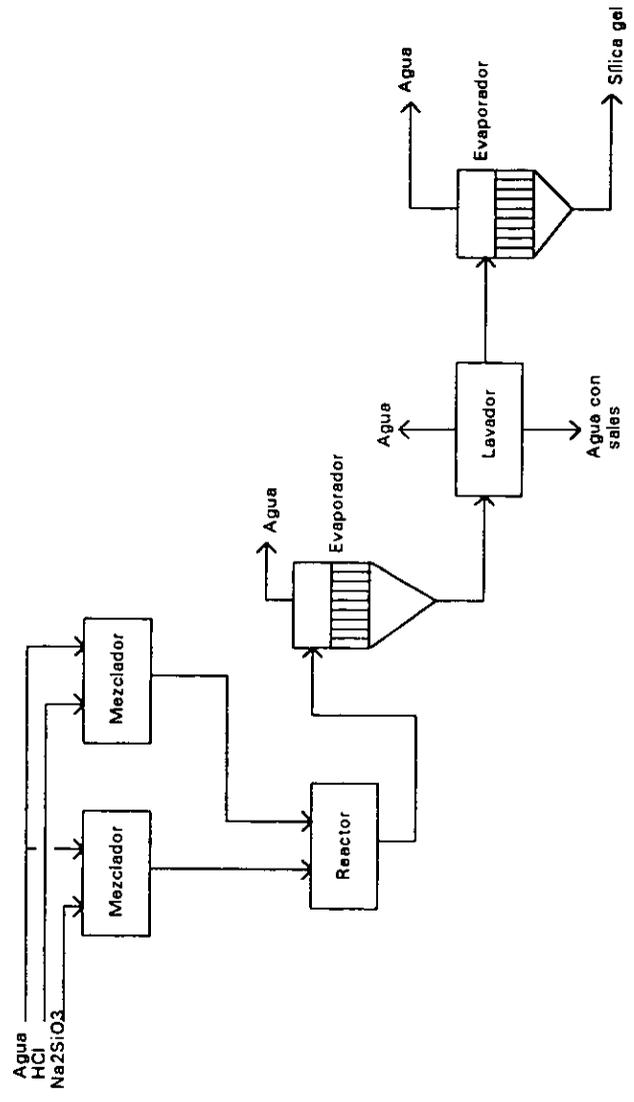
## **METODO ICA**

Para la preparación de ácido silícico se tiene que partir de silicatos y descomponerlos por ácidos; así se obtiene, por ejemplo, ácido silícico coloidal mediante adición del ácido clorhídrico diluido sobre disilicato sódico o vidrio salube.

Si se añade la disolución de silicato al ácido clorhídrico, el ác. silícico permanece en disolución coloidal en tanto que hay todavía exceso de clorhídrico; de esta manera, la disolución acuosa debe tener una concentración tal de ác. silícico que la disolución total solidifique en un gel; para separar el coloide, los electrolitos que simultáneamente existen (cloruroo sódico y ác. clorhídrico) es necesario dializar. Por adición de disoluciones de electroolitos se puede precipitar el ác. silícico disuelto en forma coloidal. La precipitación es reversible, de este modo se puede obtener nuevamente el estado del sólido después de separar los electrolitos por medio de diálisis.

También por evaporación del agua puede transformarse el ác. silícico coloidal en un gel; el gel así obtenido contiene, en principio, más agua que el correspondiente en forma de ortosilicato  $H_4SiO_4$ ; mediante evaporación lenta se le puede sustraer al gel la cantidad total de agua, de tal modo que finalmente no queda más que  $SiO_2$  puro; si la deshidratación no se lleva tan lejos, entonces el gel, en principio es reversible y por tanto, puede transformarse en sol. mediante fijación de agua; al final sin embargo, es irreversible. El punto de transición entre la reversibilidad y la irreversibilidad no corresponden a una riqueza determinada del gel y el agua, sino que depende del modo de prepararlo, de la edad del gel, etc.

# METODO ICA

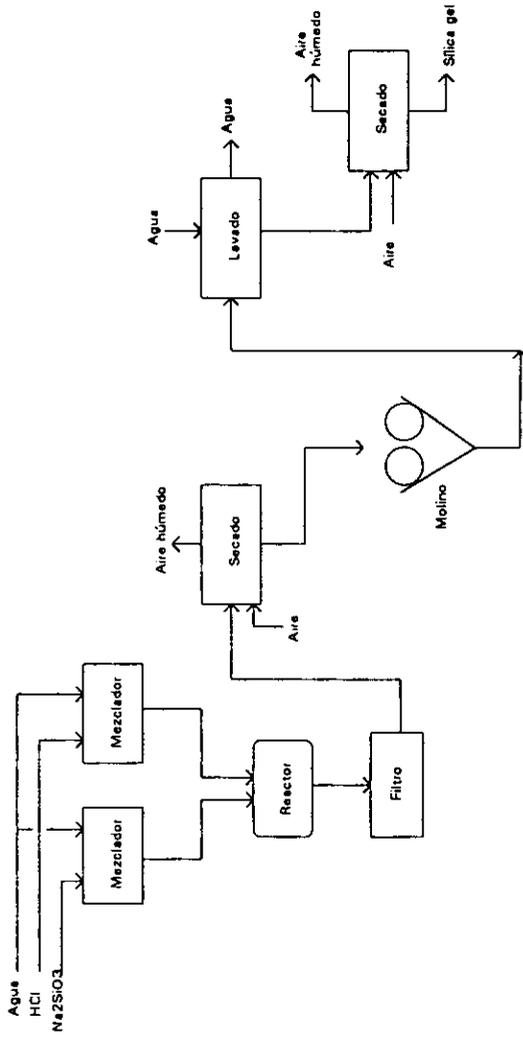


## **METODO MERCK**

Con agitación mecánica, se diluye al 20 % una solución de silicato sódico 1:1 en agua; posteriormente se trata la mezcla, poco a poco con *ác. clorhídrico*, hasta reacción ácida al azul de timol ( $\text{pH} = 4$ ). Se mantiene aún la agitación durante 2 horas a temperatura ambiente. Se filtra y se lava con agua hasta que las aguas de lavado no causen reacción ácida. Logrado esto se seca el producto durante 12 horas a 200 °C, posteriormente se tritura hasta alcanzar el grado de finura conveniente (malla 50 - 150) y se lava hasta lograr la eliminación total de HCl. Por último se seca a 250 °C, hasta constancia de peso.

El gel obtenido por este método es apropiado para la adsorción cromatográfica, ya que se obtienen gránulos de gel con la dureza del vidrio y de color blanco mate, con superficie específica de 500 m<sup>2</sup>/g.

# METODO MERCK



## ANALISIS DE REACCION PARA LOS METODOS DE PRODUCCION DE GEL DE SILICE

### Método Hummer

Conversión: 100 %

	$\text{Na}_2\text{SiO}_3 + 2 \text{HCl} + \text{H}_2\text{O} \text{ ----->}$			$\text{H}_4\text{SiO}_4 + 2 \text{NaCl}$		
Kg-mol	1	2	1	1	2	
Peso/mol	122.06	36.4	18.00	96.08	58.5	
Kg reac.	122.06	72.8	18.00	96.08	117.0	
Kg rea/Kg pdto.	1.2704	0.7577	0.1873	1	1.2177	
Kg reac./ 100 kg pdcto.	127.04	75.77	18.73	100	121.77	

### Método Monsanto

Conversión: 100 %

	$\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O} \text{ ----->}$			$\text{H}_4\text{SiO}_4 + \text{Na}_2\text{SO}_4$		
Kg-mol	1	1	1	1	1	
Peso/mol	122.06	98.06	18.00	96.08	142.06	
Kg reac.	122.06	98.06	18.00	96.08	142.06	
Kg rea/Kg pdto.	1.2704	1.02	0.1873	1	1.4786	
Kg reac./ 100 kg pdcto.	127.04	10.20	18.73	100	147.86	

**Método Merck**

Conversión: 100 %

	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> + 2 HCl + H <sub>2</sub> O ----->			H <sub>4</sub> SiO <sub>4</sub> + 2 NaCl		
Kg-mol	1	2	1	1	2	
Peso/mol	122.06	36.5	18.00	96.08	58.5	
Kg reac.	122.06	73.0	18.00	96.08	117.0	
Kg rea/Kg pdto.	1.2704	0.7577	0.1873	1	1.2177	
Kg reac./ 100 kg pdcto.	127.04	75.77	18.73	100	121.77	

**Método ICA**

Conversión: 100 %

	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> + 2 HCl + H <sub>2</sub> O ----->			H <sub>4</sub> SiO <sub>4</sub> + 2 NaCl		
Kg-mol	1	2	1	1	2	
Peso/mol	122.06	36.5	18.00	96.08	58.5	
Kg reac.	122.06	73.0	18.00	96.08	117.0	
Kg rea/Kg pdto.	1.2704	0.7577	0.1873	1	1.2177	
Kg reac./ 100 kg pdcto.	127.04	75.77	18.73	100	121.77	

## CARACTERISTICAS DEL PRODUCTO FINAL.

La sílica gel que se obtenga por el método que aquí se propone deberá competir con el producto que existe en el mercado. Dicho producto, es decir sílica gel adsorbente, es químicamente inerte, no deliquescente y no corrosiva. La sílica gel deberá adsorber 40 % de su propio peso en agua.

Tiene especial afinidad por moléculas que contienen grupos hidroxilo u otros grupos que contengan oxígeno. Retiene las siguientes sustancias enumeradas en orden decreciente de adsorción: agua, alcoholes, diolefinas, naftenos y parafinas.

La sílica gel es capaz de secar fácilmente aquellos gases con punto de rocío menor de  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Las temperaturas de regeneración que se recomiendan son de 150 a  $175\text{ }^{\circ}\text{C}$ , aunque a  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$  se puede regenerar parcialmente.

La sílica gel que se encuentra en el mercado tiene las siguientes características:

	Contenido (% peso)
Acido silícico	89.24
Agua	6.00
Alúmina	3.00
Cloruro de cobalto	1.76

Forma de partícula	Esférica
Diámetro de partícula	$5 \times 10^{-3}\text{ cm}$
Area superficial	$5 \times 10^5\text{ m}^2/\text{kg}$
Calor específico	$0.22\text{ cal/kg }^{\circ}\text{C}$
Densidad	$1,203\text{ kg/m}^3$
Conductividad térmica	$1.24 \times 10^6\text{ cal/Hr m}^2\text{ m }^{\circ}\text{C}$

## **CARACTERISTICAS DEL GEL DE SILICE A TRATAR.**

Los adsorbentes son materiales naturales o sintéticos de estructura amorfa y microcristalina. Los utilizados en gran escala incluyen el carbón activado, la alúmina activada, el gel de sílice, la tierra de fuller, otras arcillas y las mallas moleculares.

El gel de sílice o ácido silícico adsorbente que se emplea con más frecuencia, es débilmente ácido, generalmente lleva acompañado un agente aglomerante (sulfato de calcio semihidratado), para proporcionar firmeza al adsorbente.

Si se usan adsorbentes más activos que la alúmina, se pueden destruir ciertos tipos de compuestos durante la cromatografía, por la presencia de agua en los grados bajos de actividad de la alúmina, algunos ésteres, cloruros de ácidos, pueden hidrolizarse quedando los ácidos carboxílicos resultantes muy fuertemente adsorbidos.

Otro factor que interviene en las propiedades del adsorbente es el pH. Al controlar el pH del adsorbente, las propiedades de éste pueden alterarse con distintos productos químicos.

El gel de sílice se utiliza para secado y separaciones. La forma de las partículas es de gránulos y polvo. El diámetro de malla es diverso según su presentación y uso. Contiene una porosidad interna correspondiente al 38 - 48 % y una densidad masiva seca de 0.70 - 0.82 %. Tiene un diámetro promedio de poro de 2 - 5 nm y área superficial 0.6 - 0.8 mm<sup>2</sup>. Su capacidad de adsorción es 0.35 - 0.50 kg/kg (seco). Punto de fusión 1725 °C. Viscosidad 10<sup>7</sup> poises.

## OPERACIONES UNITARIAS

---

**OPERACIONES UNITARIAS INVOLUCRADAS EN EL BLANQUEO Y  
RECUPERACION DEL GEL DE SILICE**

**AGITACION Y MEZCLA, EVAPORACION, SECADO.**

---

---

## *Operaciones Unitarias*

### **Agitación y Mezcla de Líquidos.**

#### *Agitación de líquidos.*

Los líquidos se agitan con un cierto número de fines, que dependen del objeto que se pretende en una etapa del proceso. Estos fines pueden ser:

1. Poner en suspensión partículas sólidas.
2. Agitar líquidos miscibles, por ejemplo metanol y agua.
3. Dispersar un gas en el seno de un líquido en forma de pequeñísimas burbujas.
4. Dispersar un líquido en otro no miscible con él, para formar una emulsión o suspensión de gotas pequeñas.
5. Favorecer la transmisión de calor entre un líquido y un serpentín o una camisa.

#### *Aparatos para la agitación.*

La forma más frecuente de agitar líquidos, es en tanques o recipientes, generalmente cilíndricos y con el eje vertical. La parte superior del recipiente puede estar abierta al aire, o cerrada. Las proporciones del tanque varían de acuerdo a la naturaleza del problema de agitación.

### *Agitadores.*

Los agitadores se dividen en dos clases: los que generan corrientes paralelas al eje del agitador y los que dan origen a corrientes en dirección tangente o radial. Los primeros se llaman agitadores de flujo axial y los segundos, agitadores de flujo radial.

Los tres tipos principales de agitadores son, de hélice, de paletas y de turbina. Cada uno de estos tipos comprende muchas variaciones y subtipos que no son muy importantes.

#### *Agitadores de hélice.*

Es un agitador de flujo axial, que opera con velocidades elevadas y se emplea para líquidos poco viscosos. Los agitadores de hélice más pequeños giran a toda velocidad del motor 1,150 - 1,750 rpm; los mayores giran a 400 - 800 rpm.

#### *Agitadores de paletas.*

Para problemas sencillos, un agitador de paletas está formado por una paleta plana, que gira sobre un eje vertical. Los agitadores que comúnmente se emplean, son aquellos formados por dos o tres paletas.

#### *Agitadores de turbina.*

La mayor parte de ellos se asemejan a agitadores de paletas múltiples y cortas, que giran con velocidades elevadas sobre un eje que va montado centralmente dentro del tanque. Las paletas pueden ser rectas o curvas, inclinadas o verticales.

## Mezcla.

La operación de mezcla es mucho más difícil de estudiar y describir que la agitación. Los tipos de flujo de la velocidad de un líquido en un tanque agitado, aunque complejos, son bastante definidos y reproducidos. El consumo de potencias se mide fácilmente. Los resultados de los estudios de mezcla, sin embargo, son difíciles de reproducir y dependen en gran medida de como se defina la mezcla por el experimentador. Con frecuencia, el criterio de mezcla es visual, como ocurre en la utilización de fenómenos de interferencia para seguir la mezcla de gases en conducción o en el cambio de color de un indicador ácido-base, para la determinación del grado de mezcla de líquidos.

### *Mezcla de líquidos inmiscibles.*

El rodete de un agitador produce una corriente de líquido, que fluye con velocidad considerable dentro de una masa de líquido, que se mueve con relativa lentitud. Tanto en el caso de un sólo líquido, como cuando se trata de dos o más líquidos miscibles, la incorporación de la corriente móvil a la masa de líquido que la rodea, dista mucho de ser instantánea.

Además del arrastre que se produce, existen intensos esfuerzos cortantes en el límite entre el chorro y el líquido que la rodea. Estos esfuerzos cortantes generan remolinos en el límite y producen una turbulencia considerable que contribuye también a la acción de mezcla.

Un flujo de líquido elevado, no produce por sí solo una mezcla satisfactoria, sino que se necesita tiempo y espacio para que la corriente se mezcle con toda la masa de flujo por el mecanismo de arrastre.

## Evaporación.

El objetivo de la evaporación es concentrar una solución que consta de un soluto no volátil y un disolvente volátil. En la inmensa mayoría de las evaporaciones, el disolvente es agua. La evaporación se lleva a cabo vaporizando una parte una parte del disolvente con el fin de obtener una solución concentrada. La evaporación se diferencia del secado en que el residuo es un líquido - a veces muy viscoso - en vez de un sólido. En la evaporación no se pretende separar el vapor en fracciones.

Generalmente, en la evaporación el líquido concentrado es el producto valioso mientras que el vapor se condensa y desprecia. Sin embargo, en algún caso concreto puede ocurrir lo contrario.

### *Características del líquido.*

La resolución práctica de un problema de evaporación está profundamente afectada por el carácter del líquido que se concentra. La gran variedad de características del líquido es lo que hace que esta operación constituya un arte distinto de la simple transmisión de calor.

### *Tipos de evaporadores.*

Los principales tipos de evaporadores tubulares calentados con vapor que se utilizan en la actualidad son:

1. Evaporadores de tubos cortos.
2. Evaporadores de tubos largos verticales.
  - a) Circulación forzada.
  - b) Flujo ascendente (película descendente).

c) Flujo descendente (película ascendente).

d) Circulación normal.

### 3. Evaporadores de película agitada.

Las principales características de funcionamiento de un evaporador tubular calentado con vapor de agua son la capacidad y la economía. La capacidad se define como el número de kg de agua vaporizada por hora. En un evaporador de simple efecto, la economía es casi siempre menor que la unidad, pero los aparatos de múltiple efecto pueden ser considerablemente mayores.

### Secado.

El estudio del secado y los cálculos del tamaño requerido para el secador deben tomar en consideración un cúmulo de problemas de áreas, de mecánica de fluidos, de química superficial, de estructura de sólidos, de transferencias que tienen que ver en la humidificación, etc. En muchos casos, estos fenómenos fisicoquímicos son muy complicados y además no están aún enteramente comprendidos, es por esto que el diseño cuantitativo de los secadores resulta una tarea altamente difícil.

Un ejemplo es el secado de la madera, en donde parte del líquido queda retenido dentro de las fibras y esta humedad puede emigrar al aire seco solamente por difusión a través de las mismas. Puesto que esta difusión de la humedad es latente, la madera puede estar casi completamente seca en su superficie antes de que el líquido escape completamente. El secado desigual puede ocasionar fisuras y resquebrajamientos en la madera. El problema completo ha sido tratado empíricamente, así que, las condiciones para el secado de la madera constituyen en la actualidad un éxito completo; sin embargo, el mecanismo básico de los movimientos del líquido en el interior de la estructura fibrosa aún conserva un gran número de interrogantes. El tiempo requerido para el secado depende en gran medida del tamaño de las gotitas dentro de la cámara de secado mediante aspersión.

La distribución del tamaño no puede predecirse fácilmente partiendo del tamaño de la regadera. La velocidad de caída de las partículas a través del aire caliente y consiguientemente el tiempo de secado son muy difíciles de predecir, y la distribución inicial de las gotitas puede ser ocasionalmente calculada.

Al secar un sólido húmedo mediante un gas con temperatura y humedad fijas, aparece siempre un patrón general de comportamiento. Inmediatamente después del contacto entre la muestra y el medio secante, la temperatura del sólido se ajusta hasta alcanzar el régimen permanente. La temperatura del sólido y la porción de secado puede aumentar o disminuir hasta alcanzar la condición del régimen permanente.

A régimen permanente, la medida de la temperatura en la superficie húmeda del sólido corresponde a la temperatura de bulbo húmedo del medio secante. La temperatura dentro del sólido que se seca, tenderá también a igualar la temperatura de bulbo húmedo del gas, pero ahí, el acuerdo se hará imperfecto debido a la carga de la masa y el calor. Una vez que estas temperaturas de la carga alcanzan la temperatura de bulbo húmedo del gas se encuentra que son bastante estables, y que la proporción de secado permanece también constante. Este es el llamado "Periodo de Secado a velocidad constante". El periodo termina cuando el sólido alcanza el contenido crítico de humedad. Más allá de este punto, la temperatura de la superficie aumenta, y la velocidad de secado disminuye rápidamente. Este periodo de velocidad decreciente puede tomar un tiempo bastante más largo que el periodo de velocidad constante, aún cuando el retiro de humedad pueda ser bastante menor. La velocidad de secado se aproxima a cero para un cierto contenido de humedad de equilibrio, el cual es el contenido más bajo de humedad que se puede obtener en el sólido bajo las condiciones de secado que se estén empleando.

## **Clases de Materiales de Acuerdo con el Comportamiento de Secado**

Los materiales pueden dividirse en dos clases principales basándose en su comportamiento frente al secado. Los sólidos cristalinos o granulares que mantienen la humedad en los intersticios entre partículas o bien, en poros abiertos superficiales, constituyen la primera de estas clases. En estos materiales el movimiento de la humedad es interrumpido relativamente y se verifica como resultado de la acción mutua de fuerzas capilares, de tensión superficial y debidas a la gravitación.

En el caso de los hidratos, las condiciones de secado afectarán el producto al transformar el hidrato obtenido, pero por otra parte, los materiales no se afectan por las condiciones de secado dentro de una amplia gama de temperatura y humedad. Como ejemplo de esta clase de materiales, encontramos rocas trituradas, dióxido de titanio, cromatos de plomo, catalizadores, sulfatos monohidratados, fosfatos de calcio, entre los más comunes. Para estas sustancias, el contenido de humedad en equilibrio está generalmente muy próximo a cero.

En virtud de estas reacciones, las condiciones bajo las cuales se hace el secado, son críticas. Las condiciones deben seleccionarse dando importancia primaria al efecto que ellas produzcan sobre la calidad del producto y dejando los aspectos económicos y de operación como completamente secundarios. Entre los ejemplos más comunes de materiales, podemos citar los huevos, detergentes, pegamentos, extracciones solubles de café o de leche, los cereales, el almidón, la sangre, los extractos de soya, etc.

## **Tipos de Equipo para Secado**

- 1) Secadores de Charola.
- 2) Secadores de tunel y Transportadores.
- 3) Secadores Rotatorios.
- 4) Secadores de Marmita o de olla.
- 5) Secadores de Tambor.
- 6) Secadores de Tambores Gemelos.
- 7) Secadores mediante Aspersión.
- 8) Secadores de Transportación Neumática.

## CAPITULO III

### RECUPERACION DEL GEL DE SILICE

---

#### PROCESO DE RECUPERACION DEL GEL DE SILICE

**METODOLOGIA EXPERIMENTAL, RESULTADOS DE LAS  
METODOLOGIAS REALIZADAS, DISEÑO DEL PROCESO,  
CARACTERISTICAS DEL PROCESO.**

---

---

## **PROCESO DE RECUPERACION DEL GEL DE SILICE**

Para poder hablar de un proceso de recuperación de gel de sílice, se hace necesario hablar de la forma en que se idea o bien, se construye dicho método, esto es hablar de aquello que originó ese proceso, por lo que dentro de este capítulo se hablará de las experiencias en el laboratorio durante el desarrollo de una técnica que permitiera el blanqueo del gel de sílice.

Obtener una cantidad de gel de sílice blanqueada fue tan sólo el principio de una serie de actividades que desencadenaron en la determinación de las operaciones necesarias para llevar a cabo el blanqueo, sin embargo eso no era suficiente, ahora el problema era saber en qué forma se podrían llevar a cabo las operaciones determinadas, y por consiguiente el diseño de procesos alternativos dicha tarea.

Como una de las funciones principales de la ingeniería es dar soluciones reales y concretas a los problemas que se presenten, se recurrió al desarrollo de ésta para poder resolver la encomienda. Esto enriquece los resultados de este trabajo de investigación a la vez que los complica, es por eso que se recurrió a las herramientas que facilitan el trabajo al ingeniero, como son las herramientas computacionales, refiriendo con esto el empleo de paquetes de simulación de procesos (como se verá en el capítulo IV), lo cual es uno de los objetivos de este trabajo de investigación.

## Antecedentes.

La fase estacionaria más común es el gel de sílice ( $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ , también llamado ácido silícico), que se obtiene por precipitación en medio ácido de soluciones de silicato. El tamaño de poro, el área superficial y el pH de la superficie dependen de las condiciones de preparación.

Los sitios activos de adsorción son los grupos Si-O-H (silanol) superficiales, los cuales pueden adsorber agua del aire y desactivarse lentamente. El gel puede reactivarse por calentamiento a 200 °C para eliminar el agua. El calentamiento a temperaturas más altas causa deshidratación irreversible, con pérdida de área superficial. La sílice es débilmente ácida e interactúa más fuertemente con solutos básicos. Su superficie puede modificarse químicamente para variar su interacción con los solutos.

En la cromatografía de adsorción, el solvente compite con el soluto por los sitios activos de adsorción de la fase estacionaria. La capacidad relativa de los distintos solventes para eluir un soluto dado de la columna es casi independiente de la naturaleza del soluto. Esto es, la elución puede describirse más como un desplazamiento del soluto respecto al adsorbente que como el reparto del soluto entre dos fases.

Una serie eluotrópica es una lista de solventes ordenados conforme a su capacidad relativa de desplazar solutos de un adsorbente dado. La fuerza eluotrópica ( $\epsilon^\circ$ ) es una medida de la energía de adsorción del solvente. Las fuerzas eluotrópicas de la tabla 3.1 son para la alúmina, pero se observa un orden relativo similar en el caso del gel de sílice. En general, a mayor fuerza eluotrópica del solvente mayor velocidad de elución de los solutos de la columna.

En la práctica, para muchas separaciones se utiliza un gradiente de fuerza eluotrópica. Primero se eluyen los solutos menos retenidos con un solvente de baja fuerza eluotrópica. Después se mezcla un segundo solvente con el primero, en pasos discretos o de manera continua, con el fin de incrementar la fuerza del eluyente. De esta manera, los solutos más fuertemente adsorbidos pueden eluirse de la columna. La fuerza del eluyente no es una función lineal de las proporciones relativas de cada solvente. Una cantidad pequeña de solvente polar incrementa en grado notable la fuerza eluotrópica de un solvente no polar.

*Tabla 3.1 Serie Eluotrópica*

Solvente	$\epsilon^\circ$	Solvente	$\epsilon^\circ$
Fluoroalcanos	- 0.25	Diclorometano	0.42
n-Pentano	0.00	Tetrahidrofurano	0.45
i-Octano	0.01	1,2-Dicloroetano	0.49
n-Heptano	0.01	2-Butanona	0.51
n-Decano	0.04	Acetona	0.56
Ciclohexano	0.04	Dioxano	0.56
Ciclopentano	0.05	Acetato de etilo	0.58
Disulfuro de carbono	0.15	Acetato de metilo	0.60
Tetracloruro de carbono	0.18	1-Pentanol	0.61
1-Cloropentano	0.26	Dimetilsulfóxido	0.62
Eter isopropílico	0.28	Anilina	0.62
Cloruro de isopropilo	0.29	Nitrometano	0.64
Tolueno	0.29	Acetonitrilo	0.65
1-Cloropropano	0.30	Piridina	0.71
Clorobenceno	0.30	2-Propanol	0.82
Benceno	0.32	Etanol	0.88
Bromoetano	0.37	Metanol	0.95
Eter dietílico	0.38	1,2-Etanodiol	1.11
Cloroformo	0.40	Acido acético	Largo

FUENTE: S. G. Perry, R. Amos y P. I. Brewer, Practical Liquid Chromatography.

## METODOLOGIA DE RECUPERACION.

Los productos químicos, en muchas ocasiones se purifican por cromatografía. El gel de sílice es el adsorbente más común para este propósito, pero es muy caro y no es útil para múltiples separaciones cromatográficas. Generalmente, gran cantidad de sílice se acumula durante los experimentos de laboratorio en las escuelas y laboratorios de investigación.

El gel de sílice usado es impuro y los procedimientos viables para su purificación son muy largos y tediosos. Estos procedimientos emplean una solución de hipoclorito de sodio ( 8-10 % ). A continuación se describe un método muy sencillo y rápido, y que arroja resultados satisfactorios para estudiantes que pretenden conocer un método de recuperación del gel de sílice.

Los investigadores rara vez reutilizan el gel de sílice recuperado. Sin embargo, su regeneración y reutilización es aceptable por motivos económicos para el trabajo escolar. A una mezcla en ebullición de 500 gr de gel de sílice usado en 500 ml de agua se agregan gota a gota 50 ml de solución acuosa de hipoclorito de sodio al 5 % (p/p), que es una solución blanqueadora comercial. El pH debe mantenerse abajo de 7 con HCl durante la adición. Después de 1 hora de ebullición posterior, se enfría, se decanta y se lava el gel con tres volúmenes de 500 ml de agua, tres volúmenes de 500 ml de HCl concentración 1M, y agua suficiente para colocar el pH entre 5.5 y 6. Se seca al aire y se activa calentando a una temperatura entre 100 y 200 °C durante 1 hora.

La eficiencia de este método no es muy grande, tiene un rango de recuperación del 75 - 85 % con baja pureza. La adsorbancia de la sílica recuperada es baja e insuficiente para trabajos de investigación, es decir, tan sólo es suficiente para los trabajos de laboratorio que realizan los estudiantes de preparatoria en las prácticas con las que conocen la cromatografía y la utilidad de ésta.

## BLANQUEO.

Durante el desarrollo de un proceso para el blanqueo y purificación del gel de sílice, se emplearon algunos solventes razón por la que resulta importante familiarizarse con los mismos, desde su obtención hasta las medidas de seguridad que deben observarse durante su manejo, al mismo tiempo que se destacan las características de éstos.

## COLORO

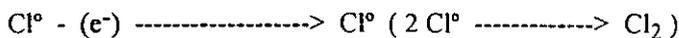
### DESCUBRIMIENTO Y ESTADO NATURAL.

El químico sueco C. W. Scheele está considerado como el primero que preparó cloro en estado libre en 1774, por la acción del ácido clorhídrico sobre dióxido de manganeso, aunque hay motivos para creer que lo había preparado con anterioridad J. B. Van Helmont, quien observó un gas amarillo verdoso al calentar agua regia (mezcla de ácidos nítrico y clorhídrico). Scheele creyó al principio que el gas era ácido muriático privado de hidrógeno (considerado entonces como flogisto), y lo llamó ácido muriático desflogisticado. Puesto que el ácido muriático se tenía entonces por un compuesto que contenía oxígeno, se pensó que el cloro era un compuesto oxigenado, hasta que Davy demostró en 1810 que era un elemento.

Por su gran actividad química, el cloro no se encuentra en la naturaleza, sino combinado con sodio, potasio, magnesio y otros metales.

## OBTENCION.

La reacción fundamental para la obtención del cloro consiste en eliminar el electrón del ión cloruro:



\* Cl<sup>0</sup> representa un átomo de cloro neutro.

El electrón puede separarse por electrólisis, como en la célula Downs o en la célula Nelson, o bien en la reacción de oxidantes con ácido clorhídrico.

## PROPIEDADES DEL CLORO.

### *Físicas.*

El cloro es un gas amarillo verdoso, de olor penetrante, desagradable e irritante. Inflama las mucosas de la nariz y la garganta, y respirado en cantidad congestiona los tejidos pulmonares, pudiendo producir la muerte. El gas es dos veces y media más pesado que el aire. Como el peso de 22.4 litros de cloro en las condiciones normales es de 70.9 grs, la fórmula molecular es Cl<sub>2</sub>. El cloro es algo soluble en agua; a la presión de una atmósfera, 100 gr de agua a 0 °C disuelven 1.46 gr de este elemento y la disolución se llama "agua de cloro". Enfriado a -34.6 °C, el gas se convierte a la presión atmosférica en un líquido amarillo, que a -101.6 °C, se congela en un sólido de color amarillo pálido. Su temperatura crítica es de 146 °C y su presión crítica es de 93 atm.

### *Químicas.*

El cloro se combina con la mayoría de los elementos para formar compuestos binarios llamados cloruros. Reacciona con muchos compuestos, desplazando otros elementos como oxígeno, bromo, yodo.

## APLICACIONES DEL CLORO.

Grandes cantidades de cloro se emplean en agentes blanqueantes. El efecto decolorante del cloro proviene de la acción del ácido hipocloroso, HClO, oxidante muy activo. Sometiendo a la acción del cloro húmedo unas tiras de tela estampada, la materia colorante se destruye, lo que no sucede si el cloro está seco. No debe usarse sobre fibras de origen animal (lana, plumas, seda), pues es demasiado enérgico y las destruye; incluso debilita las de origen vegetal (algodón, etc.), por lo que durante el blanqueo debe evitarse que siga actuando sobre ellas una vez decoloradas, lavándolas bien para eliminar el exceso de cloro. Alrededor del 65 % de la producción total del cloro se destina al blanqueo de pasta de papel y un 20 % a la industria textil.

El cloro se utiliza muchísimo para esterilizar el agua potable y de piscina. Todos los microorganismos patógenos sucumben al cloro en concentraciones no mayores a 0.3 a 2 ppm de agua. En forma de hipoclorito se emplea para preparar disoluciones germicidas.

Entre los diversos usos del cloro se cuentan la fabricación de colorantes, drogas, desinfectantes y cloruros muy importantes como los de azufre, carbono, silicio, fósforo, arsénico, aluminio, estaño y antimonio. También se emplea para extraer o recuperar metales como el oro y el estaño de los minerales auríferos y de los recortes de hojalata respectivamente. Un compuesto de carbono, cloro y flúor,  $\text{CCl}_2\text{F}_2$  (p. eb.  $29.8^\circ\text{C}$ ) conocido hoy en día como freón 12, el cual se utiliza como refrigerante en instalaciones de depuración de aire, como disolvente volátil y como vehículo de varios insecticidas.

El cloro se transporta licuado, en tubos de acero y vagones especiales. Un método conveniente para suministrar cloro destinado a blanquear algodón es en forma de polvos de gas, o según la expresión común, cloruro de cal.

## PEROXIDO DE HIDROGENO

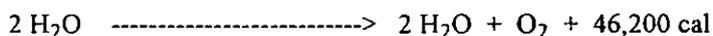
### PROPIEDADES.

#### FISICAS.

El peróxido de hidrógeno puro es un líquido supuroso e incoloro, de peso específico 1.443, cristaliza en agujas que funden a  $-0.89\text{ }^{\circ}\text{C}$  y hierve a  $151.4\text{ }^{\circ}\text{C}$  y 760 mm de presión. Puede destilarse a presión reducida sin descomposición apreciable. Cuando la presión es de 21 mm, hierve a  $62.8\text{ }^{\circ}\text{C}$  mientras que el agua en iguales condiciones lo hace a  $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ . El peróxido de hidrógeno se disuelve en agua, alcohol y éter en todas proporciones. El producto anhidro causa ampollas en la piel. La disolución siluida que se conoce corrientemente como agua oxigenada, tiene un sabor áspero y astringente.

#### QUIMICAS.

El peróxido anhidro no es muy estable. A bajas temperaturas se advierte la descomposición, que se acelera añadiendo partículas de polvo. La reacción es exotérmica:



Los álcalis libres y los iones de los metales pesados aumentan la rapidez de descomposición. El líquido anhidro se envasa en frascos con las paredes interiores revestidas de parafina para impedir se disuelva el vidrio, porque el peróxido de hidrógeno ataca las vasijas de vidrio con más rapidez que el agua, volviéndose alcalino.

Las disoluciones diluidas de peróxido de hidrógeno se conservan bastante bien, especialmente si contienen indicios de ácido. El alcohol, el éter, la acetanilida, sirven de preservadores y las hacen más estables, por lo que estas sustancias pueden llamarse catalizadores negativos. Al preparar disoluciones diluidas de peróxido de hidrógeno debe emplearse agua muy pura, pues se ha demostrado que la velocidad de descomposición de las preparadas con agua corriente es cincuenta veces mayor. La luz influye en la descomposición de peróxido de hidrógeno. Una disolución que contenga 8 % de esta sustancia se descompone por completo a los 10 meses de estar expuesta a la luz, en tanto que otra igual conservada en la obscuridad el mismo lapso apenas se descompone. Por este motivo las disoluciones de peróxido de hidrógeno se venden en frascos de vidrio oscuro.

El peróxido de hidrógeno en disolución acuosa proporciona una pequeña concentración de iones hidronio, y por eso puede considerarse como un ácido. El peróxido de hidrógeno se usa a veces para devolver a las pinturas antiguas los tonos brillantes primitivos, oscurecidos por la acción del ácido sulfhídrico sobre el blanco de plomo o albayalde, que se usa como pigmento básico en pintura.

Aunque se le considera habitualmente como oxidante, el peróxido de hidrógeno puede actuar como reductor. Cuando el peróxido de hidrógeno se usa como reductor, queda libre oxígeno y la disolución entra en efervescencia. En cambio, cuando se usa como oxidante se forma agua y no hay efervescencia apreciable (salvo acaso la originada por descomponerse un poco de peróxido de hidrógeno, muy leve).

## APLICACIONES.

Aunque en otro tiempo este producto sólo se expendía como disolución al 3 % en frasquitos de vidrio pardo, hoy se suministra extensamente en garrafones de vidrio, bidones de aluminio y carros cisterna. La concentración más usada en la industria es de 27.6 % en peso de  $H_2O_2$  que se denomina de 100 volúmenes (que significa que 1 ml de la disolución a 20 °C, deja libres 100 ml de oxígeno medidos a 0 °C y 760 mm de presión).

Como oxidante se emplea en la-fabricación de niacina (vitamina antipelagrosa), tintes, drogas y medicamentos, pues no introduce la menor impureza. Las disoluciones diluidas de peróxido de hidrógeno se emplean desde hace mucho tiempo para tratar las heridas abiertas.

### **F. A. S. (Acido Sulfinico de Formamidín)**

La versatilidad del FAS, (Acido Sulfinico de Formamidín) para blanquear y remover color se demuestra mediante ejemplos de su aplicación en una variedad de maneras y sobre una variedad de tipos de papel de desperdicio.

En general el FAS puede usarse bajo una variedad amplia de condiciones, el cual incluye las siguientes:

#### **Consistencia Baja:**

Consistencia 3 - 8 %, temperatura 50 - 80 °C, tiempo de retención 1 - 3 h.

#### **Consistencia Media:**

Consistencia 8 - 15 %, temperatura 50 - 80 °C, tiempo de retención 1 - 2 h.

#### **Consistencia Alta:**

Consistencia 15 - 35 %, temperatura 80 - 120 °C, tiempo de retención 0.25 - 2 h.

#### **Blanqueo en Dispersor Caliente:**

Consistencia 15 - 35 %, temperatura 80 - 120 °C, tiempo de retención hasta dos minutos más de tiempo adicional de pos-reacción de 5 - 30 minutos a baja consistencia y baja temperatura 40 - 80 °C.

#### **Ensayos de Laboratorio:**

Consistencia 4 - 6 %, temperatura 65 - 75 °C, tiempo de retención 1 - 2 h.

Como toda la mayoría de los reactantes químicos, hay condiciones ideales de reacción que están dentro de un rango estrecho donde el FAS es muy efectivo. Estas condiciones ideales no son siempre disponibles ni logrables en una planta y dependen de las limitaciones inherentes del proceso.

Pero esto no es para decir que la planta no puede todavía significativamente beneficiarse del uso del FAS. Muchas plantas desean considerar FAS en su proceso y evitar una inversión grande para equipo nuevo. Aquí es donde la experiencia tiene que considerarse, y estudios de factibilidad de laboratorio pueden dar a conocer el grado de eficiencia que puede esperarse.

Si uno comprende los efectos de cada parámetro importante en el blanqueo con FAS, entonces uno puede más fácilmente predecir si el conjunto de las condiciones existentes del proceso son razonables, quizás no las ideales, pero pueden optimizarse dentro de las limitaciones que hay en el proceso.

Estos parámetros incluyen temperatura, tiempo de retención, alcalinidad (que es indicada vagamente por el pH) y la consistencia. La consistencia, en el caso del FAS, es importante solamente hasta el punto de la posibilidad de almacenar bastante aire con la pulpa a las consistencias altas que disminuirían la eficiencia del FAS.

También de importancia primaria en la determinación de la factibilidad del uso del FAS en el proceso es el tipo de fibra o material, y el grado de blancura y remoción de color que se requiere; la cantidad, clase y tipo de contaminantes que tiene, y la naturaleza de los colorantes presentes.

### **Condiciones de proceso.**

El FAS es un químico agente reductor, capaz de transferir cuatro electrones en su reacción para formar urea y sulfato de sodio.

Hay un requerimiento de alcalinidad para el FAS, normalmente suministrado por soda cáustica para que el pH final de la reacción de blanqueo esté entre el rango de 7 - 8. En el caso del tratamiento con FAS de fibra reciclada con alto contenido de carbonato de calcio, la cantidad adicional de álcali requerida puede ser mínima.

La temperatura es una variable clave para lograr el máximo efecto de blanqueo con FAS, es decir, la blancura más alta se puede lograr cuando se blanquea a temperaturas más altas. A temperaturas bajas se requiere de mayores tiempos de residencia. Sin embargo, la blancura lograda a altas temperaturas no pueden ser alcanzadas a bajas temperaturas por el prolongamiento del tiempo de retención.

La concentración es una variable que actúa paralelamente con la temperatura, ya que por ejemplo, una concentración de 0.2 % de FAS a 80 °C es casi tan efectiva como una concentración de 0.6 % de FAS a 50 °C.

El blanqueo puede conducirse a baja, media y alta consistencia en una torre de flujo ascendente o descendente, dependiendo del equipo disponible, una tubería o una caja de descarga pueden usarse para el rango de consistencias de 3 a 12 %. Sin embargo, para aumentar al máximo la eficiencia del blanqueo con FAS, es preferible una temperatura alta. Blanqueo a alta consistencia puede efectuarse con un mezclado a alta intensidad y temperatura. Estas dos condiciones permiten un blanqueo rápido bajo óptimas condiciones, las cuales minimizan la interferencia del oxígeno.

## PROCESO DE BLANQUEO

### **Método de Laboratorio.**

En el laboratorio se desarrolló un proceso para el blanqueo del gel de sílice utilizado en la cromatografía en columna en los laboratorios de investigación, con la finalidad de que éste pueda ser reutilizado y ayudar con eso a disminuir los costos que genera el consumo de este adsorbente durante la aplicación de la cromatografía en columna.

La experiencia en el laboratorio originó una serie de hipótesis sobre el método más adecuado para la limpieza y reutilización del gel de sílice. Entre estas hipótesis se puede mencionar uno de los intentos que se hizo utilizando una técnica que anteriormente se describió y que corresponde a un experimento que se realiza en una Universidad de los Estados Unidos. La reproducción de esta técnica, involucró el empleo de una solución de cloro y ácido clorhídrico, especial cuidado en cada uno de los lavados y tiempos que se recomendaban. El tiempo invertido para la limpieza de 150 grs de sílice sucia recuperada fue de aproximadamente 8 hrs continuas, incluyendo tiempo de preparación de soluciones, etc. , sin embargo los resultados obtenidos no fueron realmente satisfactorios, aún a pesar de poner especial cuidado en el seguimiento de la metodología. Lo que se obtuvo fue un polvo que se podía denotar con menos color que al principio de la limpieza, sin embargo con tonos amarillentos y opacos.

Posteriormente se hicieron pruebas con limpiadores de uso común y con mezcla de ellos, pero los resultados obtenidos fueron similares, además de coincidir todos en el empleo de una gran cantidad de tiempo y cuidados, es decir, para que una prueba pudiera ser considerada como evaluada se repitió un mínimo de 3 veces, con la finalidad de obtener resultados similares y poder desechar o aceptar esa posibilidad, aunque cabe resaltar que dichas técnicas fueron descartadas debido a que los resultados no fueron completamente satisfactorios.

En Estados Unidos y Canadá se lleva o se llevó a cabo la misma tarea. Aunque los resultados de las investigaciones aún no se han dado a conocer, se sabe que hasta la fecha no se aplica ningún tipo de proceso de recuperación de gel de sílice a nivel industrial, lo que nos ubica en un lugar tal vez no privilegiado, pero sí en competencia con los resultados que de esas investigaciones se deriven.

El método que se desarrolló en el laboratorio es como a continuación se describe:

El gel de sílice recuperado se hace pasar por un tamiz malla tyler 180, para eliminar las basuras y algodones que todavía trae consigo. Posteriormente se somete a un lavado con solvente. A esta solución se le denominará S-1. Dicho lavado se efectúa en un recipiente con agitación durante 8 horas. Pasado el tiempo, se decanta y los sólidos son lavados, para después depositarse en un recipiente con S-1 y dejarse nuevamente en agitación durante 8 horas más. Tiempo seguido, se suspende la agitación y los sólidos se separan por decantación. La torta separada se somete a un proceso de secado, para después colectar los polvos con un contenido mínimo de aire. Estos polvos se activan en un horno con una temperatura mínima de 150 °C y 180 °C como máxima.

El método antes descrito, se desarrolló utilizando servicios auxiliares, tales como aire comprimido con las características siguientes:

Flujo de aire:	20 Lts/min
Caída de presión:	1.7214 Torr
Presión:	1 atm
Densidad (aire):	2.53 g/ml
Diámetro de la tubería:	0.375 pgda
Temperatura:	21 °C / 294.15 °K / 70 °F

Este servicio se utilizó como medio de agitación y como apoyo para el impulso de los polvos.

Para lograr una separación eficiente y disminuir la cantidad de aire presente en los polvos se utilizó un separador ciclónico.

Diámetro del tambor : 90 mm

Diámetro de entrada: 20 mm

Diámetro del colector: 20 mm

Altura del tambor: 100 mm

Altura de la sección cónica: 90 mm

Material de construcción: Vidrio

### Condiciones de Operación.

Temperatura: 23 °C (ambiental)\*

Presión: 585 mm Hg (atmosférica)\*\*

Tiempo de retención: 6 - 8 horas en cada recipiente agitado.

\* Excepto en el horno.

\*\* Excepto en el contenedor de polvos y en el ciclón cuya presión es función de las condiciones del aire.

Los tamaños de partícula correspondientes para el gel de sílice que se utiliza en los laboratorios de investigación son como sigue: \*

Sílice para cromatografía en columna: 0.063 - 0.2 mm

Sílice para cromatografía en capa fina: 5 - 40  $\mu\text{m}$

*\*Presentación comercial distribuida por Industrias Merck.*

## CARACTERISTICAS DEL SECADO

Durante el desarrollo del método de blanqueo de la sílice en el laboratorio, se tomaron los datos característicos de esta etapa, y son como sigue:

T amb. = 25 °C

T sup. sílice húmeda = 23 °C

T centro sílice húmeda = 22 °C

T aire = 23 °C

Las temperaturas fueron leídas al momento de alcanzar el régimen permanente, el cual se obtuvo después de 1 hora.

Las relaciones de peso de la sílice húmeda y seca, se hicieron al principio y al final del proceso de secado, es decir antes de iniciar y al terminar.

m inic. sílice a secado = 571.3 g (sílice húmeda)

m final sílice seca = 492.5 g (sílice seca)

Dif. de masas = 78.8 g (correspondiente a la cantidad de agua eliminada)

Durante el proceso de secado, se detectó una fuga. Las pérdidas corresponden a 3.01 g. La cuantificación se hizo de la recolección de la sílice dispersa a causa de la fuga.

Por relación de pesos inicial y final, se encontró que por este método de secado, considerando las pérdidas por la fuga, y en general en relación de la cantidad inicial puesta a tratamiento (500 g) y la cantidad finalmente obtenida (492.5 g), la recuperación de sílice fue de 98.5 %.

Utilizando estos datos y con ayuda de la carta psicométrica<sup>1</sup>, se obtiene lo siguiente:

Temperatura máxima, Tc:	36 °C
Temperatura de bulbo húmedo, Twb:	23 °C
Temperatura de bulbo seco, Tdb:	19 °C
Entalpía, hy:	79 kJ/kg
Humedad absoluta, H:	0.021 kgvapor/kg aire seco

<sup>1</sup> Mass Transfer in Engineering Practice. Aksel Lydersen/John Wiley

## ALTERNATIVAS DE PROCESO

### OPERACIONES EN EL PROCESO DE BLANQUEADO

El proceso para el blanqueo y activación de sílice para cromatografía en columna, incluye operaciones específicas, las cuales se demarcarán con la finalidad de que el proceso y sus alternativas sean más claras y ubicar en una forma más sencilla cada una de las etapas. Los tiempos pueden variar para cada una de las alternativas de proceso, en función del equipo que se proponga y de los resultados estimados según las características del mismo.

El proceso se inicia con la selección de las partículas a tratar, etapa a la que se le denominará *tamizado*, ésto con la finalidad de eliminar algunas basuritas que algunas veces trae la sílice recuperada tales como algodón, papel, etc., con una malla tyler 150 - 180.

Paso seguido, la sílice se pone en contacto con una solución denominada S-1. En esta etapa se pretende iniciar el proceso de limpiado, eliminando las impurezas, provocando con esto la reacción de sus contaminantes y la pérdida de color (sólo como etapa inicial), es por eso que a esta etapa se le conoce con el nombre de *lavado primario* por representar tan sólo la primera etapa de blanqueo.

La separación de la sílice y del S-1 puede hacerse por medio de un hidrociclón, por sedimentación o por filtración. Utilizar un separador centrífugo (como un hidrociclón), implica la aplicación de una fuerza que produzca un movimiento diferencial de la partícula con relación al gas o al líquido; un tiempo suficiente de retención del gas o líquido, para que la partícula emigre hasta la superficie de recolección. Por sedimentación es sencillo y tal vez más práctico, sin embargo el utilizar un filtro (prensa, rotatorio, de gravedad, etc.) puede conducir a una mejor separación y reducción de mermas, siempre y cuando se cuente con un filtro con abertura adecuada para esta tarea. A esta etapa se le nombrará *separación primaria*, independientemente de la forma en que esta se realice.

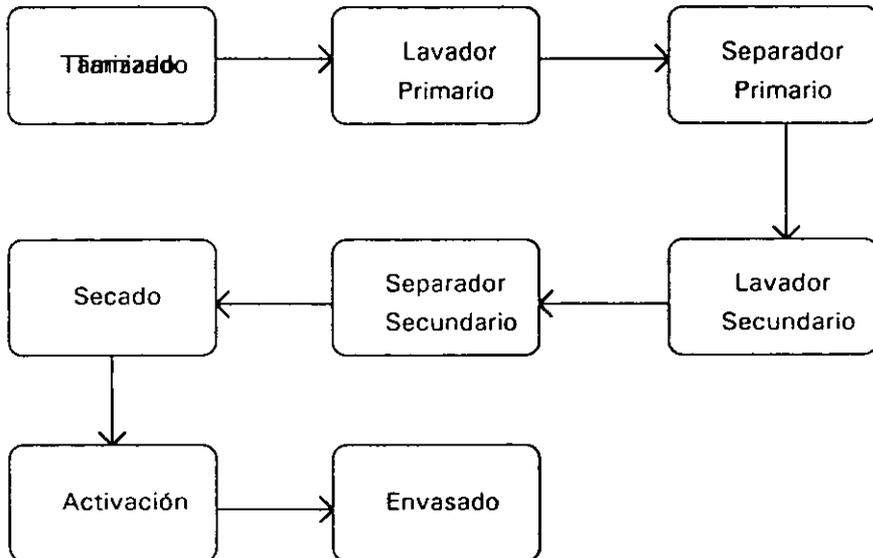
La sílice húmeda, se somete a un nuevo lavado, *lavado secundario*, de igual forma con S-1, el cual deberá ser preparado exclusivamente para esta etapa, esto es, en el lavado primario se hace una combinación del S-1 aquí desalojado con aquel que se preparó en la primera etapa. A diferencia, en el lavado secundario, no es combinación de otras etapas sino tan sólo utilizado para ésta.

La *separación secundaria* de la sílice y del S-1, debe ser lo más precisa posible, de modo que la sílice separada en esta etapa, debe mostrar un tono brillante, al igual que el S-1 y reflejar las paredes del recipiente o equipo que lo contenga, es decir, la sílice aquí separada está casi lista, razón por la que se deben evitar en la mayor medida de lo posible las pérdidas.

La sílice debe someterse a un proceso de *secado*, para lo cual se puede hacer uso de los servicios auxiliares y equipos correspondientes. La sílice después de este momento ya es un polvo de color blanco brillante aunque aún le falta estar activo.

Este polvo seco, blanco y brillante es la sílice blanqueada, de modo que deberá ser sometida a *activación*, la cual se consigue a una temperatura no menor de 100 °C pero se sugiere que no sea mayor a 200 °C. La finalidad de esta etapa es deshidratar la sílice, sin embargo a pesar de la amplitud de este rango de temperatura, se recomienda no sobrepasar los límites.

## OPERACIONES EN EL PROCESO DE BLANQUEADO



## **ALTERNATIVAS**

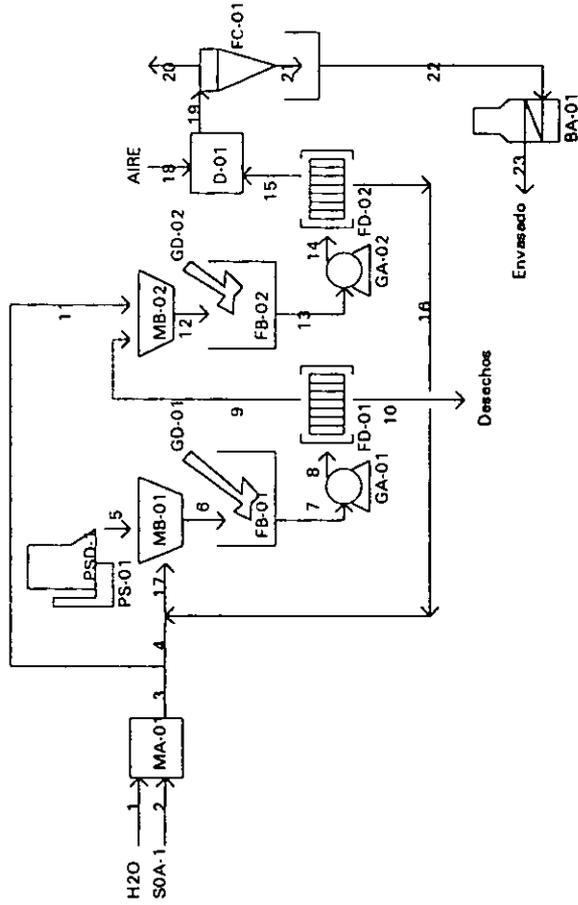
### **PROCESO DE BLANQUEO PB-A1**

#### **DESCRIPCION DEL PROCESO.**

Este proceso, necesariamente cumple con las operaciones del proceso de blanqueo desarrollado en el laboratorio, y procura el cumplimiento de las condiciones de operación. Las características y secuencias del mismo se describen a continuación.

El proceso se inicia con la preparación del S-1 en un mezclador, el cual involucra dos corrientes, la primera corresponde al agua y la segunda al S0A-1 (que es el nombre con que se hará referencia al solvente utilizado). El S-1 se pone en contacto con la sílice en un mezclador para lo que se hará uso de un dosificador de sólidos que se encontrará sobre una báscula (con la finalidad de tener controlada la cantidad de sílice a tratar). La mezcla se vierte dentro de un tanque de mezcla provisto con un agitador (controlado con un sensor de nivel) para que después de cumplir con el tiempo de residencia, la mezcla se haga pasar por un filtro prensa en donde se pretende que la fase líquida sea reincorporada a la línea que alimenta el mezclador, mientras que la torta es alimentada al mezclador con S-1 para después vertir la mezcla en el tanque de mezcla, hasta hacer cumplir el tiempo de residencia estipulado. La mezcla aquí obtenida se hace pasar a través de un filtro prensa. El líquido desalojado se une con la línea del líquido desalojado en el filtro anterior, al tiempo en que la torta se vacía dentro de un depósito, para ponerse en contacto con aire e iniciar así el proceso de secado. Los polvos y el aire se alimentan a un separador ciclónico del que se desprende aire por la parte superior, que será reaprovechado en los agitadores de los tanques de mezcla, mientras que los polvos caerán en el colector. Posteriormente, los polvos serán introducidos en un horno para iniciar así su activación. Pasado el tiempo (1 hr), se llevarán a envasado.

# PROCESO PB-A1



## LISTA DE EQUIPO

- BA-01 Calentador
- D-01 Secador de polvos con aire
- FB-01/02 Tanques agitados
- FC-01 Separador ciclónico
- FD-01/02 Filtro prensa
- GA-01/02 Bomba de tornillo
- GD-01/02 Agitador de propela
- MA-01 Mezclador para S-1
- MB-01/02 Mezclador

### CARACTERISTICAS DEL PROCESO PB-A1

Tipo de proceso	Semicontinuo
Tiempo total de proceso*	23 horas
Nº de etapas**	4
Nº de equipos de proceso	12
Nº de equipos de servicio	9
Requerimiento de Servicios Auxiliares	Sí
Agua de proceso	X
Agua de servicio	X
Aire comprimido	X
Presión de vacío	----
Energía eléctrica	X
Combustible	----

\* Tiempo estimado a partir de los tiempos de retención en cada etapa y equipo.

\*\* Etapas: Primaria (lavado y separación); Secundaria (lavado y separación); Secado; Activación.

**LISTA DE EQUIPO PARA EL PROCESO PB-A1**

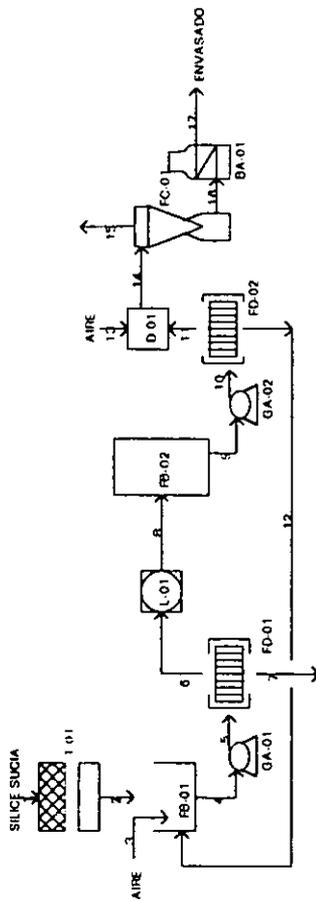
CANTIDAD	DESCRIPCION
3	Mezclador
2	Tanque de almacenamiento
2	Tanque de mezcla
1	Tanque de aereación
2	Filtro prensa
1	Separador ciclónico
1	Horno eléctrico
2	Agitador
1	Báscula
1	Recipiente colector
1	Compresor
2	Bomba centrífuga
2	Bomba reciprocante

## **PROCESO DE BLANQUEO PB-A2**

### **DESCRIPCION DEL PROCESO.**

La sílice sucia se alimenta a un tamiz malla tyler 200, para después introducir ésta en un tanque con agitación, al cual se le alimenta agua y SOA-1. En este tanque se le retiene bajo agitación por un periodo de 8 horas. Posteriormente, la mezcla se impulsa por medio de una bomba hasta un filtro prensa, en donde se pretende separar la sílice. Por un extremo se descarga el líquido que corresponde al S-1, mientras que en las lonas se retiene la sílice. Esta misma se introduce en un lavador el cual emplea regaderas de agua, para posteriormente llevarla a una torre de blanqueo, en donde se pretende eliminar los residuos que no se eliminaron durante los primeros lavados. La mezcla resultante se hace pasar por un filtro prensa; el líquido resultante se realimenta al primer tanque, mientras que la torta se lleva a un depósito para iniciar el secado con aire. Cuando la torta está seca, se impulsa hasta el siguiente equipo por acción del aire, lo cual es aprovechado para el funcionamiento del ciclón, el cual aprovecha la velocidad del aire y separa a éste del polvo, que finalmente será recolectado para después ser llevado a activación, misma que se lleva a cabo en un horno por espacio de 1 hora. Pasado todo esto, la sílice está lista para ser envasada y llevada al almacén.

# PROCESO PB-A2



## LISTA DE EQUIPO

- BA-01 Horno
- D-01 Secador con aire
- RB-01 Tanque agitado
- RB-02 Tanque de blanqueo
- FC-01 Separador cónico
- FD-01/02 Filtro prensa
- GA-01/02 Bombas de tornillo
- T-01 Tamiz

## CARACTERISTICAS DEL PROCESO PB-A2

Tipo de proceso	Semicontinuo
Tiempo total de proceso*	24.5 horas
Nº de etapas**	4
Nº de equipos de proceso	12
Nº de equipos de servicio	7

Requerimiento de Servicios Auxiliares	Sí
Agua de proceso	X
Agua de servicio	X
Aire comprimido	X
Presión de vacío	---
Energía eléctrica	X
Combustible	---

\* Tiempo estimado a partir de los tiempos de retención en cada etapa y equipo.

\*\* Etapas: Primaria (limpiado, separación y lavado); Secundaria (blanqueo y separación); Secado; Activación.

**LISTA DE EQUIPO PARA EL PROCESO PB-A2**

CANTIDAD	DESCRIPCION
1	Torre de blanqueo
2	Tanque de almacenamiento
1	Tanque de mezcla
1	Tanque de aereación
2	Filtro prensa
1	Separador ciclónico
1	Horno eléctrico
2	Agitador
1	Báscula
1	Recipiente colector
1	Compresor
4	Bomba centrífuga
2	Bomba reciprocante

## **PROCESO DE BLANQUEO PB-A3**

### **DESCRIPCION DEL PROCESO.**

La sílice sucia se hace pasar por un tamiz maya tyler 200 para después ser alimentada un tanque que contiene S-1 y al que también se le alimenta aire como medio de agitación. La sílice así tratada, es impulsada por una bomba hasta llegar a un hidrociclón (HC-1) en donde se espera separar la fase líquida, misma que será desechada; por la parte baja se descarga la fase sólida, que a su vez también será alimentada a un tanque con S-1 en su interior y con una corriente de aire (como medio de agitación). La sílice y el S-1 de este tanque se impulsan por medio de una bomba hasta el hidrociclón HC-2. La fase líquida se regresa hasta el tanque FB-1 para ser reutilizado, mientras que la fase sólida se alimenta a un tanque de acreación que seguidamente descarga en un ciclón (C-1), de modo que el polvo descargado se somete a un calentamiento a 180 °C en el horno BA-1 para después ser enviada a envasado.



### CARACTERISTICAS DEL PROCESO PB-A3

Tipo de proceso	Semicontinuo
Tiempo total de proceso*	25 horas
Nº de etapas**	4
Nº de equipos de proceso	10
Nº de equipos de servicio	7
Requerimiento de Servicios Auxiliares	Sí
Agua de proceso	X
Agua de servicio	X
Aire comprimido	X
Presión de vacío	---
Energía eléctrica	X
Combustible	---

\* Tiempo estimado a partir de los tiempos de retención en cada etapa y equipo.

\*\* Etapas: Primaria (limpiado, separación y lavado); Secundaria (blanqueo y separación); Secado; Activación.

**LISTA DE EQUIPO PARA EL PROCESO PB-A3**

CANTIDAD	DESCRIPCION
1	Báscula
1	Tamiz malla tyler 150 - 200
2	Tanque de almacenamiento
2	Tanque con agitación
1	Tanque de aereación
2	Hidrociclón
1	Separador ciclónico
1	Homo eléctrico
2	Agitador
1	Regulador de presión
2	Sensor de nivel
1	Recipiente colector
1	Compresor
2	Bomba centrífuga
2	Bomba de tornillo

## **PROCESO DE BLANQUEO PB-A4**

### **DESCRIPCION DEL PROCESO.**

La sílice sucia (recuperada) se pesa y se alimenta a un dosificador de sólidos para ser introducida en un tamiz (malla tyler 200) y llevada al tanque FB-1 en donde se tiene el S-1 y al que se le suministra aire. En este tanque se retiene el líquido con la sílice por espacio de 4 horas, para después ser alimentado al hidrociclón (HC-1) por medio de la bomba GA-01. La fase líquida separada en el hidrociclón se desecha, mientras que la fase sólida es nuevamente tratada en el tanque FB-2, que contiene S-1 y una corriente de aire que sirve como medio de agitación. Después de 4 horas y con ayuda de la bomba GA-02, la sílice y el S-1 son enviados hasta el hidrociclón HC-1 del que se desprenden dos corrientes, una que corresponde a la fase líquida, la cual será llevada hasta el tanque FB-1 para ser reutilizada. La otra corriente corresponde a la fase sólida, misma que se alimenta a un secador de transportación neumática, en donde será recolectada e impulsada con aire caliente (la temperatura máxima será de 180 °C y por un tiempo no mayor de 1 hora). El secador está provisto de un ciclón en la parte final, de modo que la descarga podrá ser enviada directamente a envasado.

\*Como se mencionó con anterioridad, la activación del gel de sílice consiste en la elevación de la temperatura en un rango entre 100 °C - 200 °C, de modo que el separador de transportación neumática, hace la función de secado y activación, con lo que se ve la ganancia en tiempo y aprovechamiento de energía.



### CARACTERISTICAS DEL PROCESO PB-A4

Tipo de proceso	Semicontinuo
Tiempo total de proceso*	16 horas
Nº de etapas**	3
Nº de equipos de proceso***	6
Nº de equipos de servicio	7
Requerimiento de Servicios Auxiliares	Si
Agua de proceso	X
Agua de servicio	X
Aire comprimido	X
Presión de vacío	---
Energía eléctrica	X
Combustible	---

\* Tiempo estimado a partir de los tiempos de retención en cada etapa y equipo.

\*\* Etapas: Primaria (limpiado, separación y lavado); Secundaria (blanqueo y separación); Secado y Activación (en una sola etapa).

\*\*\* El secador de transportación neumática se considera como un sólo equipo, aún a pesar de que consta de varios equipos.

**LISTA DE EQUIPO PARA EL PROCESO PB-A4**

CANTIDAD	DESCRIPCION
1	Dosificador de sólidos con báscula
1	Tamiz malla tyler 150 - 200
2	Tanque de almacenamiento
2	Tanque con agitación
2	Hidrociclón
1	Secador de transportación neumática
2	Agitador
1	Regulador de presión
2	Sensor de nivel
1	Recipiente colector
1	Compresor
2	Bomba centrífuga
2	Bomba de tornillo

## ANÁLISIS FUNCIONAL PARA LAS ALTERNATIVAS DE PROCESO

## Proceso PB - A1

Equipo	Función Objetivo	Relación con el Objetivo Final
Compresor	Comprimir aire de condiciones atmosféricas hasta 406 Kg/cm <sup>2</sup> .	- Suministrar aire a los mezcladores y al secador. - Impulsar la sílice al ciclón.
Mezclador	Preparación de una mezcla entre componentes del mismo y diferente estado de agregación.	Facilita el contacto entre la fase sólida, la fase líquida y gaseosa (aire), además de facilitar la limpieza de la sílice.
Filtro prensa	Separar los sólidos de la solución.	Permite separar en forma eficiente los sólidos presentes en la solución preparada.
Bomba	Impulsar la solución hasta el equipo siguiente.	Facilita la alimentación de la solución de equipo a equipo.
Tanque de aereación	Eliminar el exceso de agua por contacto con aire.	Facilita la eliminación del exceso de agua y permite manejar el sólido, además de permitir impulsarlo hacia el equipo siguiente.
Separador ciclónico	La separación del sólido.	Permite la fácil separación y recolección del sólido en forma prácticamente seca.
Colector	Recolectar el polvo separado en el ciclón.	Facilita la recolección del polvo y su traslado hacia la siguiente etapa.
Horno	Calentamiento del sólido hasta 200 °C.	Permite la activación de la sílice por efecto del calor.

## Proceso PB - A2

Equipo	Función Objetivo	Relación con el Objetivo Final
Tamiz	Clasificar los sólidos por tamaños.	Eliminar los objetos sólidos no deseados como basuritas, papeles, algodón, etc.
Compresor	Suministrar el aire comprimido necesario.	- Suministrar aire a los mezcladores y al secador. - Impulsar la sílice al ciclón.
Mezclador	Preparación de una mezcla entre componentes del mismo y diferente estado de agregación.	Facilita el contacto entre la fase sólida, la fase líquida y gaseosa (aire), además de facilitar la limpieza de la sílice.
Filtro prensa	Separar los sólidos de la solución.	Permite separar en forma eficiente los sólidos presentes en la solución preparada.
Bomba	Impulsar la solución hasta el equipo siguiente.	Facilita la alimentación de la solución de equipo a equipo.
Lavador	Lavar los sólidos.	Limpiar los sólidos de residuos de impurezas que se hayan desprendido.
Torre de blanqueo	Favorecer el blanqueo de los sólidos tratados.	Separar la mayor parte de las impurezas que colorean la sílice.
Tanque de aireación	Eliminar el exceso de agua por contacto con aire.	Facilita la eliminación del exceso de agua y permite manejar el sólido, además de permitir impulsarlo hacia el equipo siguiente.
Separador ciclónico	La separación del sólido.	Permite la fácil separación y recolección del sólido en forma prácticamente seca.

**Proceso PB - A2 (continuación)**

Colector	Recolectar el polvo separado en el ciclón.	Facilita la recolección del polvo y su traslado hacia la siguiente etapa.
Horno	Calentamiento del sólido hasta 200 °C.	Permite la activación de la sílice por efecto del calor.

## Proceso PB - A3

Equipo	Función Objetivo	Relación con el Objetivo Final
Tamiz	Clasificar los sólidos por tamaños.	Eliminar los objetos sólidos no deseados como basuritas, papeles, algodón, etc.
Compresor	Comprimir aire de condiciones atmosféricas hasta 406 Kg/cm <sup>2</sup> .	- Suministrar aire a los mezcladores y al secador. - Impulsar la sílice al ciclón.
Tanque agitado	Mantener la solución en agitación.	Facilita el contacto entre la fase sólida, líquida y gaseosa, facilitando su relación durante el tiempo necesario, ayudando a la limpieza de la sílice.
Bomba	Impulsar la solución hasta el equipo siguiente.	Facilita la alimentación de la solución de equipo a equipo.
Hidrociclón	Separar los sólidos de los líquidos.	Facilitar la separación de los sólidos y los líquidos, de modo que sea más sencillo seguir tratando la sílice.
Tanque de aereación	Eliminar el exceso de agua por contacto con aire.	Facilita la eliminación del exceso de agua y permite manejar el sólido, además de permitir impulsarlo hacia el equipo siguiente.
Separador ciclónico	La separación del sólido.	Permite la fácil separación y recolección del sólido en forma prácticamente seca.
Colector	Recolectar el polvo separado en el ciclón.	Facilita la recolección del polvo y su traslado hacia la siguiente etapa.
Horno	Calentamiento del sólido hasta 200 °C.	Permite la activación de la sílice por efecto del calor.

## Proceso PB - A4

Equipo	Función Objetivo	Relación con el Objetivo Final
Tamiz	Clasificar los sólidos por tamaños.	Eliminar los objetos sólidos no deseados como basuritas, papeles, algodón, etc.
Dosificador de sólidos	Alimentar la cantidad adecuada de sólidos.	Alimenta la cantidad suficiente de sólidos, de modo que únicamente se trata la cantidad establecida previamente.
Compresor	Comprimir aire de condiciones atmosféricas hasta 406 Kg/cm <sup>2</sup> .	- Suministrar aire a los mezcladores y al secador. - Impulsar la sílice al ciclón.
Tanque agitado	Mantener la solución en agitación.	Facilita el contacto entre la fase sólida, líquida y gaseosa, facilitando su relación durante el tiempo necesario, ayudando a la limpieza de la sílice.
Bomba	Impulsar la solución hasta el equipo siguiente.	Facilita la alimentación de la solución de equipo a equipo.
Hidrociclón	Separar los sólidos de los líquidos.	Facilitar la separación de los sólidos y los líquidos, de modo que sea mas sencillo seguir tratanto la sílice.
Secador de transportación neumática.	Secar y activar la sílice.	Permite secar la sílice gracias al contacto que tiene con el aire, ayudándose para ello con los ciclones. Evita el aglutinamiento de la sílice, ya que está provisto de un molino. Activa la sílice, ya que este equipo cuenta con un sistema de calentamiento suficiente hasta para calcinar la sílice.

## COMPARACION DE PROCESOS

De las alternativas de proceso para el blanqueo de sílice para cromatografía en columna antes mencionadas, se pretende encontrar aquella que más se asemeje al método desarrollado en el laboratorio y que además facilite la realización de las operaciones inicialmente planteadas, como son: Tamizado, Lavado Primario, Separación Primaria, Lavado Secundario, Separación Secundaria, Secado, Activación y Envasado.

El proceso PB-A1 se lleva a cabo en 23 horas, para un total de 4 etapas con 12 equipos de proceso y 9 de servicio.

El proceso PB-A2 se lleva a cabo en 24.5 horas, para un total de 4 etapas con 12 equipos de proceso y 7 de servicio.

El proceso PB-A3 se lleva a cabo en 25 horas, para un total de 4 etapas con 10 equipos de proceso y 7 de servicio.

El proceso PB-A4 se lleva a cabo en 16 horas, para un total de 3 etapas con 16 equipos de proceso y 7 de servicio.

La diferencia en cuanto al número de horas requeridas para llevar a cabo cada uno de los procesos no tiene diferencias significativas, excepto para el caso del proceso PB-A4, al igual que para el número de etapas ya que para los 3 primeros es de cuatro y para el último es de 3. El requerimiento de servicios auxiliares para todas las alternativas es el mismo en cuanto al tipo, aunque no en cantidad.

## CARACTERISTICAS DEL EQUIPO SUGERIDO.

### *Secador de Transportación Neumática*

Observaciones: Sistema tipo molino múltiple de jaulas, deseca e incinera.

Tipo de alimentador	
Ventilador	Tiro inducido
Separadores	De ciclón
Recolector	De bolsa
Dispensor	Desintegrador con barrido de aire (Molino de jaula)
Obturador de aire	Rotatorio

Condiciones.	
Humedad inicial	82 % (Base húmeda)
Humedad final	0 % (Base húmeda)
Velocidad	140 kg/seg

Diámetro del ducto*	0.3 m
Velocidad del gas	23 m/seg
Velocidad de sólidos**	18.4 m/seg (80 % vel. del gas)
$\Delta V$ s-g	4.6 m/seg
Flujo másico del gas	4.8 kg/(segm <sup>2</sup> )
Coef. vol. transf. calor	2,235 J/(m <sup>3</sup> seg°K)

\* Valor supuesto.

\*\* La velocidad de alimentación de los sólidos deberá ser constante.

\*\*\* Estos valores fueron calculados por el método de transferencia volumétrica de calor.

*Compresor**Tanque.*

Capacidad:	500 Lts
Cabezas:	Semielipsoidales
Presión descarga:	4 kg/cm <sup>2</sup>

*Características del aire:*

Aire de alta presión 70 % libre de humedad.

*Tanque agitado*

Material construcción:	Acero Inox. 304
Diámetro:*	60 cm
Altura:*	42 cm
Tubería:	0.5 pgdas
Capacidad:	118.75 lts

**Separador Ciclónico**

Longitud de la entrada del ciclón, S:	0.133 m
Radio del ciclón, R <sub>c</sub> :	0.089 m
Radio del tubo de salida R <sub>t</sub> :	0.044 m
Altura de la sección cilíndrica, h:	0.356 m
Altura total del ciclón, H:	0.711 m
Extensión axial de la entrada, a:	0.102 m
Extensión radial de la entrada, b:	0.044 m
<i>Condiciones de operación:</i>	
Presión máxima:	$9.3 \times 10^5$ Pa
Temperatura máxima:	871 °C
Flujo volumétrico:	0.111 m <sup>3</sup> /s
Velocidad de entrada:	24.4 m/s
Diámetro de partícula:	5 - 10 μm
Eficiencia:	80 - 95 %
Material de construcción:	Acero inox. 304
Espesor:	4.7 mm

### *Bomba centrífuga*

Utilizada para el impulso de cada uno de los líquidos que formarán la solución S-1 desde los tanques de almacenamiento correspondientes hasta los tanques agitados. Los fluidos son similares en propiedades con el agua, específicamente, densidad 1 gr/ml; viscosidad 1cp.

#### *Características de la bomba:*

Tipo:	Centrífuga
Potencia:	0.5 hp
Capacidad:	10 gpm
Eficiencia:*	75 %
Voltaje:	220/240
Tipo de servicio:	Continuo
Material de construcción:	Acero inox. 304
Diámetro de succión:*	1 pgda.
Temperatura:	25 °C
Presión de descarga:	19 psi
Unidades requeridas:	2

\* Dato sugerido, que deberá ser comparado con el fabricante.

## BOMBA DE TORNILLO

Este tipo de bomba se requiere por las características del fluido a impulsar, ya que se manejan dos fases: líquido - sólido. Esta bomba tiene como finalidad impulsar el fluido desde los tanques agitados hasta los separadores ciclónicos correspondientes.

Servicio: Alimentación del fluido al separador ciclónico.	
Tipo de bomba:	Rotatoria de tornillo
Fluido:	S-1 - Sílice
Temp. bombeo:	70 °F
Densidad relativa de sólidos:	2.46
% peso sólidos en la mezcla:	30
% vol sólidos en la mezcla:	14.8368
Densidad rel. mezcla:	1.2166
Potencia:	4 hp
Presión descarga:	25 psi
GPM normales a temp. bombeo:	25

## CAPITULO IV

### SIMULACION DEL PROCESO

---

**SIMULACION DEL PROCESO DE RECUPERACION DEL GEL DE  
SILICE**

**RESULTADOS DE LA SIMULACION DEL PROCESO; ANALISIS DE  
LOS RESULTADOS DEL PROCESO SELECCIONADO.**

---

---

## **Simulación de Procesos**

Durante los años recientes, los sistemas que tratan del modelado, elaboración de modelos matemáticos y el análisis de respuesta en sistemas dinámicos, se han convertido en requisitos de la mayoría de los programas en ingeniería.

Uno de los problemas a que se enfrenta el ingeniero químico dedicado al estudio y análisis de procesos de la industria de la transformación es la elaboración de modelos matemáticos, que consiste en aplicar las leyes físicas a un sistema específico, de modo que sea posible desarrollar un modelo matemático que describa el sistema en estudio.

Cuando se habla de procesos, se involucra a una gran cantidad de ecuaciones que describen el comportamiento de un sistema o bien de una gran cantidad de equipos y/o instrumentos. La complejidad para la resolución de las ecuaciones que rigen esos sistemas será tan grande como elementos tenga ese sistema. Una opción ante esta problemática se encuentra en el uso de las computadoras y los simuladores de procesos que existen en el mercado y que con el fin de facilitar el análisis, simulación y optimización de procesos fueron creados, tales como Chem Cad, Chem Sep, ASPEN, Hi-Sim, etc.

La simulación por computadora juega un papel muy importante en el análisis y diseño de sistemas. Los efectos de los cambios en los parámetros del sistema sobre su funcionamiento pueden ser fácilmente determinados. La ventaja de la simulación es que puede usarse cualquier escala de tiempo conveniente. No obstante, se tiene la limitación de que la computadora resuelve solamente ecuaciones específicas con condiciones iniciales numéricas y que da la solución como curva. La computadora no puede dar una solución general con constantes arbitrarias, así que la solución por computadora tiene diferente carácter que la solución analítica por métodos exactos.

En general, la representación matemática precisa de un componente es difícil. Es probable que alguna de las características importantes del componente pase por alto en la simulación, factor que puede causar serios errores en la solución. Con el objeto de evitar tales errores, el simulador debe incluir componentes del sistema reales. Si se incluyen tales, no se perderán características importantes de los componentes reales. La solución, sin embargo, debe obtenerse en tiempo real.

Las computadoras de gran escala pueden usarse para simular sistemas no lineales o resolver sistemas de ecuaciones diferenciales no lineales, aunque cabe resaltar que el uso de la computadora para la solución de sistemas no lineales, no es esencialmente diferente de aquel de los sistemas lineales.

En lo que respecta a la simulación del proceso desarrollado para el Blanqueo y Reutilización de Sílice para Cromatografía en Columna -recuperada-, se utilizaron los siguientes simuladores: Chem Cad, Provision, Hi-Sim, ASPEN PLUS (Ver. 9.2). El uso de éstos, permitió hacer un mejor análisis de los resultados y del proceso mismo, ya que se presentaron algunas inconveniencias con respecto a la aplicación de un simulador con respecto a otro.

Para la simulación del Proceso con Chem Cad, el problema que se presentó es que este simulador no está diseñado para el manejo de sólidos, es decir, tan sólo es útil para la simulación de procesos en fase líquida y gas. El manejo de procesos que involucren una fase sólida, requiere también de equipo adecuado para manejar esos sólidos. Por otro lado, este simulador permitió el análisis sobre el comportamiento de algunos equipos por separado, como es el caso del compresor y los tanques de almacenamiento, al igual que las bombas con que se impulsan los fluidos de un equipo a otro (líquidos).

El análisis que se hizo de los equipos por separado fue bueno, sin embargo, este tipo de análisis no permite relacionar un equipo con otro, ya que la forma en que se espera que operen no es individual, sino en relación a / con otro equipo, razón por la opción sobre el uso de este simulador fue descartada.

Otro simulador empleado para este mismo propósito fue Hi-Sim, sin embargo este simulador es particularmente útil para procesos petroquímicos y a pesar de tener un banco de datos sumamente extenso, no incluye el compuesto Sílice. Es muy importante resaltar que este simulador permite el análisis de sustancias sólidas dentro de los procesos que reproduce, y por consiguiente tiene especificados los equipos adecuados para el manejo de sólidos, pero no para procesos como el que aquí se describe, ya que de incluir los compuestos que aquí se manejan en el banco de datos de este simulador provocará caer en la carencia de algunas propiedades y que de hecho intentará calcular para compensar la no existencia de alguna propiedad ya sea física o química, incluso hasta de estructura.

El siguiente caso, fue el uso del simulador Provision, el cual no maneja sólidos, por consiguiente no contempla el equipo adecuado para éstos. Este simulador es muy útil en aquellos sistemas en donde se maneja fase líquida y fase vapor. Tiene algunas ventajas sobre Chem Cad y Hi-Sim, como son el manejo de equipo con algunos instrumentos y/o accesorios previamente considerados, por ejemplo, si se requiere simular un reactor, este paquete tiene dentro de sus opciones predeterminadas la existencia de válvulas de venteo incluidas ya en el sistema y en función de las características alimentadas. Por otro lado, nos permite hacer el análisis de algunos equipos por secciones según los datos alimentados y la selección que sobre este mismo equipo se halla hecho. Otra ventaja de este simulador, es que optimiza y controla un equipo o una etapa del proceso en análisis y la ejecución es muy sencilla y rápida.

Sin embargo, las desventajas que presenta con respecto a Hi-Sim y ASPEN es que Provision sólo permite el manejo de dos fases. Cuenta con las opciones de usuario que bien pueden ser traducidas en equipo con características propias o muy específicas, pero que lamentablemente se contraponen al hecho de no estar diseñado para el manejo de sólidos que es un factor primordial para el caso que aquí importa. Por otro lado no permite realizar análisis de sensibilidad de la misma forma que lo hace ASPEN o un buen manejo de curvas de comportamiento de los componentes, ya que si bien si lo hace, no tiene la misma disposición que el otro. El análisis termodinámico se encuentra muy limitado en comparación con las opciones que presenta ASPEN y Hi-Sim.

El compuesto llamado Sílice no se encuentra en el banco de datos de Provision, sin embargo se alimentaron las características del compuesto como si éste fuera un líquido y se hizo una estimación, sólo como un detalle curioso y se analizaron los resultados, como se expondrá más adelante.

Para el caso de ASPEN, resulta ser una muy buena opción, además de permitir el manejo de sustancias sólidas y contar con el equipo adecuado para el manejo de éstos. Este simulador permite el manejo de casi todo tipo de procesos y no específicamente un tipo como es el caso de Hi-Sim que aunque es aplicable a diversos tipos de procesos, su especialidad son los procesos petroquímicos, o tal vez sea en esos procesos en los que su uso sea más frecuente.

Una de las desventajas que se encontró durante el uso de ASPEN, fue el no poder modificar las especificaciones que sobre el equipo existen en la memoria, es decir, maneja bloques para los equipos a los que llama bomba, compresor, etc. y una modificación substancial al equipo, al parecer no es permitida. Por otro lado, una ventaja más, es que permite la programación en Fortran para aquellos equipos que sean un nuevo diseño o bien que no estén incluidos en las opciones del simulador.

Las simulaciones hechas con ASPEN, con las variaciones con que se ha llevado a cabo, han arrojado resultados aceptables, sin embargo, dichos resultados coinciden en varios puntos con los obtenidos en la simulación hecha con Provision. Cabe recordar que este último no maneja sólidos, sin embargo se hizo una estimación considerando la sílice como un líquido altamente viscoso.

La mejor opción que se encontró, después del recorrido por los ya mencionados simuladores fue ASPEN, debido a que permitió el acceso en una forma más simple, sencilla y óptima, y lo más importante fue el que facilitó el manejo de sólidos en este proceso. Los resultados que se obtuvieron y tuvieron mayor relevancia se presentan a continuación y corresponden a las simulaciones hechas con Provision y ASPEN PLUS ( ver. 9.2 ).

## **Simulación del proceso.**

Las páginas que a continuación se presentan, corresponden a la simulación del proceso hecha con ASPEN Plus. La importancia de su uso se puede explicar en base a la creciente demanda que ha tenido el uso de este simulador en la industria y en las firmas de ingeniería. Por otro lado, es muy importante estar a la vanguardia en los servicios que en el mercado se demandan y la disponibilidad de los profesionistas para ofertarlos de la forma más confiable posible.

Como parte de los resultados de la simulación del proceso, tan sólo se muestra el diagrama de flujo con que se llevó a cabo, y los estatus de la misma, ya que la cantidad de resultados la simulación es demasiado grande y tal vez no sean fácilmente apreciables, es por ello que tan sólo se presentan los resultados más representativos, un índice que muestra las operaciones que realizaron con el simulador y el status de la misma.





ASPEN PLUS (TM) IS A PROPRIETARY PRODUCT OF ASPEN TECHNOLOGY, INC. (ASPENTECH), AND MAY BE USED ONLY UNDER AGREEMENT WITH ASPENTECH. RESTRICTED RIGHTS LEGEND: USE, REPRODUCTION, OR DISCLOSURE BY THE U.S. GOVERNMENT IS SUBJECT TO RESTRICTIONS SET FORTH IN (i) FAR 52.227-14, Alt. III, (ii) FAR 52.227-19, (iii) DFARS 252.227-7013(c)(1)(ii), or (iv) THE ACCOMPANYING LICENSE AGREEMENT, AS APPLICABLE. FOR PURPOSES OF THE FAR, THIS SOFTWARE SHALL BE DEEMED TO BE "UNPUBLISHED" AND LICENSED WITH DISCLOSURE PROHIBITIONS. CONTRACTOR/SUBCONTRACTOR: ASPEN TECHNOLOGY, INC. TEN CANAL PARK, CAMBRIDGE, MA 02141.

TABLE OF CONTENTS

RUN CONTROL SECTION.....	1
RUN CONTROL INFORMATION.....	1
FLWSHEET SECTION.....	2
FLWSHEET CONNECTIVITY BY STREAMS.....	2
FLWSHEET CONNECTIVITY BY BLOCKS.....	2
CONVERGENCE STATUS SUMMARY.....	2
CONVERGENCE BLOCK: \$OLVER01.....	2
COMPUTATIONAL SEQUENCE.....	4
OVERALL FLWSHEET BALANCE.....	4
PHYSICAL PROPERTIES SECTION.....	5
COMPONENTS.....	5
U-O-S BLOCK SECTION.....	6
BLOCK: B1           MODEL: COMPR.....	6
BLOCK: B10         MODEL: FSPLIT.....	6
BLOCK: B11         MODEL: HCYC.....	7
BLOCK: B12         MODEL: MIXER.....	7
BLOCK: B13         MODEL: CYCLONE.....	8
BLOCK: B14         MODEL: MIXER.....	9
BLOCK: B2           MODEL: RBATCH.....	9
BLOCK: B3           MODEL: PUMP.....	20
BLOCK: B4           MODEL: HCYC.....	21
BLOCK: B5           MODEL: RBATCH.....	21
BLOCK: B6           MODEL: PUMP.....	23
BLOCK: B7           MODEL: FSPLIT.....	23
BLOCK: B8           MODEL: MIXER.....	24
BLOCK: B9           MODEL: FSPLIT.....	24
STREAM SECTION.....	26
SUBSTREAM ATTR PSD TYPE: PSD.....	26
1 10 11 12 13.....	27
14 15 16 17 18.....	28
19 2 20 21 23.....	29
24 25 3 4 5.....	30
6 7 8 9.....	31

PROBLEM STATUS SECTION.....	32
BLOCK STATUS.....	32

ASPEN PLUS VER: PC-DOS REL: 9.2-1 INST: UNAM-PC 05/02/97 PAGE 1  
PROCESO DE BLANQUEO PB-A4  
RUN CONTROL SECTION

RUN CONTROL INFORMATION  
-----

THIS COPY OF ASPEN PLUS LICENSED TO UNIV. NACIONAL AUTONOMA MEXICO

TYPE OF RUN: NEW

INPUT FILE NAME: \_1325blg.inm

OUTPUT PROBLEM DATA FILE NAME: \_1325blg VERSION NO. 1  
LOCATED IN:

PDF SIZE USED FOR INPUT TRANSLATION:

NUMBER OF FILE RECORDS (PSIZE)	=	0
NUMBER OF IN-CORE RECORDS	=	256
PSIZE NEEDED FOR SIMULATION	=	256

CALLING PROGRAM NAME: apmain  
LOCATED IN: C:\AP92\xeq

SIMULATION REQUESTED FOR ENTIRE FLOWSHEET

FLOWSHEET CONNECTIVITY BY STREAMS

STREAM	SOURCE	DEST	STREAM	SOURCE	DEST
1	----	B1	4	----	B2
3	----	B9	23	----	B8
24	B1	B7	6	B3	B4
7	B4	----	8	B4	B5
14	B6	B11	25	B2	B8
13	B5	B6	9	B9	B12
10	B9	B5	11	B10	B2
12	B10	B5	15	B11	B12
17	B11	B14	16	B12	B2
20	B13	----	21	B13	----
19	B14	B13	5	B8	B3
2	B7	B10	18	B7	B14

FLOWSHEET CONNECTIVITY BY BLOCKS

BLOCK	INLETS	OUTLETS
B1	1	24
B3	5	6
B4	6	7 8
B6	13	14
B2	4 11 16	25
B5	8 10 12	13
B9	3	9 10
B10	2	11 12
B11	14	15 17
B12	15 9	16
B13	19	20 21
B14	17 18	19
B8	23 25	5
B7	24	2 18

CONVERGENCE STATUS SUMMARY

TEAR STREAM SUMMARY

STREAM ID	MAXIMUM ERROR	TOLERANCE	MAXIMUM ERR/TOL	VARIABLE ID	STAT	CONV BLOCK
16	0.28284E-10	0.13147E-04	0.21514E-05	MASS ENTHALPY	#	\$OLVER01

# = CONVERGED  
 \* = NOT CONVERGED

BLOCK: B12 MODEL: MIXER

-----  
 INLET STREAMS: 15 9  
 OUTLET STREAM: 16  
 PROPERTY OPTION SET: PENG-ROB STANDARD PR EQUATION OF STATE

\*\*\* MASS AND ENERGY BALANCE \*\*\*

	IN	OUT	RELATIVE DIFF.
TOTAL BALANCE			
MOLE(LBMOL/HR)	34.8696	34.8696	-0.203772E-15
MASS(LB/HR)	720.800	720.800	0.000000E+00
ENTHALPY(BTU/HR)	0.407400E+02	0.407400E+02	0.215142E-09

\*\*\* INPUT DATA \*\*\*

ONE	PHASE	FLASH	SPECIFIED PHASE IS	LIQUID
	MAXIMUM NO. ITERATIONS			30
	CONVERGENCE TOLERANCE			0.000100000
	OUTLET PRESSURE	PSI		19.0000

6 7 8 9

STREAM ID	6	7	8	9
FROM :	B3	B4	B4	B9
TO :	B4	----	B5	B12
CLASS:	MIXCIPSD	MIXCIPSD	MIXCIPSD	MIXCIPSD
SUBSTREAM: MIXED				
PHASE:	LIQUID	LIQUID	MISSING	LIQUID
COMPONENTS: LBMOL/HR				
AIRE	5.8787-04	5.8787-04	0.0	0.0
AGUA	29.3135	29.3135	0.0	29.0808
S0-A1	5.6105	5.6105	0.0	5.7886
SILICE	3.6692	3.6692	0.0	0.0
TOTAL FLOW:				
LBMOL/HR	38.5939	38.5939	0.0	34.8695
LB/HR	939.4128	939.4128	0.0	720.8003
CUFT/HR	42.4046	42.4046	0.0	10.5603
STATE VARIABLES:				
TEMP F	154.3934	154.3934	MISSING	73.0000
PRES PSI	173.6219	173.6219	173.6219	19.0000
VFRAC	0.0	0.0	MISSING	0.0
LFRAC	1.0000	1.0000	MISSING	1.0000
SFRAC	0.0	0.0	MISSING	0.0
DENSITY:				
LBMOL/CUFT	0.9101	0.9101	MISSING	3.3019
LB/CUFT	22.1535	22.1535	MISSING	68.2556
AVG MW	24.3409	24.3409	MISSING	20.6713

BLOCK STATUS

-----

```
*****  
*  
* CALCULATIONS WERE COMPLETED NORMALLY *  
*  
* ALL STREAMS WERE FLASHED NORMALLY *  
*  
* ALL CONVERGENCE BLOCKS WERE COMPLETED NORMALLY *  
*  
*****
```

## **CONCLUSIONES.**

Debido a que no existen procesos concretos alternativos para el tratamiento de la sílice utilizada en cromatografía en columna con la finalidad de que ésta pueda ser reutilizada y no simplemente desechada, ubica este trabajo en una posición también alternativa ante las posibles opciones que paralelamente surjan en este país y/o en otros.

El trabajo en el laboratorio fue muy amplio, pero muy enriquecedor, ya que gracias a ello se pudo desarrollar el resto de este trabajo de tesis, ya que fue en el laboratorio y lo que facilitó una gran cantidad de datos, que sirvieron de base para el desarrollo de la ingeniería y la simulación del proceso, ya que los datos que se manejaron no sólo fueron parte del banco de datos, sino resultados de un trabajo experimental.

El trabajo realizado en el laboratorio y los resultados ahí obtenidos, permiten afirmar que el blanqueo de sílice si es posible y que con la aplicación de un método adecuado como el que aquí se desarrolló, la reutilización de la sílice es prácticamente una realidad.

El haber presentado más de una alternativa de proceso, habla de la versatilidad en la ejecución de las operaciones llevadas a cabo en el laboratorio, y que con la buena selección y dimensionamiento del equipo, se pueden ejecutar satisfactoriamente, lo que permite resaltar que sin importar cuántas opciones se presenten, el proceso descrito en forma de operaciones es aplicable, y que lo más importante es un buen desarrollo de ingeniería que es la base de este trabajo.

El uso de equipo de cómputo tal como los simuladores, son una buena herramienta para el Ingeniero Químico, ya que además de facilitar su trabajo le permitirá hacer análisis más concretos sobre los procesos en que esté involucrado y al mismo tiempo enriquecer sus juicios y resultados, razón por la que debe tratar de estar siempre a la vanguardia en lo que a equipo de cómputo y software se refiere.

Desde el punto de vista de la Ingeniería de Procesos, es muy importante destacar que aunque parece un terreno virgen en México, la disponibilidad de los ingenieros mexicanos debe ser tan grande como para incursionar en esta área y destacar en ella, ya que aún queda mucho por hacer.

## **BIBLIOGRAFIA.**

Kirchner, Justuz George.  
**"Thin layer Chromatography"**  
Interscience  
N. Y., 1971.

Browning, David, Robert  
**"Cromatografía"**  
Edit. Toray - Mason  
Barcelona, 1971.

Fischer, L.  
**"Introducción a la cromatografía en gel"**  
Ed. El Manual Moderno  
Mex. 1975

Edwards, D. Y.  
**"Cromatografía: Principios y Técnicas"**  
Mex, 1975.

**Manual of Hazardous Chemical Reactions**  
NFPA N°491 M  
National Fire Protection Association.  
Boston, Mass. 1975

H. Perry et al  
**Manual del Ingeniero Químico** Robert  
6a. edic. Vol. V  
Mc Graw Hill, 1993.

CRANE

**Flujo de Fluidos en Válvulas, Bombas y Compresores**

McGraw Hill

México, D. F. 1995.

Foust Alan S., Wenzel L. A.

**"Principios de las Operaciones Unitarias"**

Edit. CECSA

México, D. F. 1983.

Smith, Julian C., McCabe Warren L.

**"Operaciones Básicas de Ingeniería Química"**

Edit. Reverté

México, D. F. 1981.

Welty James R., Wicks Charles E.

**"Fundamentos de Transferencia de Momento,  
Calor y Masa"**

Edit. Limusa

México, D. F. 1984

Rase Howard F., Barrow Mit

**"Ingeniería de Proyectos para las Plantas de Proceso"**

Edit. Continental

México, D. F. 1982.

McNaughton, Kenneth.

**"BOMBAS**

**Selección, uso y mantenimiento"**

McGraw Hill

México, D. F. 1994.

Greene, Richard W.  
**"COMPRESORES  
Selección, uso y mantenimiento"**  
McGraw Hill  
México, D. F. 1994.

Ogata, Katsuhiko  
**"Dinámica de Sistemas"**  
Prentice Hall Hispanoamericana  
México, D. F. 1987.

American Society of Mechanical Engineers  
**"ASME Boiler & Pressure Vessel Code, Section VIII Divisions 1 & 2, Pressure  
Vessels"**.  
1977 Edition

**"ASTM, D341-77, Viscosity - Temperature Charts for Liquid Petroleum Products.  
ASTM Standars, Part 23"**.  
1977 Edition

Neerken, Richard F.  
**Correct Pump Selection**  
Chemical Engineering  
Ap. 3, 1978

Neerken, Richard F.  
**Pump Selection for the Chemical Process Industries**  
Chemical Engineering  
Feb. 18, 1974.

J. Ingemar Dalstad  
**Pump Selection & Application for Bland Pastes**  
Chemical Engineering  
Ap. 25, 1977.