



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**PROPUESTA DE UN GUIÓN EXPERIMENTAL
SOBRE DESTILACIÓN MULTICOMPONENTE
PARA EL LABORATORIO DE INGENIERÍA
QUÍMICA**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA

JORGE VALENTÍN ZERTUCHE RODRÍGUEZ



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Dr. Antonio Valiente Barderas

VOCAL: Dr. Robert Johnson Bundy

SECRETARIO: I.Q. María Luisa Galicia Pineda

1er. SUPLENTE: I.Q. Genovevo Silva Pichardo

2do. SUPLENTE: M. en C. María Rafaela Gutiérrez Lara

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Laboratorio de Ingeniería Química
Facultad de Química

ASESOR DEL TEMA:

I.Q. María Luisa Galicia Pineda

SUSTENTANTE:

Jorge Valentín Zertuche Rodríguez

DEDICATORIAS Y AGRADECIMIENTOS

Karen A. Zertuche

Que sin ella, no se hubiera impulsado el progreso de mi familia y de mí mismo. Eres la persona más importante para mí y muy probablemente lo seas para el resto de mi vida. Te amo.

Alicia Rodríguez

La segunda de las mujeres guerreras. Gracias por darme la vida.

Ismael Rodríguez (†)

Jorge V. Zertuche I (†)

Que me enseñaron los valores del amor y la ingeniería. Honor a quien honor merece.

Alicia Durán

María O. Rodríguez

Ismael Rodríguez

Ricardo Rodríguez

Patricia Rodríguez

Raúl A. Pérez-Rojas

María de los A. Rodríguez

El resto de mi preciosa familia, quienes sin su apoyo en todo sentido no se hubiera realizado este documento.

Erik A. Ayala

Que incondicionalmente estuvo a mi lado en las buenas y las malas, y quien tendrá de mí siempre lo mejor.

Abraham B. Guzmán

Que me demostró que la lejanía no afecta a la amistad.

Carmen Chávez

Que siempre me supo levantar la moral, aún en el “botadero”. Gracias mi gran amiga.

Esteban Sánchez

Luis Apáez

Victoria Vences

Maytonce García

Alejandro Pérez

Mis compañeros de jornada, extensa jornada. Algunos vamos, otros se quedan. Pero el propósito de la vida es avanzar, adelante mis amigos.

Hugo E. Medina
Que conoce el plano material y el plano material primo. Y me mostró ambos.

José F. Zariñana
Que me dijo que la música libera el alma. Y también lo hace la ingeniería.

Fernando Baqueiro
Atzín García
Víctor Gutiérrez
Adolfo Guzmán
Que hemos fomentado una amistad más allá de cualquier juego.

Robert Johnson
Que me enseñó que la vida hay que aceptarla.

Antonio Valiente
María L. Galicia
Que me transmitieron sus conocimientos con cariño y paciencia.

Y
A todos los que no aparecen en estas líneas
Que vieron y presenciaron mi paso por la Facultad de Química. Gracias a todos ustedes.

ÍNDICE

<u>INTRODUCCIÓN</u>	1
<u>NOMENCLATURA</u>	6
<u>CAPÍTULO 1 – MARCO TEÓRICO (DESTILACIÓN MULTICOMPONENTE)</u>	8
1.01 Generalidades, 8. 1.02 De las extracciones laterales, 11. 1.03 Variables de diseño y método general de cálculo, 13. 1.04 MÉTODOS CORTOS DE CÁLCULO PARA PROBLEMAS DE DESTILACIÓN MULTICOMPONENTE, 16. 1.04.01 Ecuación de Fenske (para el número de platos ideales – caso de reflujo total), 16. 1.04.02 Ecuación de Winn y distribuciones de Underwood (para la distribución de componentes y el número de platos ideales), 17. 1.04.03 Ecuación de Shiras y método gráfico de Van Winkle–Todd (para el reflujo mínimo), 18. 1.04.04 Correlación de Gilliland (Para el reflujo de operación y el número de platos reales), 20. 1.04.05 Ecuaciones de Liddle (para el número de platos reales), 21. 1.04.06 Segunda ecuación de Fenske (para el plato de alimentación), 22. 1.04.07 Método de Kirkbride (para el plato de alimentación), 23. 1.04.08 Análisis binario equivalente de Hengstebeck (para simplificación de problemas multicomponente), 23. 1.04.09 Método gráfico de McCabe–Thiele (para el número de platos ideales, el reflujo mínimo, el reflujo de operación y el plato de alimentación – sólo para mezclas binarias ideales), 24.	
<u>CAPÍTULO 2 – MARCO TEÓRICO (CROMATOGRAFÍA DE GASES)</u>	27
2.01 Generalidades, 27. 2.02 El cromatograma, 27. 2.03 El equipo de cromatografía de gases, 29. 2.04 Fases estacionarias, 30. 2.05 Estándar interno, 31. 2.06 ALGUNAS APLICACIONES DE LA CROMATOGRAFÍA DE GASES, 32. 2.06.01 Análisis forense, 32. 2.06.02 Análisis de bebidas alcohólicas, 32.	
<u>CAPÍTULO 3 – CONOCIMIENTO DEL EQUIPO</u>	34
3.01 EQUIPO EXPERIMENTAL, 34. 3.01.01 Torre de destilación (DA – 100), 34. 3.01.02 Rehervidor (EA – 101), 35. 3.01.03 Condensador (EA – 102), 35. 3.01.04 Bomba de alimentación (BD – 100), 36. 3.01.05 Calentador de la alimentación (EA – 100), 37. 3.01.06 Divisor (DV – 100), 37. 3.01.07 Válvula de muestreo (VF – 100), 38. 3.01.08 Enfriadores de destilado y fondos (EA – 105 y EA – 104), 39. 3.01.09 Pierna barométrica (PI – 100), 39. 3.01.10 Tanque de alimentación (FB – 100), 40. 3.01.11 Tanques de destilado y fondos (FB – 102 y FB – 101), 41. 3.01.12 Red de agua de enfriamiento, 41. 3.01.13 Sistemas de medición y control, 42. 3.02 EQUIPO DE ANÁLISIS, 43. 3.02.01 Cromatógrafo de gases, 43. 3.02.02 Integrador, 44. 3.02.03 Tanques de almacenamiento de gases, 45.	

CAPÍTULO 4 – ESTABLECIMIENTO DE LA TÉCNICA DE OPERACIÓN Y DISEÑO

DEL EXPERIMENTO

47

4.01 Selección de la mezcla ternaria, 47. **4.02** Cálculo del punto de ebullición, 48. **4.03** Selección del método de análisis, 50. **4.04** Pruebas preliminares de la mezcla ternaria en el equipo experimental, 50. **4.05** Pruebas preliminares en el equipo de análisis, 51. **4.06** Establecimiento de la curva de calibración, 54. **4.07** Experimentación, 57. **4.07.01** Técnica de operación del equipo experimental, 57. **4.07.02** Técnica de operación del equipo de análisis, 59. **4.08** Resultados, 62. **4.09** Selección de variables fijas, 70. **4.10** Esquema de cálculo, 71. **4.11** Análisis de resultados, 76.

CAPÍTULO 5 – PROPUESTA DE GUIÓN EXPERIMENTAL

87

CONCLUSIONES

107

APÉNDICE – ¿EXISTEN LOS CONTROLADORES DE FLUJO... DE TIEMPO?

109

BIBLIOGRAFÍA

129

INTRODUCCIÓN

A lo largo del tiempo que se pasa como estudiante de Ingeniería Química, uno se da cuenta de que al llegar por primera vez al aula, el profesor se presenta ante el grupo, indica el temario que seguirá durante el curso, y después enseña a diseñar equipos que nunca en la vida se hubiera imaginado: reactores, secadores, redes de tuberías, torres de destilación, intercambiadores de calor, etcétera.

Para dar un caso más específico, se hablará ahora de las asignaturas de Procesos de Separación (que en otras instituciones se conocen como Operaciones de Transferencia de Masa). En asignaturas como ésta, a mitad del curso algunos estudiantes se plantean la siguiente cuestión: si se les ha enseñado a calcular torres (hablando exclusivamente de torres) que pueden llegar a medir treinta metros de altura y seis metros de diámetro, si se les ha entrenado para crear cosas tan colosales, ¿por qué el profesor siempre pregunta en el examen los conceptos teóricos involucrados en el diseño de los equipos, en lugar de preguntar directamente sobre el diseño como lo hizo en clase? ¿Por qué casi nadie explicó primero qué es lo que sucede en la superficie de una minúscula burbujita que sale del rehervidor de una columna de destilación, y que se traslada a lo largo de toda la torre?

Lo anterior depende en gran forma de la metodología seguida por el profesor con el que se inscribe para tal curso. Gracias a la libertad de cátedra, hoy se cuenta con una gran variedad de métodos de enseñanza que van desde el uso de papel milimétrico y lápices de colores hasta el uso de modernos programas de cómputo. Por otra parte, los autores de los libros; esos autores tan

famosos y rodeados de seguidores desde hace por lo menos una veintena de años, y que han sido la “guía espiritual” de varias generaciones de Ingenieros Químicos a lo largo de los tiempos; frecuentemente no hacen hincapié en los fenómenos internos (entiéndase esto como nivel microscópico), y en caso de hacerlo, resulta confuso. Lo cierto es que, famosos o no, los autores escribieron, editaron y vendieron sus libros; y fueron felices por el resto de sus vidas. Entonces el trabajo de llegar a comprender los fenómenos internos (como el comportamiento de la burbujita) recae en los lectores, los estudiantes y los profesionistas.

Dentro de la enseñanza de Procesos de Separación, se considera un tema muy especial el de destilación multicomponente. Esto es porque una de las actividades fundamentales de los Ingenieros Químicos es hallar la manera de separar las mezclas que se están produciendo o que se están recibiendo, ya que se sabe que una materia prima o un producto difícilmente se encuentra en estado puro (debido a sencillas razones financieras), en especial si se habla de industrias como la petroquímica. Así que al pensar en separaciones, sobre todo de mezclas de líquidos, inmediatamente viene a la mente la idea de destilar (o casi inmediatamente, al final depende de qué tan acostumbrado se esté a cierto proceso, y de las necesidades de éste). Y aún conociendo el concepto de la destilación, es en este momento donde salta a la vista que, en la realidad, casi nunca se efectúan separaciones binarias a nivel industrial, incluso las separaciones ternarias son muy escasas. Este es otro problema al que se enfrenta como recién egresado en el ámbito laboral, y como estudiante en el laboratorio de enseñanza, pues a pesar de que este tema se desarrolla adecuadamente dentro del aula, difícilmente existe tal práctica (o guión experimental) que trate este tema.

El propósito que se persigue con el presente trabajo es, por tanto, proponer un guión

experimental que en el futuro pueda denominarse “destilación multicomponente”, para el laboratorio correspondiente a la asignatura de Procesos de Separación II (también laboratorio de Ingeniería Química III, según el nuevo plan de estudios 2005). Este trabajo tiene dos objetivos principales:

- a) Explicar el concepto fundamental de la destilación multicomponente, de tal forma que pueda ser leído no sólo por un estudiante de Procesos de Separación, sino por cualquier persona, y lo que es más: que lo comprenda. Para llevar a cabo esto, es necesario convertir el conocimiento abstracto – y difícil – en concreto – y fácil –. Para ello, dentro de la propuesta de guión experimental será incluido en la introducción un texto que pueda explicar el fenómeno desde un punto de vista microscópico, de manera agradable y concreta.

- b) Proponer un nuevo guión experimental que permita al estudiante completar el aprendizaje de los conceptos teóricos, al descubrirlos mediante la resolución de un problema experimental. El cuestionario que el estudiante conteste deberá entonces contener una secuencia de diseño tal que lo lleve a la resolución del problema, utilizando métodos cortos.

En general, el proyecto abarca tres puntos clave: *i)* establecimiento del objetivo académico, *ii)* diseño del experimento que el alumno realizará, y *iii)* propuesta del guión experimental.

A lo largo del trabajo, en cada sección se genera toda la información necesaria para la comprensión de los puntos siguientes. En el Capítulo 1 se presenta el marco conceptual sobre

destilación multicomponente, y se lleva a cabo un repaso teórico de los diferentes métodos cortos de cálculo para el número de platos ideales, la relación de reflujo mínimo y la localización del plato de alimentación, sin considerar los métodos rigurosos o “plato por plato”, ya que éstos últimos resultan demasiado extensos como para un informe de laboratorio, en especial si no se cuenta con un programa de cómputo adecuado, según lo señala Perry:¹

“Los métodos abreviados de cálculo para la resolución aproximada de problemas de operaciones de varias etapas y multicomponentes siguen teniendo usos prácticos, aun cuando se dispone de computadoras que permiten obtener soluciones más rigurosas. Con frecuencia, los datos disponibles de equilibrio de fases y entalpía no son suficientemente precisos para justificar los prolongados métodos rigurosos. O bien, en estudios intensos de diseño y optimización, se pueden desarrollar con rapidez y en forma poco costosa muchos casos, mediante un método abreviado para definir aproximadamente las especificaciones óptimas que se pueden investigar a continuación en forma más exacta, mediante un método riguroso. Este procedimiento permite ahorrar un tiempo costoso de computadora, porque el tiempo que se requiere para un método riguroso suele sobrepasar al necesario para un método abreviado en un factor de 10 o más. Si no se dispone de una computadora, el diseñador tiene que depender exclusivamente del método abreviado, porque el tiempo que se requiere para la resolución manual por un método riguroso suele ser prohibitivo.”

El Capítulo 2 continúa con la línea de los conceptos generales, describiendo esta vez la cromatografía de gases como técnica de análisis pertinente para los experimentos realizados.

En el Capítulo 3, se efectúa una descripción precisa del equipo que el estudiante utilizará para la actividad experimental. Aquí se incluyen tanto el equipo experimental como el equipo de análisis.

Por lo general, al estudiante o profesional se le presenta un proceso en el que debe especificar el equipo requerido por medio del diseño. Dado que en este caso ya se cuenta físicamente con el equipo, lo que se hace entonces es seleccionar una mezcla multicomponente adecuada, y después establecer una técnica de operación de todo el equipo para dicha mezcla, así como el desarrollo

¹ Perry, 13-36.

adecuado para la creación del guión experimental. Esto está descrito en el Capítulo 4, donde es necesario hacer la siguiente aclaración: el equipo que manejo tiene dos columnas, una es la columna de destilación y la otra es la columna del cromatógrafo de gases, por lo que usar indistintamente el término “columna”, se presta a confusiones para el lector. Por lo tanto, a lo largo de todo el texto se utiliza el término “columna” para referirse a la columna cromatográfica, mientras que para diferenciar la columna de destilación se emplea el término “torre”.

Finalmente, dentro del Capítulo 5 (y último) se presenta la propuesta de guión experimental. El texto es presentado con diferente formato debido a que es tal y como debería aparecer en futuras ediciones del manual de prácticas correspondiente.

Existe además un apéndice, donde se relata todo lo sucedido en términos de problemática encontrada durante el desarrollo del trabajo y su solución. En otras palabras, se trata de una narración en primera persona, acerca de todo lo que se tuvo que pasar como persona y como estudiante para terminar el proyecto.

Con este trabajo se quiere lograr una aportación viable y duradera a la enseñanza experimental de la destilación multicomponente para los futuros Ingenieros Químicos.

NOMENCLATURA

A continuación se presenta un listado con todos los símbolos utilizados en las ecuaciones a lo largo del presente trabajo.

Letras

SÍMBOLO	SIGNIFICADO
A	Flujo de alimentación (la letra sola significa flujo total)
D	Flujo de destilado (la letra sola significa flujo total)
F	Flujo de fondos (la letra sola significa flujo total)
x	Fracción molar de ...
N	Número de platos (la letra sola significa número de platos ideales)
H	Entalpía molar
R	Reflujo
K	Coefficiente de distribución de ... (según la ecuación de Winn)
q	Parámetro adimensional que relaciona las entalpías de alimentación, destilado y fondos
y	Variable independiente según las ecuaciones de Liddle, que coincide con el eje de las abscisas de la gráfica de Liddle
n	Número de platos de la sección de enriquecimiento
m	Número de platos de la sección de agotamiento
V	Flujo de vapor de ...

Subíndices

SÍMBOLO	SIGNIFICADO
LK	... del clave ligero
HK	... del clave pesado
$PROM$... promedio
i	... del componente i
RS	... en la sección de rectificación
SS	... en la sección de agotamiento
$MÍN$... mínimo
REF	... de referencia
$REAL$... real

Superíndices

SÍMBOLO	SIGNIFICADO
A	... en la corriente de alimentación
D	... en la corriente de destilado
F	... en la corriente de fondos

Letras griegas

SÍMBOLO	SIGNIFICADO
α	Volatilidad relativa
β	Valor de la pendiente según la ecuación de Winn
λ	Calor latente de vaporización
\emptyset	Coefficiente de distribución según la ecuación de Underwood
θ	Constante definida según la ecuación de Winn

Las tablas llevan en su significado puntos suspensivos al inicio y al final porque, para su interpretación, se debe leer primero la letra (o letra griega) seguida de sus respectivos subíndice y superíndice. Por ejemplo, el símbolo x_{HK}^D quiere decir “fracción molar del clave pesado en la corriente de destilado”.

CAPÍTULO 1
MARCO TEÓRICO
(DESTILACIÓN MULTICOMPONENTE)

1.01 Generalidades

La destilación es el proceso donde se aprovechan las diferencias en las temperaturas de ebullición de los componentes de una mezcla líquida, con el fin de evaporar el componente más volátil. Es decir, teniendo una mezcla de líquidos cuyos puntos de ebullición son lo bastante diferentes, se puede calentar hasta que el más ligero de los componentes (el que tiene menor punto de ebullición) comience a evaporarse, y entonces se obtiene la separación.

Existen varios tipos de destilación (diferencial, continua, *flash*, criogénica, por arrastre de vapor, a presión reducida...), sin embargo, en este trabajo sólo se considera la destilación continua, donde se debe obtener el producto destilado ininterrumpidamente con ayuda de una torre de destilación, que puede ser de platos perforados, de platos con campanas de burbujeo, con «T» de destilación en cada plato, o empacada. Esto es una variable de diseño que puede ser especificada por el diseñador, y los tipos más utilizados son los platos con campanas de burbujeo y los platos perforados.

Hoy en día, las mezclas que se destilan industrialmente se han generalizado en dos grandes rubros: (a) binarias, que contienen sólo dos componentes en la corriente de alimentación, y (b)

multicomponente, que contienen más de dos componentes en la corriente de alimentación.

A continuación se muestra el esquema para un proceso de destilación binaria.

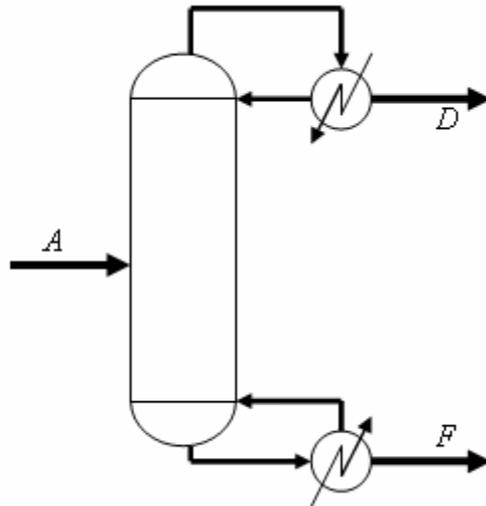


Figura 1.01. Esquema de un proceso de destilación binaria con sus corrientes principales.

Este proceso es explicado como sigue: la corriente de alimentación, que es la mezcla original que vamos a separar y que puede estar en cualquier fase, entra a la torre por una parte intermedia. Esta parte intermedia es una altura definida conocida como plato de alimentación. Una vez dentro de la torre, la mezcla de alimentación se empieza a separar gracias al calor otorgado por el rehervidor (transferencia de calor), la fracción más ligera se evapora, y este vapor va ascendiendo a través de la torre. Pero conforme el vapor asciende, la fracción más pesada de la alimentación se condensa, lo que provoca que este líquido también atraviese la torre, en sentido contrario (transferencia de masa). Dentro del rehervidor, que se encuentra en la parte inferior de la torre, el producto de fondos – es decir, la fracción más pesada que se condensó – es parcialmente evaporado y devuelto a la torre por la sección inferior. En el condensador, que se localiza en el domo, el producto destilado – la fracción más ligera que se evaporó – es

condensado parcial o totalmente, y una parte de esta corriente es devuelta en fase líquida a la torre por la parte superior, esto es, se lleva a cabo un reflujo. Finalmente, ambos productos son retirados en fase líquida, habiendo obtenido la separación deseada.

El proceso de destilación multicomponente puede ser explicado por medio del proceso esquematizado en la figura 1.02, donde se alimenta una mezcla de tres componentes llamados “1”, “2” y “3”, cuyas volatilidades están en ese mismo orden (“1” es el más ligero).

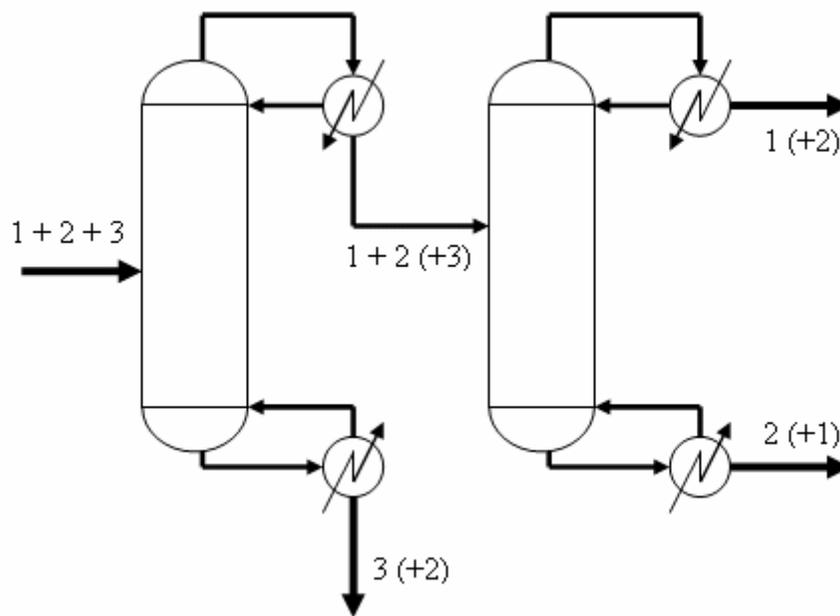


Figura 1.02. Esquema de un proceso de destilación para una mezcla ternaria.

En este proceso, a diferencia del anterior, se pueden apreciar dos torres. En la primera, se separa el componente “3” como fondo, mientras el producto destilado (conformado por “1” y “2”) se convierte en la alimentación de la segunda torre, donde se separan ambos componentes. De esta forma se obtienen los tres componentes separados. Como alternativa, se podría obtener el componente “1” en forma directa de la primera torre y después separar “2” y “3”, siendo esta

opción generalmente más económica puesto que sólo se lleva a cabo una evaporación de “1”. Al final, esto depende de las necesidades del proceso y de los costos de la separación.

Es necesario hacer hincapié en que ninguno de los productos se consigue en forma pura (obsérvense los paréntesis en la figura anterior), sino que todos contendrán necesariamente una pequeña concentración del componente adyacente (en términos de volatilidad), siendo este fenómeno aplicable a todo caso, tanto de destilación binaria como multicomponente.

1.02 De las extracciones laterales

De los dos ejemplos anteriores, resulta evidente que para una mezcla que contiene n componentes, se requieren $n-1$ torres para llevar a cabo la separación. Algunos autores sugieren que es posible diseñar una torre que, además de las corrientes de destilado y de fondos, tenga también una corriente de extracción lateral por la que se obtiene el componente intermedio en una concentración razonablemente pura.

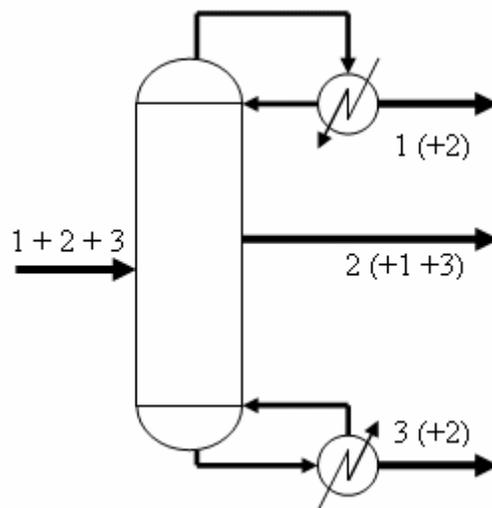


Figura 1.03. Esquema de proceso de destilación con corriente de extracción lateral.

Esta sugerencia queda descartada simplemente al analizar la figura 1.03: la corriente lateral necesariamente estará en una altura aproximada a la de la alimentación, y por lo tanto el producto intermedio será, en esencia, muy similar en concentración de los tres componentes a la alimentación,² lo que no tiene sentido desde los puntos de vista de diseño y de operación.

Esto sucede porque, como se puede ahora inferir, en la parte superior al plato de alimentación la concentración del componente ligero se va elevando, mientras la del componente pesado va disminuyendo, por ello a esta parte de la torre se le llama sección de enriquecimiento – la corriente se hace más rica en el componente ligero –. Por otro lado, en la parte inferior al plato de alimentación, la concentración del componente pesado se incrementa mientras la del componente ligero se reduce, razón por la cual a esta parte de la torre se le denomina sección de agotamiento – el componente ligero se agota –. Esto lleva a la conclusión que, de hecho, existe un gradiente de concentraciones a lo largo de la torre, y gracias a las propiedades de las mezclas, también existe un gradiente de temperaturas cuyo intervalo siempre estará entre el punto de ebullición del componente más ligero y el punto de ebullición del componente más pesado.

A nivel industrial, muy pocas veces se emplean equipos de destilación para mezclas de solamente dos componentes. En el caso de la destilación multicomponente, debemos añadir otras variables que son importantes, como es analizado a continuación.

² Treybal, 480.

1.03 Variables de diseño y método general de cálculo

La mezcla utilizada en el presente trabajo fue una mezcla ternaria. Una mezcla ternaria (o bien, que se compone de tres sustancias) es considerada multicomponente. Para diseñar adecuadamente un equipo al que se le va a alimentar una mezcla ternaria, usualmente se requieren especificar las siguientes variables:³

Tabla 1.01. Número de variables requerido para el diseño de una torre de destilación para una mezcla ternaria. Se debe recalcar que las composiciones del destilado o de los fondos se pueden obtener directamente del balance de materia, según la recuperación deseada de cada uno de los componentes clave.

VARIABLE	NÚMERO DE INCÓGNITAS
Composición de alimentación	2
Composición del destilado o de los fondos	2
Entalpía de alimentación	1
Flujo de alimentación	1
Presión de la torre	1
Relación de reflujo	1
Temperatura de reflujo	1
TOTAL	9

Típicamente, un procedimiento para diseñar una torre de destilación multicomponente comprende:

1. *Seleccionar los componentes clave.* Lo primero que se debe hacer es “marcar” dos de los componentes de la mezcla; diferenciarlos de los demás para que se pueda iniciar el cálculo sin confusiones. Se acostumbra denominar a estos dos componentes como “clave ligero” y “clave pesado”. El clave ligero es el componente más pesado (de mayor punto de ebullición) que se obtendrá en el destilado, mientras que el clave pesado resulta ser el componente más ligero (de menor punto de ebullición) que se obtendrá en el fondo. Según la escala de

³ Van Winkle, 287.

temperaturas de ebullición de cada componente, los dos componentes clave deberían ser un par cuyas temperaturas de ebullición sean adyacentes (aunque esto no es necesario), de tal forma que al momento de separar la corriente de alimentación se produzca en las otras dos corrientes: el destilado, que contendrá como componente más pesado al clave ligero, aunque con una cantidad apreciable de clave pesado; y el fondo, que contendrá como componente más ligero el clave pesado, además de una cantidad apreciable de clave ligero. Cabe destacar que esta selección se puede llevar a cabo a criterio del diseñador o puede estar basada en las necesidades del proceso.

2. *Decidir la distribución de los componentes clave.* El término “distribución” se refiere a la cantidad de cada uno de los componentes clave que aparecerá en las corrientes de destilado y de fondo en base a la corriente de alimentación, es decir, cuánto de cada componente clave que se alimenta se dirigirá al destilado y cuánto al fondo. Esto puede estar basado enteramente en las necesidades del proceso. Decidir la distribución equivale a decidir la recuperación de cada componente clave en las corrientes de destilado y de fondos.
3. *Efectuar un balance de materia.* Con ello se verifica la recuperación de cada uno de los componentes clave.
4. *Calcular el reflujo mínimo.* El reflujo mínimo está basado en las especificaciones para el grado de separación entre los componentes clave.⁴ En otras palabras, el reflujo mínimo es la cantidad mínima de destilado que debe retornar a la torre a través del domo, en relación a la cantidad del propio producto destilado. Si la torre carece de reflujo, el proceso no surte

⁴ Henley, 483.

ningún efecto en la mezcla.

5. *Establecer el reflujo de operación.* El reflujo de operación no es otra cosa que el reflujo mínimo multiplicado por algún factor. Este factor debe estar entre 105% y 150%.⁵ La importancia del reflujo de operación es que es imposible operar una torre en condiciones de reflujo mínimo ya que requeriría de un número infinito de platos.
6. *Determinar el plato de alimentación.* Este dato es requerido para saber a qué altura de la torre ingresará la corriente de alimentación, conforme a lo requerido por el proceso.

Naturalmente, el esquema general aquí presentado es sólo eso: un esquema general, ya que la mayoría de las secuencias de cálculo comienzan por ello. Sin embargo, este orden no es inflexible. Conforme un estudiante desarrolle práctica en el diseño de torres de destilación, podrá alterarlo como más le convenga. Además, siempre existen algunas situaciones en las que ni siquiera es necesario el paso (2), y otras en las que se requieren aún una serie de cálculos antes de obtener el reflujo mínimo considerado en el paso (4).

Después de seguir o no el esquema establecido, se debería continuar con la estimación del número de platos reales y de la localización final del plato de alimentación, para lo cual el diseñador debería basarse exclusivamente en métodos cortos en caso de no contar con un programa de cálculo, debido a las razones explicadas con anterioridad.

⁵ Wankat, 287.

1.04 MÉTODOS CORTOS DE CÁLCULO PARA PROBLEMAS DE DESTILACIÓN MULTICOMPONENTE

1.04.01 Ecuación de Fenske (para el número de platos ideales – caso de reflujo total)

Para calcular el número de platos ideales, el primero y más conocido de los métodos cortos es el de la ecuación de Fenske, que relaciona directamente la razón de los componentes clave con la volatilidad relativa promedio de la mezcla:

$$\left(\frac{x_{LK}^D}{x_{HK}^D} \right) = \alpha_{PROM}^{N_{MIN}} \frac{x_{LK}^F}{x_{HK}^F} \quad (1.01)$$

Como por lo regular se habla de flujos molares en lugar de fracciones mol, esta ecuación también se puede expresar en términos de un balance de materia:

$$\alpha_{PROM}^{N_{MIN}} = \frac{D_{LK}}{F_{LK}} \frac{F_{HK}}{D_{HK}} \quad (1.02)$$

Asimismo, si se desea evaluar N partiendo de la recuperación de los componentes clave en las corrientes de destilado y fondo,

$$N_{MIN} = \frac{\ln \left\{ \frac{\left(\frac{x_{LK}^D}{x_{LK}^A} \right) \left(\frac{x_{HK}^F}{x_{HK}^A} \right)}{\left[1 - \frac{x_{LK}^D}{x_{LK}^A} \right] \left[1 - \frac{x_{HK}^F}{x_{HK}^A} \right]} \right\}}{\ln \alpha_{PROM}} \quad (1.03)$$

donde la volatilidad relativa promedio de la mezcla es la volatilidad relativa promedio de los

componentes clave, evaluada a la temperatura promedio de la torre (la media aritmética entre el punto de rocío del destilado y el punto de burbuja del fondo), tomando como referencia la volatilidad relativa del clave pesado, la cual será entonces de 1.00, y por lo tanto la de los componentes más ligeros que el clave pesado será mayor de 1.00, y la de los componentes más pesados que el clave ligero será menor de 1.00. La volatilidad relativa es un factor adimensional.

La ecuación de Fenske, a pesar de entregar datos inexactos en los casos en que la volatilidad relativa varía a lo largo de la torre; ofrece la conclusión de que “el número mínimo de etapas de equilibrio depende del grado de separación de los dos componentes clave y de su volatilidad relativa, pero es independiente de la condición física de la alimentación.”⁶ En términos más simples, esto quiere decir que no importa en qué condiciones está la alimentación; si las temperaturas del destilado y de los fondos de la torre son conocidas, es posible calcular directamente el número de platos ideales.

1.04.02 Ecuación de Winn y distribuciones de Underwood (para la distribución de los componentes y el número de platos ideales)

Cuando la diferencia de temperaturas entre las corrientes de destilado y fondos sea demasiado grande y por lo tanto también las volatilidades relativas de los componentes clave; es más conveniente utilizar la ecuación planteada por Winn, que parte de una gráfica log-log de la distribución del clave ligero contra la distribución del clave pesado; donde los valores de los coeficientes de distribución se relacionan entre sí por medio de una línea recta:

⁶ Henley, 478.

$$K_{LK} = \beta(K_{HK})^\theta \quad (1.04)$$

Nuevamente, expresando esta función en términos de flujos molares:

$$\beta^N = \frac{D_{LK}}{F_{LK}} \left(\frac{F_{HK}}{D_{HK}} \right)^\theta \left(\frac{F}{D} \right)^{1-\theta} \quad (1.05)$$

La solución a esta ecuación sería hallada a prueba y error, en caso de no conocer los flujos totales del destilado y del fondo. No obstante, tiene la propiedad de converger rápidamente. También se podría usar para calcular la distribución de los componentes que no son clave, es decir, cualquier otro componente que no sea el clave ligero o el clave pesado.

Para calcular las distribuciones de los componentes clave ligero y clave pesado, se puede recurrir a la ecuación de Underwood, que asimismo funciona para encontrar el reflujo mínimo:

$$\sum_{i=1}^c \frac{\alpha_i x_i^A}{\alpha_i - \Phi_i} = 1 - q = \frac{V_{RS} - V_{SS}}{A} = \frac{V_A}{A} \quad (1.06)$$

1.04.03 Ecuación de Shiras y método gráfico de Van Winkle–Todd (para el reflujo mínimo)

El procedimiento para encontrar el reflujo mínimo por la ecuación de Underwood es muy tedioso debido a que usualmente el balance de materia no se expresa en términos de flujo de vapor. Shiras presentó un método estimativo para determinar si un componente se halla distribuido o no dentro de la mezcla:

$$\frac{D_i}{A_i} = \frac{\alpha_i - 1.0}{\alpha_{PROM} - 1.0} \frac{D_{LK}}{F_{LK}} + \frac{\alpha_{PROM} - \alpha_i}{\alpha_{PROM} - 1.0} \frac{D_{HK}}{F_{HK}} \quad (1.07)$$

Los resultados obtenidos de la ecuación de Shiras deben interpretarse como sigue: si el resultado es mayor que 1.00, el componente no estará distribuido en la sección de agotamiento y todo este componente que entra con la alimentación aparecerá en el destilado. Si el valor calculado es menor que cero, el componente no estará distribuido en la sección de rectificación y todo aquello del componente que entra en la alimentación aparecerá en el producto del fondo.⁷ Por lo tanto, si la relación es un valor entre 0.00 y 1.00, el componente estará distribuido entre las corrientes de destilado y de fondo.

Van Winkle y Todd presentaron una solución gráfica a la ecuación de Underwood, para el caso en que solamente se distribuyen los dos componentes clave.

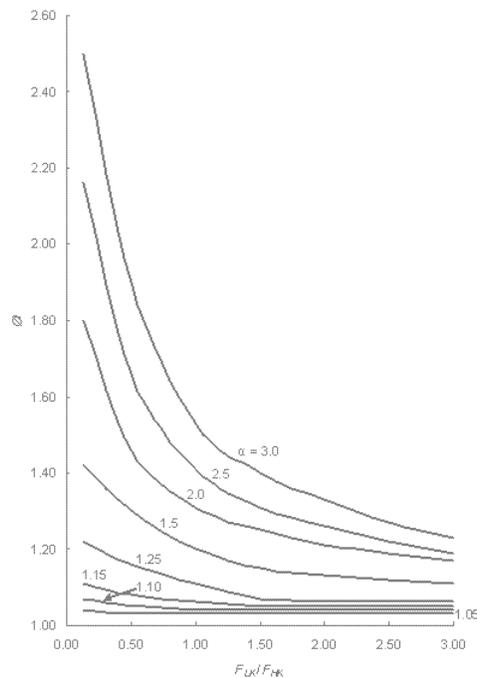


Figura 1.04. Gráfica de Van Winkle–Todd para la estimación de los coeficientes de distribución.

⁷ Hines, 362.

Se debe hacer notar que el valor obtenido de esta gráfica es el recíproco del valor real, por lo que el valor obtenido debe invertirse antes de incluirlo en el cálculo posterior. Además, el valor obtenido funciona correctamente para una mezcla binaria, para una mezcla multicomponente esto es sólo una estimación, que preferentemente debe ser corroborada por medio de cálculos. Después de haber obtenido el valor final de ϕ_i , se puede entonces llevar a cabo el balance de materia para obtener el reflujo mínimo.

1.04.04 Correlación de Gilliland (para el reflujo de operación y el número de platos reales)

Un método general para determinar el número de platos reales partiendo solamente de un valor finito de reflujo sería extremadamente útil, sin embargo aún no se ha desarrollado, ya que los resultados son individuales para cada caso.

Gilliland descubrió que se puede relacionar el número de platos reales con el reflujo de operación y el número de platos ideales con el reflujo mínimo. Una vez calculado el reflujo mínimo y el número de platos ideales, se obtiene el reflujo de operación y se utiliza la gráfica para determinar el número de platos reales.

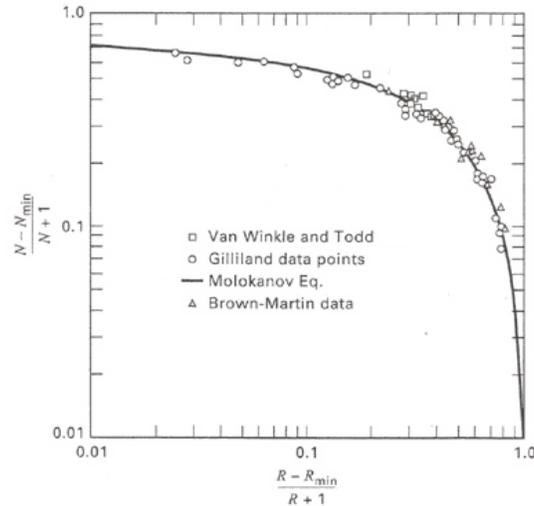


Figura 1.05. Correlación de Gilliland.

No obstante, este método funciona únicamente en casos de estimación previa, dado que su margen de error es de $\pm 30\%$.⁸

1.04.05 Ecuaciones de Liddle (para el número de platos reales)

La correlación de Gilliland también se ajusta a una ecuación. Liddle la desarrolló y la dividió en tres ecuaciones:

$$\frac{N_{REAL} - N}{N + 1} = 1.0 - 18.5715y, 0 \leq y \leq 0.01 \quad (1.08-a)$$

$$\frac{N_{REAL} - N}{N + 1} = 0.545827 - 0.591422y + \frac{0.002743}{y}, 0.01 < y < 0.90 \quad (1.08-b)$$

$$\frac{N_{REAL} - N}{N + 1} = 0.16595 - 0.16595y, 0.90 \leq y \leq 1.00 \quad (1.08-c)$$

⁸ Wankat, 288.

Para la mayoría de los casos, la ecuación (1.08-c) es apropiada. La representación de estas ecuaciones se presenta en la figura siguiente.

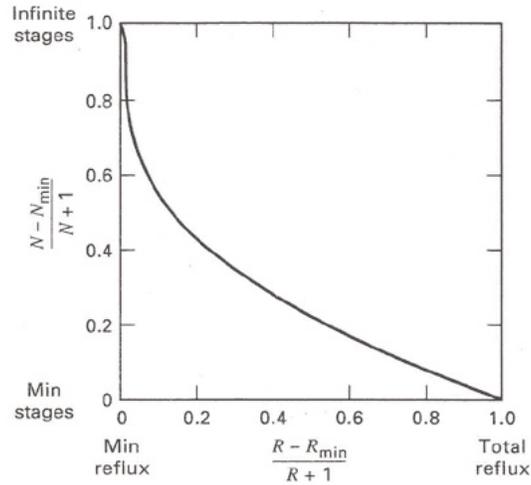


Figura 1.06. Gráfica de Liddle.

Como una regla general, se puede asumir que $N_{REAL} = 2.5N$.⁹ Esta estimación requiere entonces solamente del número de platos ideales y así se obtendrá un estimado razonable.

1.04.06 Segunda ecuación de Fenske (para el plato de alimentación)

Partiendo de la ecuación para encontrar el número de platos ideales, Fenske derivó dos ecuaciones más para hallar también el plato de alimentación:

$$\alpha^n = \frac{D_{LK}}{A_{LK}} \frac{A_{HK}}{D_{HK}} \quad (1.09-a)$$

$$\alpha^m = \frac{A_{LK}}{F_{LK}} \frac{F_{HK}}{A_{HK}} \quad (1.09-b)$$

⁹ Wankat, 289.

Nuevamente, se toma el valor de la volatilidad relativa constante a través de la torre, tomando en cuenta la temperatura promedio de ésta.

1.04.07 Método de Kirkbride (para el plato de alimentación)

Otra opción para encontrar el plato de alimentación fue presentada por Kirkbride:

$$\log \frac{n}{m} = 0.206 \log \left[\frac{F}{D} \frac{x_{HK}^A}{x_{LK}^A} \left(\frac{x_{LK}^F}{x_{HK}^D} \right)^2 \right] \quad (1.10)$$

El margen de error de la ecuación de Kirkbride en relación con las ecuaciones de Fenske es muy reducido.

1.04.08 Análisis binario equivalente de Hengstebeck (para simplificación de problemas multicomponente)

Hengstebeck sugirió que “el comportamiento de una torre de destilación multicomponente puede ser analizada en términos de una destilación binaria equivalente basada solamente en los componentes clave. Este procedimiento tiene la particularidad de proveer una representación gráfica conocida del proceso de destilación, que ayuda a entender el proceso a través de la visualización. Una destilación multicomponente puede ser tratada como una binaria, tomando en cuenta los componentes clave si los flujos y composiciones se consideran solamente como los dos componentes clave.”¹⁰

¹⁰ King, 331.

Lo anterior involucra considerar una mezcla multicomponente en términos de una mezcla binaria si se tratara el producto destilado como si toda su composición fuera únicamente el clave ligero, y a su vez, el clave pesado fuera el único componente en el fondo. Esto lleva directamente al método gráfico de McCabe–Thiele, que es descrito a continuación.

1.04.09 Método gráfico de McCabe–Thiele (para el número de platos ideales, el reflujo mínimo, el reflujo de operación y el plato de alimentación – sólo para mezclas binarias ideales)

Ya se ha dejado por sentado que, según Hengstebeck, se puede efectuar una extrapolación de una mezcla multicomponente a una mezcla binaria basándose únicamente en los dos componentes clave. Esto se explica de la manera siguiente: todos los componentes más ligeros que el clave ligero, que desde luego aparecerán siempre en la corriente de destilado, se consideran como si todo este conjunto estuviese formado únicamente por el componente clave ligero. Asimismo, todos los componentes del producto de fondo como se tratan como si la totalidad de esta corriente fuera solamente el componente clave pesado. De esta forma, se consideran dos productos virtuales, el componente clave ligero y el componente clave pesado. Para utilizar el método de McCabe–Thiele, es primordial determinar primero los componentes clave y después calcular el balance de materia conforme a los componentes virtuales, ya que este método funciona únicamente con mezclas binarias. La construcción de la gráfica es sencilla:

1. Teniendo los datos de equilibrio a la temperatura y presión de operación, se traza la curva de equilibrio.

2. Sobre la diagonal de la gráfica, son señaladas las composiciones del componente ligero en las tres corrientes, a saber: alimentación, destilado y fondos.
3. Se lleva a cabo el cálculo del parámetro q , que es otro factor adimensional que relaciona las entalpías de alimentación, del destilado y de los fondos, y debido a su valor numérico indica en qué condiciones se encuentra la alimentación (si se trata de un líquido subenfriado, si es vapor sobrecalentado, si la alimentación está en condiciones de *flash*, etcétera). El resultado obtenido implica una pendiente de recta, que se dibuja partiendo del punto de alimentación en la diagonal hasta cruzar la curva de equilibrio.
4. Se traza una nueva línea recta que pase por el punto de destilado en la diagonal y el punto donde la línea q y la curva de equilibrio se intersectan, siguiendo hasta la ordenada al origen. Esta es la línea de la sección de rectificación a número infinito de platos, y el valor arrojado por la ordenada al origen es el del reflujo mínimo.
5. Se determina el reflujo de operación, que como se mencionó antes, se encuentra en el 105~150% del reflujo mínimo. Antes de insertarlo en la gráfica, es necesario invertir el valor. Luego se localiza en el eje de las ordenadas y se efectúa el trazo, partiendo desde la nueva ordenada al origen hasta el punto de destilado en la diagonal. Esta es la línea de operación de la sección de rectificación.
6. Partiendo del punto de fondos en la diagonal, se dibuja una nueva línea que llegue al punto donde se intersectan la línea q y la línea de operación de la sección de rectificación,

logrando así la línea de operación de la sección de agotamiento. Ahora se puede observar un “triángulo” delimitado por las líneas de operación y la diagonal.

- Finalmente, comenzando por el punto de destilado en la diagonal, se comienza un trazo escalonado hacia la curva de equilibrio y de ahí hacia la línea de operación (sea cual sea de las dos), terminando en cuanto el trazo rebase el punto de fondos en la diagonal. Entonces, el número de “escalones” no es otro que el número de platos ideales, y aquel escalón que cruce la línea q será el plato de alimentación. Asimismo, si la línea rebasa el punto de fondos en la diagonal, este último “escalón” será el rehervidor.

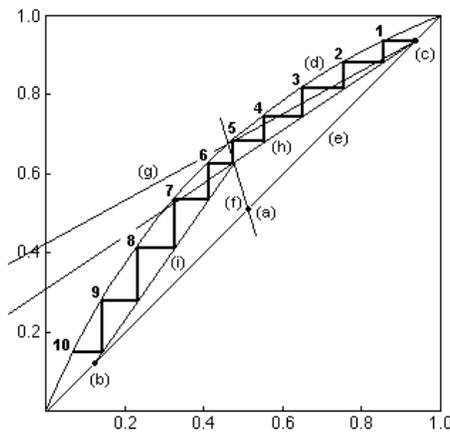


Figura 1.07. Método gráfico de McCabe–Thiele: (a) punto de alimentación, (b) punto de fondos, (c) punto de destilado, (d) curva de equilibrio, (e) diagonal, (f) línea q , (g) línea de reflujo mínimo, (h) línea de operación de la sección de rectificación, (i) línea de operación de la sección de agotamiento. En este ejemplo, el plato de alimentación es el número 5 y el plato número 10 es considerado el rehervidor (N. del A.)

CAPÍTULO 2
MARCO TEÓRICO
(CROMATOGRAFÍA DE GASES)

2.01 Generalidades

La cromatografía es un método de análisis basado en la separación de los componentes de las mezclas que se lleva a cabo entre dos fases, una de las cuales es estacionaria, mientras la otra, llamada fase móvil, fluye a través de la primera. Así, la fase móvil se encarga únicamente del transporte de la mezcla a separar, y la fase estacionaria lleva a cabo la separación.

En cromatografía de gases, la fase móvil es siempre un gas (en la mayoría de los casos nitrógeno, hidrógeno o helio) y la fase estacionaria se encuentra en el interior de una columna rellena de un polímero específico. Se trata de un método algo más delicado en comparación con otros tipos, debido a la naturaleza de la mezcla a separar.

2.02 El cromatograma

Un cromatograma es una línea que comprende una línea base y una serie de picos, como se muestra en la figura 2.01. El punto en que inicia el cromatograma corresponde al momento de la inyección (la inserción de la mezcla en la columna). El tiempo que transcurre entre el punto de inyección y el pico es llamado tiempo de retención.

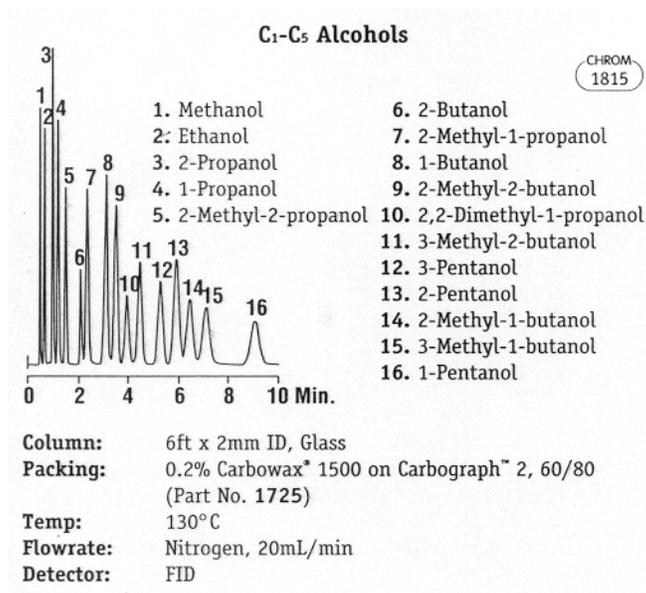


Figura 2.01. Esquema general de un cromatograma.¹¹

Para efectuar un análisis cualitativo se utiliza el tiempo de retención (cada sustancia en cuestión tiene un tiempo de retención único), y para análisis cuantitativo se utiliza el área debajo de cada uno de los picos.

¹¹ AllTech, 142.

2.03 El equipo de cromatografía de gases

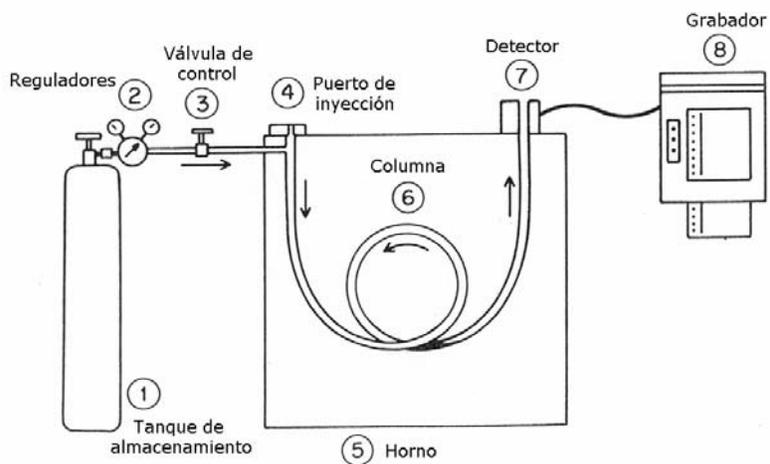


Figura 2.02. Esquema general del equipo utilizado en cromatografía de gases.

El equipo que comúnmente se utiliza en cromatografía de gases comprende:

- Los tanques de almacenamiento: contiene el gas acarreador y, en su caso, los gases que intervienen en el detector.
- Reguladores: para mantener la presión de flujo de cada uno de los gases.
- Válvula de control: para regular el flujo de los gases.
- Inyector: el lugar donde se debe introducir la muestra.
- Horno: el lugar donde se aloja la columna para mantenerla a temperatura constante.
- Columna: contiene en su interior la fase estacionaria (también llamada empaque).
- Detector: existen varios tipos de detectores. En general, el detector se encarga de recibir el analito en fase gaseosa y convertir la concentración de éste en una señal eléctrica que recibirá el grabador o integrador.

- Grabador o integrador: se encarga de representar en forma gráfica las señales eléctricas enviadas por el detector. En el caso de que el aparato (que puede ser analógico o digital, o incluso una computadora con un programa adecuado) también tenga la función de encontrar el área bajo cada uno de los picos, al aparato se le llama integrador.

2.04 Fases estacionarias

Seleccionar una fase estacionaria no es fácil, ya que se trata en realidad de una sustancia inerte recubierta de un polímero adsorbente para la mezcla a separar, ya que las fases estacionarias responden sólo a algunos grupos funcionales – la cromatografía de gases se aplica a sustancias orgánicas en su gran mayoría –. Existen catálogos, publicados por los fabricantes, que permiten una selección rápida, o el analista se puede basar en una serie de factores conocidos como constantes de McReynolds¹², que indican la manera en que cada una de las fases estacionarias se comportan cuando se les hacen pasar ciertas sustancias con grupos funcionales característicos. En otras palabras, las constantes de McReynolds indican las características de separación de cada fase estacionaria. Las constantes de McReynolds están codificadas de la siguiente forma:

Tabla 2.01. Código del índice de McReynolds.

CÓDIGO	DISOLVENTE CARÁCTERÍSTICO
X'	Benceno
Y'	1-Butanol
Z'	2-Pentanona
U'	Nitropropano
S'	Piridina

¹² Macherey-Nagel, 25.

Tabla 2.02. Constantes de McReynolds para algunos empaques, siendo A = acetona, AN = acetonitrilo, B = benceno, C = cloroformo, H = hexano, M = metanol y T = tolueno.

FASE ESTACIONARIA	DISOLVENTE	CONSTANTES DE MCREYNOLDS				
		X'	Y'	Z'	U'	S'
C ₈₇ Kovats phase	H	0	0	0	0	0
UCON LB-550-X	M	214	418	278	421	375
Silicone DC QF-1	A	144	233	355	463	305
Carbowax 20M	C	322	536	368	572	510
Silicone OV-73	T	40	86	76	114	85

2.05 Estándar interno

El estándar interno es un método de calibración para equipos de cromatografía de gases, el cual es muy útil en casos en los que el análisis no es fácil de reproducir o no se requiera recalibrar constantemente. El método tampoco requiere de tamaños de muestra exactos o demasiado consistentes puesto que las concentraciones ya están dadas; por esta razón, es ideal para inyecciones manuales.¹³

El estándar es una sustancia que se añade a la mezcla a analizar, sin embargo:

- No debe ser uno de los componentes de la mezcla.
- El pico que forme en el cromatograma no debe traslaparse con los de los analitos, y debe estar bien separado.
- Debe tener un tiempo de retención cercano al de los analitos.
- Debe ser químicamente similar a los analitos y no debe ser un reactivo para ninguno de ellos.
- Debe estar disponible en alta pureza.

¹³ McNair, 138.

2.06 ALGUNAS APLICACIONES DE LA CROMATOGRAFÍA DE GASES

2.06.01 Análisis forense

Un ejemplo de aplicaciones en las que se utiliza la cromatografía de gases como método de análisis cuantitativo es la determinación forense de alcohol en la sangre o la orina. Este método se utiliza particularmente en los accidentes automovilísticos. La técnica elimina la utilización de una columna previa o el reempacado de la columna principal, ya que sólo se inyectan componentes volátiles.

La muestra de sangre (o de orina) se homogeniza y se toma una alícuota que se disuelve en una disolución acuosa de un estándar interno (*n*-propanol o isopropanol). Para calibrar el equipo, se utilizan disoluciones acuosas conocidas de etanol (80mg/10mL y 200mg/10mL). Las muestras a analizar se dejan estabilizar durante diez minutos a 40°C, y posteriormente se inyectan en una columna de de empaque polar como PEG400 o Porapak Q.

2.06.02 Análisis de bebidas alcohólicas

El control de calidad de la cerveza y otras bebidas alcohólicas puede ser estrechamente vigilado por medio de cromatografía de gases para determinar el índice de etanol y las relaciones entre las cantidades de combustibles fósiles y alcoholes superiores (*n*-propanol, isopropanol, *n*-butanol, 2-metil y 3-metilbutan-1-ol), ésteres (acetato de etilo), acetaldehído, etcétera. Para ello se utiliza una columna de Carbowax 20M. Con esta técnica también se pueden determinar las cantidades

de saborizantes aromáticos y componentes traza en las bebidas. De esta forma pueden ser analizados también algunos alimentos y bebidas suaves.

CAPÍTULO 3

CONOCIMIENTO DEL EQUIPO

3.01 EQUIPO EXPERIMENTAL

El equipo experimental está comprendido por la torre de destilación y todos sus accesorios, los cuales se detallan a continuación.

3.01.01 Torre de destilación (DA – 100, según el diagrama de flujo de proceso)

El equipo de destilación del cual se hizo uso en el presente trabajo es una torre de destilación de vidrio DN50 marca Pignat, que consta de un total de 15 platos con campanas de burbujeo (una por cada plato), dando un total de 900mm de altura en tres secciones diferentes denominadas “PLATOS 1”, “PLATOS 2” y “PLATOS 3”. El material de construcción de los platos y de las campanas también es vidrio DN50. Cada una de las tres secciones cuenta con un aislamiento tipo *multiknit* de acero inoxidable 316L rellena de fibra de vidrio.

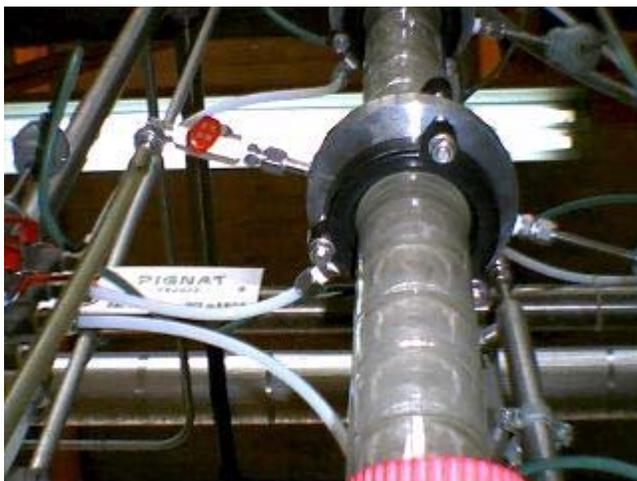


Figura 3.01. Torre de destilación (en esta imagen no se muestran los aislamientos).

3.01.02 Rehervidor (EA – 101)

En la parte baja de la torre, existe un recipiente hervidor de la mezcla, manufacturado en vidrio DN200/50, en cuyo interior hay una resistencia de acero inoxidable de 2kW de potencia a 220V. El rehervidor tiene una capacidad de 6L y cuenta con un escape de seguridad para evitar sobrecargas, una válvula de paro para destilado en continuo, así como la tubería de abastecimiento de acero inoxidable 316L. Incluye un tapón roscable de dos pulgadas de diámetro construido de politetrafluoroetileno (PTFE). La brida inferior es de acero inoxidable 316L.



Figura 3.02. Rehervidor.

3.01.03 Condensador (EA – 102)

Más allá del domo de la torre, hay un condensador de destilado tipo doble tubo, también construido en vidrio DN50 en su pared externa y acero inoxidable 316L en la parte interior, con una capacidad externa de 0.5L. Para enfriamiento utiliza agua de la red de servicio. Este condensador es 2:1, es decir, habrá un solo paso de vapores a lo largo del condensador mientras el agua de enfriamiento efectúa dos recorridos.



Figura 3.03. Condensador.

3.01.04 Bomba de alimentación (BD – 100)

Para alimentar la mezcla, el sistema cuenta con una bomba de pulsaciones construida de PTFE, cuyo gasto de diseño es de 16L/h, con motor eléctrico de una fase a 220V y 50Hz. Esta bomba tiene dos parámetros de bombeo: una perilla que controla el llenado del émbolo y un *display* que determina el número de pulsaciones por minuto.



Figura 3.04. Bomba de alimentación.

3.01.05 Precalentador de la alimentación (EA – 100)

Antes de que la alimentación ingrese a la torre, pasa por un calentador eléctrico de 300W de potencia enchaquetado con fibra de vidrio y recubierto de acero inoxidable 316L. La entrada de este equipo proviene directamente de la bomba de alimentación. En la salida de este equipo es posible dirigir la alimentación a tres regiones diferentes: “PLATOS 1”, “PLATOS 2”, “PLATOS 3” y toma de muestras.



Figura 3.05. Precalentador de la alimentación.

3.01.06 Divisor (DV – 100)

El divisor es el aparato encargado de dividir las corrientes de reflujo y de destilado después de pasar por el condensador. Está construido en vidrio DN50 y el mecanismo es de tipo magnético automatizado, controlado electrónicamente y de programación manual.

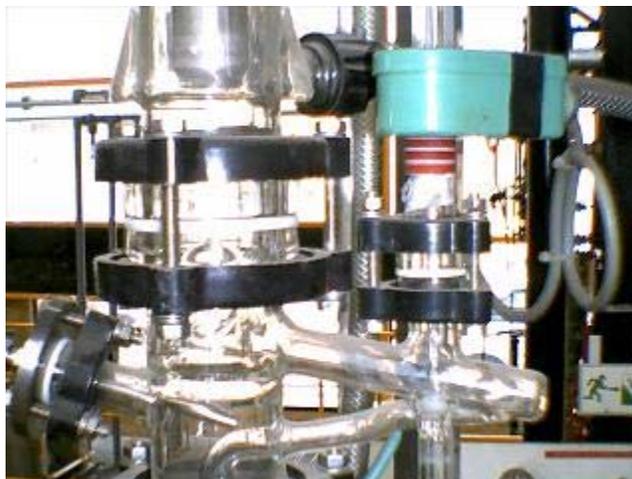


Figura 3.06. Divisor.

3.01.07 Válvula de muestreo (VF – 100)

Antes de ingresar al enfriador de destilado, existe una válvula de dos salidas mediante la cual podemos tomar muestras para ser analizadas. Esta válvula está construida de acero inoxidable y la llave es de PTFE.



Figura 3.07. Válvula de muestreo de destilado.

3.01.08 Enfriadores de destilado y fondos (EA – 105 y EA – 104)

Al final del proceso hallamos dos intercambiadores de calor idénticos al condensador (2:1, fabricados en vidrio DN50 en la pared externa y acero inoxidable 316L en la pared interna), útiles para enfriar las corrientes de destilado y de fondos.



Figura 3.08. Enfriadores de destilado y fondos.

3.01.09 Pierna barométrica (PI – 100)

La torre de destilación opera a la presión atmosférica. Para mantener este estado, necesitamos una pierna barométrica, que se encuentra en forma de un manómetro diferencial de vidrio de media pulgada de diámetro, uno de cuyos extremos está unido a la sección “PLATOS 1”.



Figura 3.09. Pierna barométrica.

3.01.10 Tanque de alimentación (FB – 100)

Se trata de un recipiente de 20L de capacidad, construido en PVC. Se utiliza para almacenar la alimentación.



Figura 3.10. Tanque de alimentación.

3.01.11. Tanques de destilado y fondos (FB – 102 y FB – 101)

Los tanques de destilado y fondos son del mismo material de construcción que el mencionado anteriormente, cada uno de 10L de capacidad.



Figura 3.11. Tanques de destilado y fondos.

3.01.12 Red de agua de enfriamiento

Alrededor del proceso en su conjunto, existe una red de agua de enfriamiento que atraviesa únicamente el condensador y los enfriadores de destilado y fondos. Para controlar el flujo de agua de enfriamiento, también existe una válvula de globo de media pulgada de diámetro que lleva directamente a un distribuidor construido de acero inoxidable. El distribuidor se encarga a su vez de llevar el agua de enfriamiento a los diferentes intercambiadores de calor. Para medir la cantidad utilizada de agua de enfriamiento también hay un rotámetro de PTFE con rango de 0~400L/h.



Figura. 3.12. Distribuidor de la red de agua de enfriamiento.

3.01.13 Sistemas de medición y control

Para llevar a cabo una medición y un control adecuado de todo lo que sucede en la torre, se cuenta con un sistema automatizado de medición y control, que incluye:

- Un medidor/controlador de temperatura localizado en el precalentador de alimentación.
- Un medidor de temperatura localizado en el rehervidor.
- Un reóstato localizado en el rehervidor.
- Un medidor de temperatura localizado en “PLATOS 1”.
- Un medidor de temperatura localizado en “PLATOS 2”.
- Un medidor de temperatura localizado en “PLATOS 3”.
- Un medidor de temperatura localizado en la entrada del condensador.
- Un medidor de temperatura localizado en la salida del condensador.
- Un temporizador localizado en el mecanismo del divisor.

- Un interruptor ON/OFF para la bomba de alimentación.
- Un interruptor ON/OFF para el rehervidor.
- Un interruptor ON/OFF para el calentador de la alimentación.
- Un interruptor OFF de emergencia para paro general.



Figura 3.13. Banco de medición y control.

3.02 EQUIPO DE ANÁLISIS

Por otro lado, el equipo de análisis comprende un cromatógrafo de gases y un integrador.

3.02.01 Cromatógrafo de gases

El cromatógrafo de gases es un equipo que nos permite obtener cuantitativamente las proporciones en que se encuentra una determinada mezcla de gases. En este trabajo utilizaremos un cromatógrafo de gases de ionización de flama, marca GOW-MAC Instrument Co., modelo 580-21.5.

El cromatógrafo incluye un interruptor para el ventilador del horno donde se sujeta la columna, perillas de calibración de señal y rotámetros para medir el flujo de los gases.

Los gases con los que opera el cromatógrafo son nitrógeno (acarreador), hidrógeno (para ionizar la flama) y aire (para mantener el hidrógeno en el rango de concentraciones correcto para inflamación).

Este aparato funciona gracias a una columna cromatográfica por la cual atraviesa la mezcla gaseosa, convirtiendo la concentración en una señal eléctrica que después es interpretada por el integrador.



Figura 3.14. Cromatógrafo de gases.

3.02.02 Integrador

La señal eléctrica enviada como respuesta por el detector del cromatógrafo de gases es recibida por el integrador para su interpretación. En términos generales, se le denomina integrador porque la señal la convierte en un trazo en forma de picos a los que después calcula el área bajo la curva,

y dado que calcular el área bajo la curva es el principio fundamental del cálculo integral, al equipo se le llama integrador.

El integrador utilizado durante la experimentación es similar a una máquina de escribir eléctrica y se alimenta con papel tipo *banner* (el tipo de papel donde todas las hojas están unidas y avanzan gracias a una serie de agujeros a los lados). También cuenta con la opción de programar y guardar en su propio disco duro una curva de calibración, así como todos los parámetros de corrida que se deseen. También puede operar en conjunción con una computadora tipo PC.

El integrador es de marca Hewlett-Packard, modelo HP3395, salido al mercado en el año de 1995.



Figura 3.15. Integrador.

3.02.03 Tanques de almacenamiento de gases

Una parte fundamental del cromatógrafo de gases es el almacenamiento de los gases acarreador y los utilizados para el detector. Físicamente, se trata de un juego de tres tanques que contienen los

gases: aire, nitrógeno, hidrógeno, en ese mismo orden (el tanque de hidrógeno es el más pequeño). Los tanques de alimentación incluyen, cada uno de ellos, un regulador de presión y una válvula de control.



Figura 3.16. Válvulas de control y reguladores de presión de los tanques de alimentación del cromatógrafo.

CAPÍTULO 4

ESTABLECIMIENTO DE LA TÉCNICA DE OPERACIÓN Y DISEÑO DEL EXPERIMENTO

4.01 Selección de la mezcla ternaria

Una vez conocido el equipo y su operación, era hora de definir la mezcla que se debería utilizar para el desarrollo del tema. Debía ser una mezcla lo más cercana posible a una ideal, es decir, las tres sustancias deben ser miscibles entre sí, no deben generar calor de mezclado y no deben formar puntos de azeotropía.

En un principio se pensó en una mezcla de etanol, monoetilenglicol (MEG) y agua, gracias a que son tres sustancias de uso común dentro de los diferentes cursos tomados a lo largo de la carrera. El etanol es un alcohol primario cuyos fines principales son la producción de bebidas alcohólicas y la fabricación de material de curación. El MEG es el componente principal en los anticongelantes para automóvil. El agua a utilizar sería, por supuesto, destilada. Sin embargo, los puntos de ebullición de las tres sustancias están demasiado separados, además de que la mezcla etanol/agua forma un punto de azeotropía correspondiente a una concentración de 96% en volumen de etanol.

Por lo tanto, lo más conveniente era que las tres sustancias fueran “parecidas”, esto es, que al menos tengan los mismos grupos funcionales; de preferencia que fueran de la misma familia.

Después de considerar varias opciones, finalmente se hallaron dos mezclas viables para los objetivos del trabajo: una mezcla de benceno–tolueno–xileno, con lo que, además de obtener una mezcla ideal, se estaría realizando una famosa operación conocida como “unidad BTX”, y una mezcla de metanol, etanol absoluto y 1-butanol. Los últimos parámetros a ponderar para esta decisión fueron la información de toxicidad de cada una de las seis sustancias; así como su disponibilidad inmediata en lo que se refiere a los recursos del Laboratorio de Ingeniería Química. De esta forma, se decidió desarrollar el proyecto usando la mezcla de alcoholes.

4.02 Cálculo del punto de ebullición

Antes de meter la mezcla a la torre, se consideró lo más correcto (en cuanto a seguridad) hacer una estimación de las temperaturas de ebullición de cada uno de los tres alcoholes. Para ello se utilizó la ecuación de Antoine,

$$\ln P^{\circ} = A - \frac{B}{T + C} \quad (4.01)$$

donde P° es la presión de vapor para el compuesto puro, T es la temperatura y A , B y C son las llamadas constantes de Antoine,¹⁴ que se muestran a continuación:

Tabla 4.01. Constantes de Antoine para los alcoholes utilizados. Las unidades de la ecuación de Antoine son kPa y K, respectivamente. Para efectuar un cálculo correcto, las constantes deben respetar estas unidades.

SUSTANCIA	CONSTANTES DE ANTOINE		
	A	B	C
Metanol	16.4948	3593.39	-35.2249
Etanol	16.1952	3423.53	-55.7152
1-Butanol	14.6961	2902.96	-102.9116

¹⁴ Reklaitis, 620-621.

Desde luego, lo que se necesita obtener es la temperatura de ebullición. Dado que se conoce la presión atmosférica en el Laboratorio de Ingeniería Química (y recordando que el punto de ebullición está definido como la temperatura a la que la presión de vapor de una sustancia se iguala a la presión atmosférica), se realizó el siguiente despeje:

$$\ln P^{\circ} - A = -\frac{B}{T + C}$$

$$-(\ln P^{\circ} - A) = \frac{B}{T + C}$$

$$A - \ln P^{\circ} = \frac{B}{T + C}$$

$$(T + C)(A - \ln P^{\circ}) = B$$

$$TA - T \ln P^{\circ} + CA - C \ln P = B$$

$$T(A - \ln P^{\circ}) = B + C \ln P^{\circ} - CA$$

$$T(A - \ln P^{\circ}) = B + C(\ln P^{\circ} - A)$$

$$T = \frac{B + C(\ln P^{\circ} - A)}{A - \ln P^{\circ}} \quad (4.02)$$

La ecuación 4.02 fue la utilizada para obtener las temperaturas de ebullición teóricas:

Tabla 4.02. Temperaturas de ebullición teóricas para cada uno de los tres alcoholes utilizados en el experimento. El significado de esta tabla es que la mezcla debería hervir entre 58.14°C y 110.54°C.

SUSTANCIA	TEMPERATURA DE EBULLICIÓN, °C
Metanol	58.14
Etanol	71.77
1-Butanol	110.54

4.03 Selección del método de análisis

El reto principal del trabajo fue, de hecho, el análisis de las muestras que pueda arrojar el experimento.

Como se sugiere en el Capítulo 2, el método de análisis más correcto para una mezcla ternaria es por medio de cromatografía de gases. Los factores que llevaron a tomar esta decisión fueron: (i) la disponibilidad del equipo y (ii) los conocimientos acerca del tema hasta ese momento.

4.04 Pruebas preliminares de la mezcla ternaria en el equipo experimental

Después de tener las temperaturas de ebullición teóricas, se prepararon cinco litros de una mezcla equimolar de metanol, etanol¹⁵ y 1-butanol y se vertieron dentro de rehervidor. Se cerró la tapa y se colocó el reóstato del rehervidor en el punto 2.5 – este controlador no cuenta con unidades –, programando el divisor en el modo de reflujo total. Después de esperar aproximadamente treinta minutos, la mezcla finalmente comenzó a hervir. Poco a poco los vapores de la mezcla fueron ascendiendo a través de las diferentes secciones, mientras los termopares de cada una de las secciones fueron registrando entre 58.5°C y 110°C, por lo que se asumieron las predicciones hechas en la tabla 4.02 como correctas.

¹⁵ En todo momento debe entenderse como etanol absoluto. (N. del A.)

4.05 Pruebas preliminares en el equipo de análisis

Una vez comprobado el comportamiento de la mezcla ternaria en el equipo experimental, se procedió a probarla también en el equipo de análisis (el par cromatógrafo/integrador).

Lo primero que se tuvo que hacer es hablar con un proveedor de equipos para cromatografía con el fin de conseguir una columna que se adapte a las necesidades del trabajo. Al final, gracias al presupuesto disponible en el Laboratorio de Ingeniería Química, se consiguió una columna empacada cuya placa de identificación es:

ALL TECH
2.0% CBWX 1500 01
CARBOGRAPH 1 80/120
7'×1/8"×0.085" SS
SERIAL # 2430-24561
PART # C-5000
MAOT 175C

Figura 4.01. Representación de la placa de especificaciones de la columna empacada utilizada.

Antes de comenzar a utilizar la columna en forma, fue limpiada haciéndole pasar gas acarreador (nitrógeno) a una temperatura de 120°C durante 24 horas, esto con el fin de eliminar toda posible impureza que diera lugar a un entorpecimiento de los análisis posteriores.

Una vez que la columna estuvo libre de impurezas, se analizó cada uno de los componentes de la mezcla ternaria por separado. Para ello se utilizó una microjeringa de 10µL marca Hamilton tomando como volumen de muestra 0.5µL, se inyectó en el *septum* del cromatógrafo,

presionando la tecla [START] en el integrador al mismo tiempo de la inyección, y esperando a que el integrador termine de analizar la muestra.

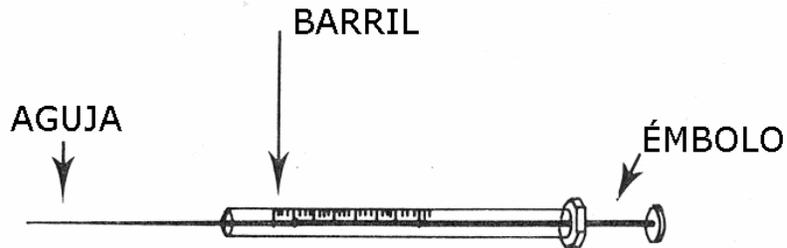


Figura 4.02. Esquema de una microjeringa del tipo utilizado durante los experimentos.

Posteriormente se fueron ajustando poco a poco cada uno de los parámetros configurados en los experimentos definitivos tanto en el cromatógrafo como en el integrador, que son:

En el cromatógrafo:

- La temperatura de la columna.
- La temperatura del detector.
- La temperatura del inyector.

En el integrador:

- La línea base «ZERO» (la altura a la que hace el trazo cuando no se registra ninguna señal).

- La atenuación «ATT 2^» (la escala a la que se muestran los picos, sirve para evitar que el pico sobrepase el margen del papel y aparezca “cortado”).
- La velocidad del trazo «CHT SP» (para ahorro de papel, indica la velocidad a la que se traslada la hoja).
- La eliminación de área «AR REJ» (para que el integrador “discrimine” aquellas impurezas que pueda contener la muestra).
- La señal umbral «THRSH» (que determina la intensidad de señal mínima para que el integrador considere que se trata de un componente de la muestra).
- El ancho de banda « PK WD» (ya que el integrador es multifuncional – funciona para toda clase de cromatógrafos –, se debe especificar este número para indicarle que se trata de un cromatógrafo de gases y que, por lo tanto, las cantidades de muestra son del orden de microgramos).

Los resultados de estos análisis preliminares son:

Tabla 4.03. Tiempos de retención de cada uno de los tres componentes analizados. El tiempo de retención es el tiempo que tarda cada uno de los componentes en atravesar la columna, desde el momento de la inyección hasta el momento que sale de la columna y es interceptado por el detector (N. del A.).

SUSTANCIA	TIEMPO DE RETENCIÓN (APROXIMADO), min
Metanol	0.820
Etanol	1.260
1-Butanol	7.350

Una vez que cada uno de los componentes de la mezcla ternaria fue analizado correctamente por el equipo en conjunto, se procedió con el establecimiento de la curva de calibración y posteriormente con el resto del experimento.

4.06 Establecimiento de la curva de calibración

El cromatógrafo de gases usado durante el trabajo es un aparato que, si se desea, se puede dejar operando ininterrumpidamente. Sin embargo, el equipo que realmente lleva a cabo el análisis es el integrador, ya que éste es el que interpreta los datos provenientes del cromatógrafo y da los resultados reales del análisis. Por lo tanto, se debía establecer una curva de calibración para el integrador, que desde luego, fuera exclusiva para la mezcla ternaria en cuestión.

Existen varios métodos de calibrar un aparato de esta clase, a saber:

- Porcentaje de área.
- Porcentaje en altura.
- Normalización.
- Estandarización externa (ESTD).
- Estandarización interna (ISTD).

De entre los cuales escogí el ISTD, cuya razón es explicada a continuación.

El método de porcentaje de área es el que utiliza el integrador como predeterminado, en este caso lo que hace el aparato es calcular el área bajo todas las curvas, calcular el área bajo cada una de ellas y después efectuar la división aritmética para determinar la concentración de cada uno de los componentes. El método de porcentaje de altura es exactamente igual, salvo la única diferencia de que se basa en la altura del pico trazado en lugar de su área. Pudo haber sido

utilizado este método, sin embargo se requeriría de una serie de cálculos (entre ellos una regresión lineal) para determinar las concentraciones en por ciento en mol a partir del porcentaje de área o altura; estos cálculos son usualmente muy extensos y “demasiado exclusivos” teniendo que realizar dicha serie de cálculos incluso para cada una de las muestras.

El método de normalización incluye trazar una gráfica que relacione la respuesta del detector (parte interna del cromatógrafo) ante la cantidad de muestra que se inyecta. Es decir, mientras mayor cantidad de muestra se inyecte, el detector emitirá una mayor intensidad en la señal eléctrica que envía al integrador. Este método es, por lo regular, sencillo, sin embargo la respuesta del detector de ionización de flama incluido en el cromatógrafo es, por definición, lineal. Haber llevado a cabo la calibración bajo este método hubiera significado una pérdida de tiempo, ya que se podría hacer partiendo de cualquiera de los dos métodos mencionados arriba.

El método de estandarización externa (ESTD) debe incluir una sustancia que no tenga ninguna relación con cualquiera de los componentes de la muestra, en otras palabras, debe ser de naturaleza diferente. El problema de elegir este método para calibrar el integrador radica en que la columna sólo es capaz de detectar alcoholes, no así el agua que se podría haber utilizado. Por ello este método quedó descartado.

Para efectuar la calibración bajo el método de estandarización interna (ISTD), se necesitaba de una sustancia que:

- Esté disponible en pureza conocida (y, de preferencia, alta).

- Sea estable al momento del análisis.
- No reaccione con ninguno de los demás componentes.
- Se pueda analizar correctamente, resultando en un pico bien definido.
- Tenga un tiempo de retención diferente de cualquiera de los demás componentes.
- Sea miscible con el resto de la muestra.

Para elegir la sustancia más adecuada que funcione como estándar, se recurrió a una de las situaciones más comunes en las que el método se utiliza con frecuencia: muertes causadas por accidentes automovilísticos relacionadas con el consumo de bebidas alcohólicas. La razón es simple: el médico forense debe hacer pasar una muestra de sangre por un cromatógrafo de gases, y el estándar que utiliza más comúnmente es isopropanol (*i*-PrOH). Esto más que una decisión formal fue un golpe de suerte, ya que además de cumplir con todo lo mencionado arriba, se trataba (en parte) del alcohol que se había dejado de lado al momento de elegir la mezcla ternaria.

Lo que se hizo después de esto era producir una serie de mezclas de diferentes concentraciones de MeOH, EtOH y 1-BuOH en *i*-PrOH de tal forma que los tres primeros fueran tratados como “impurezas” del último ya que, a pesar de la gran linealidad que ofrece un detector de ionización de flama, éste puede perder su propiedad más allá de un 2% en volumen. La serie de mezclas utilizadas para la creación de la curva de calibración fueron:

Tabla 4.04. Cantidades añadidas de cada componente de la mezcla ternaria (incluyendo el estándar interno), utilizadas en la serie de disoluciones.

DISOLUCIÓN	MeOH, μL	EtOH, μL	1-BuOH, μL	<i>i</i>-PrOH, mL
1	10	10	10	2
2	50	50	50	2
3	100	100	100	2
4	200	200	200	2

A partir de los datos arrojados, se programó la curva de calibración, que se conserva dentro de la memoria interna del integrador; y que por lo tanto no es necesario trazar; ya que teniendo la curva de calibración programada, el integrador devuelve todos los resultados en unidades de microgramos en lugar de expresarlos en porcentajes de área.

4.07 Experimentación

Teniendo ya una técnica de operación definida para el equipo experimental, así como la forma de analizar las muestras cuantitativamente, se prepararon veinticinco litros de una disolución de 20% metanol, 60% etanol y 20% 1-butanol (en volumen), con esta mezcla se llenó el tanque de alimentación, y finalmente fueron llevados a cabo los experimentos conservando el siguiente orden:

4.07.01 Técnica de operación del equipo experimental

1. Se accionaron los interruptores de corriente eléctrica y se encendió la torre.
2. Se abrió la red de agua de enfriamiento a un flujo de 40L/h.

3. Se encendió la bomba de alimentación y se llenó el rehervidor al nivel establecido para cubrir completamente la resistencia, utilizando una relación 120/100 (es decir, 120 pulsaciones por minuto a un llenado de émbolo de 100%).
4. Una vez lleno el rehervidor con la mezcla ternaria (se observa el escape de mezcla hacia el enfriador de fondos), se paró la bomba.
5. Se encendió la resistencia del rehervidor y se esperó hasta que los vapores alcanzaran el domo de la torre, lo cual es fácil de observar gracias al disparo que se produce en cada uno de los termopares. Esto se llevó a cabo con la torre operando a reflujo total.
6. Se esperaron aproximadamente diez minutos a que la torre alcance el régimen permanente en reflujo total, verificando mediante inspección visual que no haya platos secos y que las temperaturas registradas en los termopares fueran estables.
7. Se programaron los relojes del temporizador de reflujo con una relación 1:1.
8. Se inició la alimentación a la torre por medio de la bomba, usando una relación 50/50.
9. Se encendió el precalentador de alimentación, alineando la salida de éste con la parte más baja de la torre (la alimentación se situó directamente en la boca del rehervidor).
10. Se hizo girar el selector de reflujo a la posición «PARO».
11. Se esperó durante aproximadamente treinta minutos a que el equipo alcanzara régimen permanente.
12. Una vez transcurrido el tiempo necesario para alcanzar régimen permanente, se tomaron muestras de aproximadamente 1mL del tanque de alimentación y de las salidas de los enfriadores de destilado y fondos.
13. Se tomó registro del flujo total de destilado y fondos utilizando un cronómetro en conjunto con la graduación de cada uno de los enfriadores.

14. Una vez analizadas correctamente las tres muestras, se procedió a apagar el equipo en su totalidad:

- Apagando las resistencias del rehervidor y del calentador de la alimentación.
- Parando la bomba.
- Colocando la torre nuevamente en reflujo total.
- Esperando hasta que dejara de salir producto destilado y de fondos, y vaciando los tanques de destilado y fondos de regreso al tanque de alimentación, agitando este último para homogeneizar nuevamente la mezcla. Para evitar accidentes, se dejaron abiertas las válvulas de salida de los enfriadores.
- Cuando la temperatura registrada en el rehervidor fue lo suficientemente baja para evitar riesgos (aproximadamente 60°C), se apagó la torre, manteniendo lleno el rehervidor.

15. Cuando la temperatura registrada en el rehervidor fue lo suficientemente baja para evitar riesgos (aproximadamente 60°C), se apagó la torre, manteniendo lleno el rehervidor.

16. Se apagaron los interruptores de corriente eléctrica.

4.07.02 Técnica de operación del equipo de análisis

1. Se conectó el regulador y se encendió.
2. Para el cromatógrafo,
 - a) Se encendió el interruptor.
 - b) Se colocaron los reguladores de presión de todos los tanques a 40psi.

- c) Se programaron las temperaturas de la columna, del inyector y del detector a 130°C.
- d) Se ajustaron los flujos de los gases:
 - Nitrógeno, 30mL/min.
 - Hidrógeno, 70mL/min.
 - Aire, 300mL/min.

3. Para el integrador,

- a) Se encendió el interruptor.
- b) Una vez que el aparato se hubo restablecido, se cargó la curva de calibración en la memoria interna mediante el comando LOAD M:ALCOHOL.CAL [ENTER].
- c) Se realizó una verificación de los parámetros de corrida presionando la serie de teclas [LIST] [LIST], a saber:
 - ZERO = 0
 - ATT 2[^] = 3
 - CHT SP = 0.5
 - AR REJ = 0
 - THRSH = 2
 - PK WD = 0.04

4. Una vez que las temperaturas del cromatógrafo alcanzaron 130°C, se encendió el detector de ionización de flama, se verificó el correcto encendido colocando un espejo por el lado izquierdo del cromatógrafo (si éste se empaña, significa que el detector encendió correctamente) y enseguida se manipularon las perillas de calibración de dicho aparato

(para disminuir el valor, se ajustan las perillas en el sentido de las manecillas del reloj), hasta obtener en el integrador, presionando [LIST] [ZERO]:

$$\text{ZERO} = 0, 0.000$$

5. Para determinar las muestras tomadas del tanque de alimentación y de los enfriadores de destilado y fondos, de cada una de ellas se tomaron alícuotas de 0.05mL y se disolvieron en 2mL de isopropanol.
6. Con ayuda de una microjeringa Hamilton de 10 μ L, se inyectaron en orden alfabético (alimentación, destilado, fondos), 0.5 μ L de las disoluciones preparadas en el punto anterior a través del *septum* del cromatógrafo, arrancando al mismo tiempo el integrador presionando la tecla [START].
7. Una vez analizadas correctamente las tres muestras, se procedió a apagar el equipo en su totalidad:
 - Apagando el integrador.
 - Apagando el sistema de calentamiento del cromatógrafo y levantando la tapa del horno para acelerar el enfriado.
 - Cerrando la válvula de salida del tanque de hidrógeno, manteniendo abiertos la válvula de control, el regulador de presión y el rotámetro, con el fin de purgar la línea. Cuando ambos manómetros del regulador de presión marcaron cero, se cerró el regulador de presión, la válvula de control y el rotámetro, en ese orden. Posteriormente, se repitió este mismo paso con el tanque de aire.
 - Una vez que la columna del cromatógrafo alcanzó una temperatura de 40°C o menos, se repitió el paso anterior con el tanque de nitrógeno y se cerró la tapa del horno.

4.08 Resultados

Del experimento del apartado anterior, se llevaron a cabo cuatro corridas, registrando en cada caso además la temperatura en cada uno de los puntos donde se localizan los termopares mientras el equipo se encontraba a régimen permanente.

A continuación se presentan las tablas de datos experimentales y los cromatogramas correspondientes a cada una de las cuatro corridas efectuadas.

Tabla 4.05 (a). Datos experimentales de la corrida I.

REGISTRO DE TEMPERATURAS (DATOS EN °C)					
REHERVIDOR	PLATOS 1		PLATOS 2	PLATOS 3	
72.4	70.1		68.1	67.7	
CABEZA	ALIMENTACIÓN		<u>AGUA DE ENFRIAMIENTO</u>		
66.8	61.7		ENTRADA	17.8	
			SALIDA	30.3	
REGISTRO DE FLUJOS					
ALIMENTACIÓN ¹⁶	<u>DESTILADO</u>		<u>FONDOS</u>		RELACIÓN DE REFLUJO
2.371mol/s	VOLUMEN	TIEMPO	VOLUMEN	TIEMPO	1:1
	200mL	9'58"	100mL	59"	

Tabla 4.05 (b). Datos experimentales de la corrida II.

REGISTRO DE TEMPERATURAS (DATOS EN °C)					
REHERVIDOR	PLATOS 1		PLATOS 2	PLATOS 3	
72.7	69.8		68.2	67.7	
CABEZA	ALIMENTACIÓN		<u>AGUA DE ENFRIAMIENTO</u>		
66.7	61.2		ENTRADA	17.2	
			SALIDA	30.0	
REGISTRO DE FLUJOS					
ALIMENTACIÓN	<u>DESTILADO</u>		<u>FONDOS</u>		RELACIÓN DE REFLUJO
2.634mol/s	VOLUMEN	TIEMPO	VOLUMEN	TIEMPO	1:1
	100mL	4'48"	100mL	50"	

¹⁶ Para determinar el flujo de alimentación se requirió de preparar un nomograma, el cual se presenta en el Capítulo siguiente. (N. del A.)

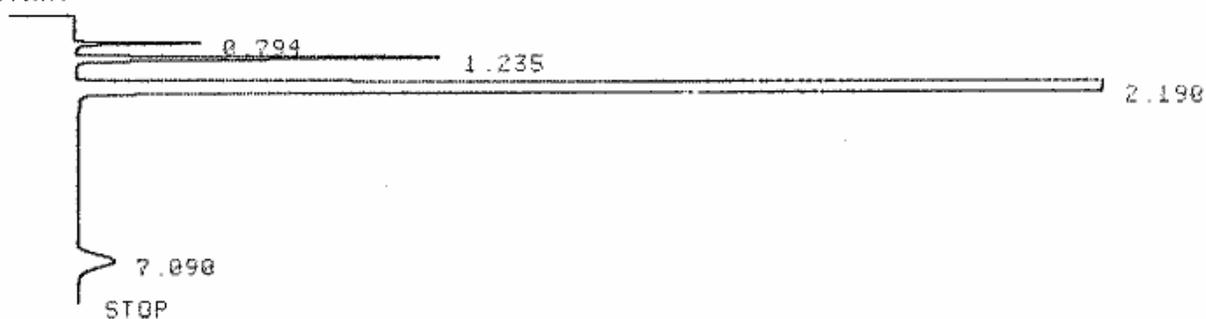
Tabla 4.05 (c). Datos experimentales de la corrida III.

REGISTRO DE TEMPERATURAS (DATOS EN °C)					
REHERVIDOR	PLATOS 1		PLATOS 2		PLATOS 3
74.2	70.0		68.1		67.8
CABEZA	ALIMENTACIÓN		<u>AGUA DE ENFRIAMIENTO</u>		
66.7	60.0		ENTRADA 17.2 SALIDA 29.9		
REGISTRO DE FLUJOS					
ALIMENTACIÓN	DESTILADO		FONDOS		RELACIÓN DE REFLUJO
2.222mol/s	VOLUMEN	TIEMPO	VOLUMEN	TIEMPO	1:1
	100mL	5'08"	300mL	2'47"	

Tabla 4.05 (d). Datos experimentales de la corrida IV.

REGISTRO DE TEMPERATURAS (DATOS EN °C)					
REHERVIDOR	PLATOS 1		PLATOS 2		PLATOS 3
73.2	70.1		68.4		68.0
CABEZA	ALIMENTACIÓN		<u>AGUA DE ENFRIAMIENTO</u>		
67.0	61.8		ENTRADA 17.1 SALIDA 30.4		
REGISTRO DE FLUJOS					
ALIMENTACIÓN	DESTILADO		FONDOS		RELACIÓN DE REFLUJO
2.432mol/s	VOLUMEN	TIEMPO	VOLUMEN	TIEMPO	1:1
	100mL	4'48"	300mL	2'51"	

* RUN # 14 MAR 15, 2007 17:09:50
START



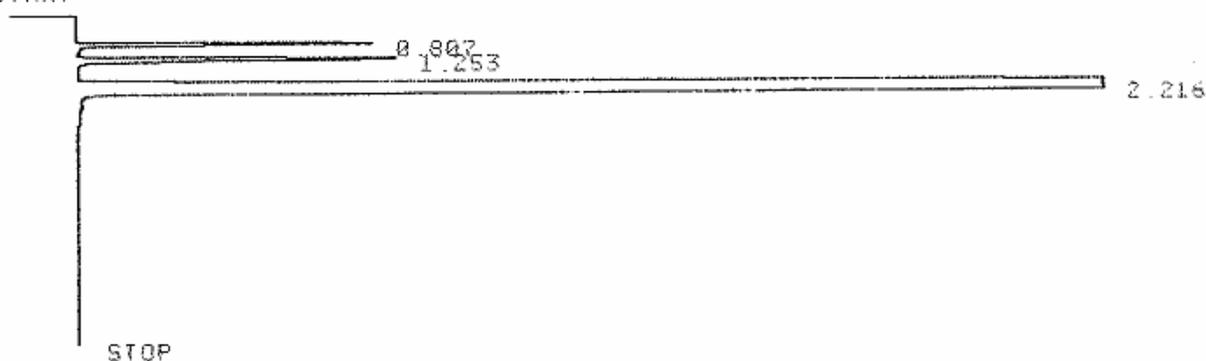
RUN# 14 MAR 15, 2007 17:09:50

ISTDX-AREA

RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
.794	28238	BB	1	128.165
1.235	131937	PB	2	355.527
2.190	9643123	PB	3S	
7.090	64225	BB	4	82.627

Figura 4.03 (a). Cromatograma de alimentación, corrida I.

* RUN # 15 MAR 15, 2007 17:18:59
START



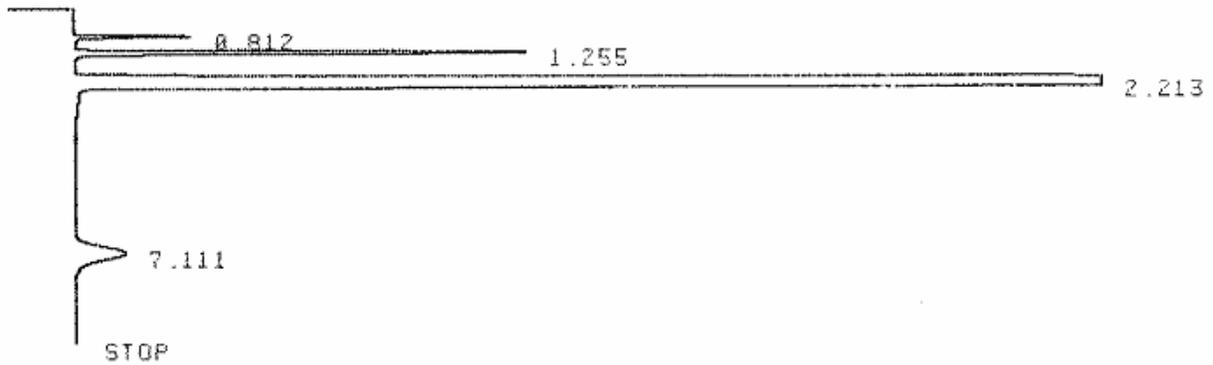
RUN# 15 MAR 15, 2007 17:18:59

ISTDX-AREA

RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
.807	72375	PB	1	257.829
1.253	116287	PB	2	271.244
2.216	11316896	PB	3S	

Figura 4.03 (b). Cromatograma de destilado, corrida I.

* RUN # 16 MAR 15, 2007 17:29:54
START

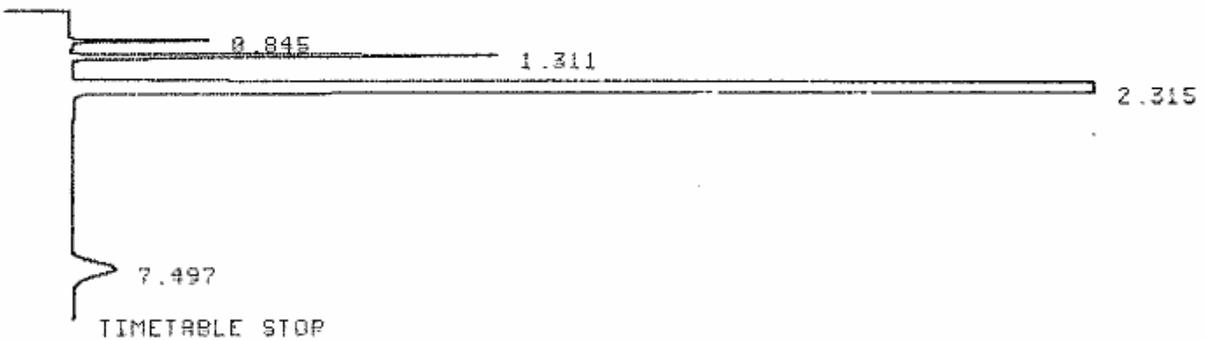


RUN# 16 MAR 15, 2007 17:29:54

ISTDX-AREA	RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
	.812	25645	BB	1	111.424
	1.255	152295	PB	2	381.092
	2.213	10349472	PB	3S	
	7.111	85732	BB	4	111.852

Figura 4.03 (c). Cromatograma de fondos, corrida I.

* RUN # 30 MAR 30, 2007 14:00:23
START

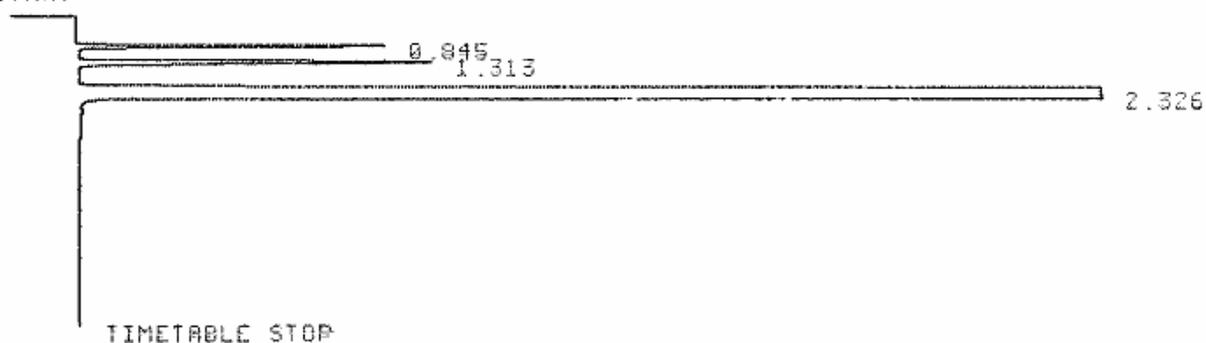


RUN# 30 MAR 30, 2007 14:00:23

ISTDX-AREA	RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
	.845	30027	BB	1	136.186
	1.311	145623	PB	2	394.273
	2.315	9550298	PB	3S	
	7.497	76757	PU	4	107.413

Figura 4.04 (a). Cromatograma de alimentación, corrida II.

* RUN # 31 MAR 30, 2007 14:10:42
START



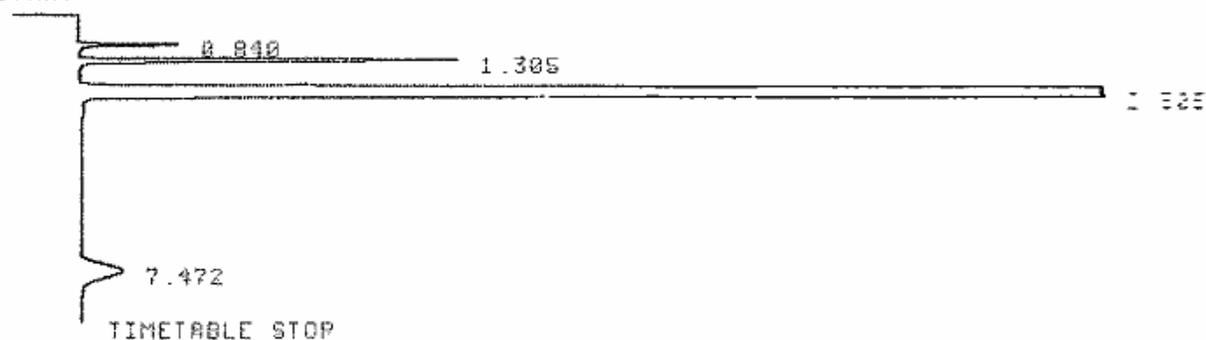
RUN# 31 MAR 30, 2007 14:10:42

ISTDX-AREA

RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
.845	71808	PB	1	262.847
1.313	129853	PB	2	387.386
2.326	10996080	PB	3S	

Figura 4.04 (b). Cromatograma de destilado, corrida II.

* RUN # 32 MAR 30, 2007 14:21:32
START



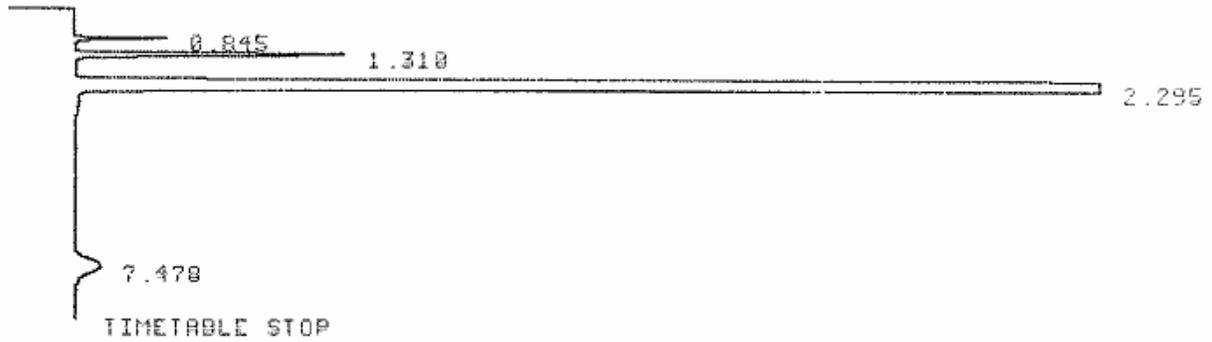
RUN# 32 MAR 30, 2007 14:21:32

ISTDX-AREA

RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
.840	22194	PB	1	106.874
1.305	131488	PB	2	362.281
2.305	9422298	PB	3S	
7.472	73884	PB	4	102.361

Figura 4.04 (c). Cromatograma de fondos, corrida II.

* RUN # 33 MAR 30, 2007 14:32:43
START



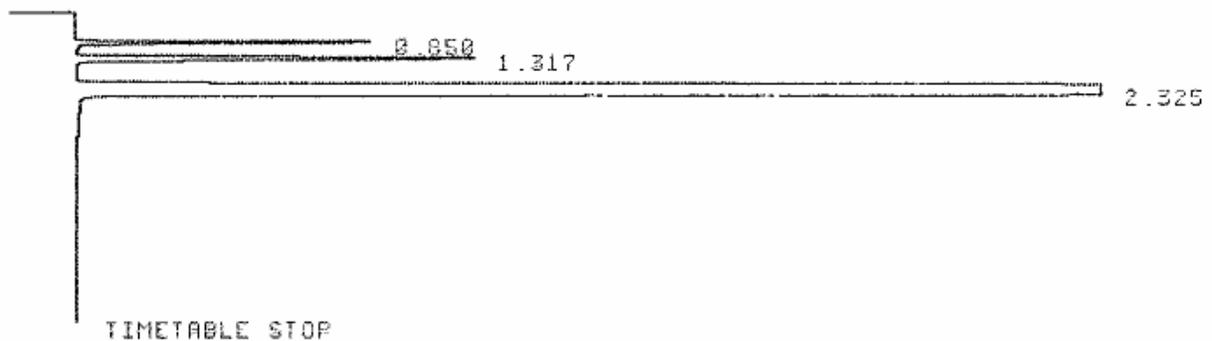
RUN# 33 MAR 30, 2007 14:32:43

ISTDX-AREA

RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
.845	20284	PB	1	121.355
1.310	94420	BB	2	333.164
2.295	7309104	PB	3S	
7.478	45941	BB	4	74.655

Figura 4.05 (a). Cromatograma de alimentación, corrida III.

* RUN # 34 MAR 30, 2007 14:43:00
START



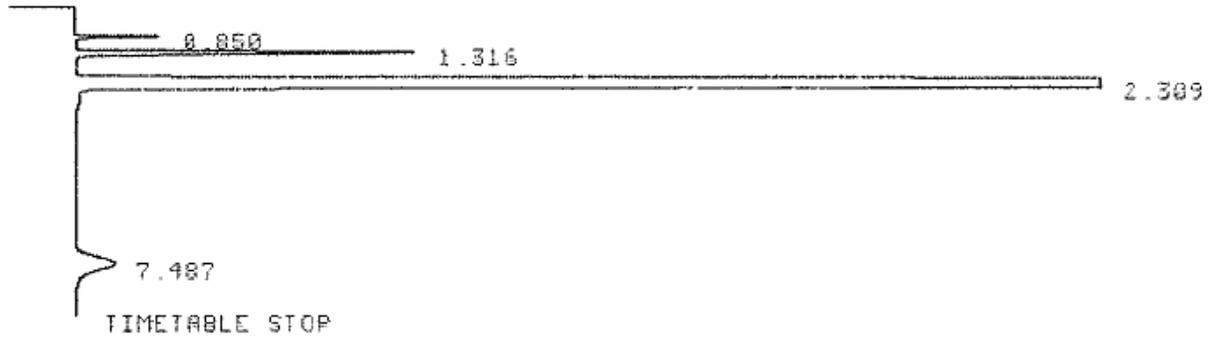
RUN# 34 MAR 30, 2007 14:43:00

ISTDX-AREA

RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
.850	60476	PB	1	266.730
1.317	140772	PB	2	355.576
2.325	10207304	PB	3S	

Figura 4.05 (b). Cromatograma de destilado, corrida III.

* RUN # 35 MAR 30, 2007 14:56:11
START



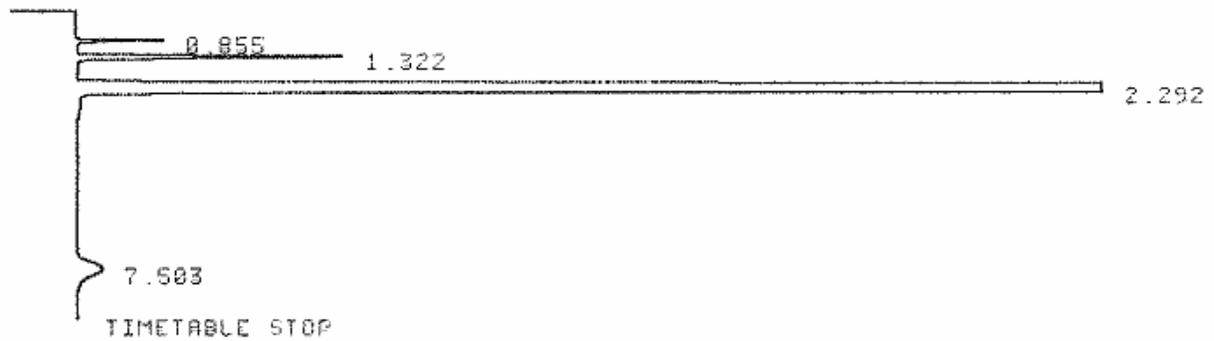
RUN# 35 MAR 30, 2007 14:56:11

ISTDX-AREA

RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
.850	10188	BB	1	99.845
1.316	115177	PB	2	356.436
2.309	8395597	PB	3S	
7.487	65604	BB	4	103.398

Figura 4.05 (c). Cromatograma de fondos, corrida III.

* RUN # 36 MAR 30, 2007 15:07:30
START



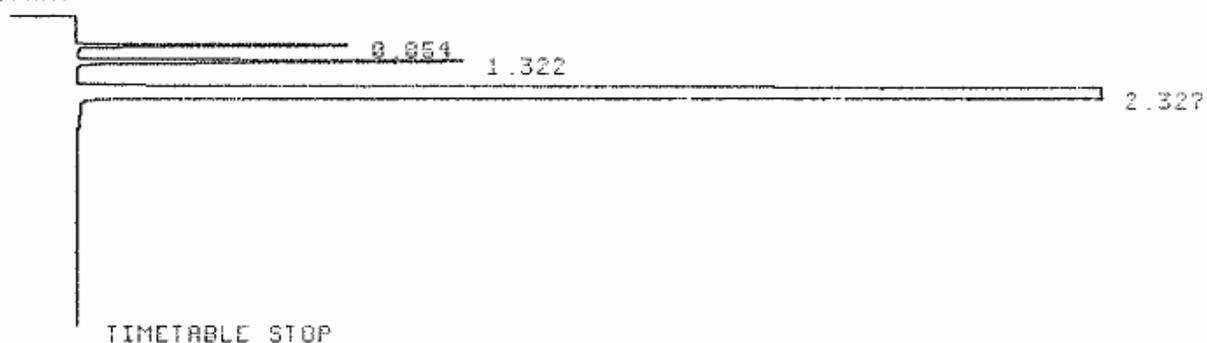
RUN# 36 MAR 30, 2007 15:07:30

ISTDX-AREA

RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
.855	19261	BB	1	131.794
1.322	98355	PB	2	368.219
2.292	6365293	PB	3S	
7.503	40097	BB	4	78.393

Figura 4.06 (a). Cromatograma de alimentación, corrida IV.

* RUN # 37 MAR 30, 2007 15:18:23
START



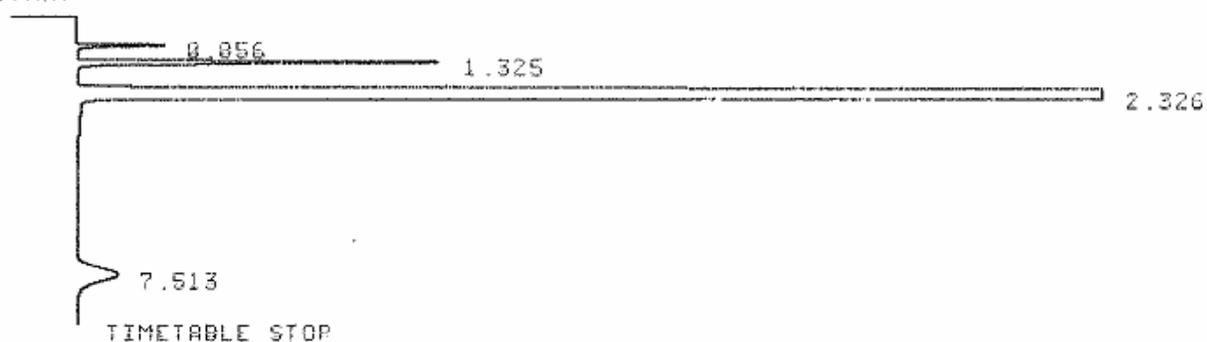
RUN# 37 MAR 30, 2007 15:18:23

ISTDX-AREA

RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
.854	60826	PB	1	256.023
1.322	132758	PB	2	360.903
2.327	9551443	PB	3S	

Figura 4.06 (b). Cromatograma de destilado, corrida IV.

* RUN # 38 MAR 30, 2007 15:28:47
START



RUN# 38 MAR 30, 2007 15:28:47

ISTDX-AREA

RT	AREA	TYPE	CAL#	AMOUNT
.856	10860	BB	1	95.405
1.325	122925	PB	2	347.304
2.326	9208115	PB	3S	
7.513	71952	BB	4	103.396

Figura 4.06 (c). Cromatograma de fondos, corrida IV.

4.09 Selección de variables fijas

Para poder llevar a cabo el análisis de resultados de la manera más efectiva posible, se establecieron las variables de la tabla 1.01 que debían permanecer fijas (sin tomar en cuenta aquellas en las que interviene el balance de energía) para simplificar el problema, de manera que las variaciones en los resultados fueran mínimas.

Las variables que se mantuvieron fijas en las cuatro corridas fueron las siguientes:

- La relación de reflujo.
- El flujo de alimentación.
- El plato de alimentación.
- La composición de alimentación.
- La tasa de calentamiento del rehervidor.
- La presión de operación de la torre.

Después de analizar el listado anterior, el lector se dará cuenta de que, en realidad, todos los experimentos fueron idénticos. El propósito de haber llevado a cabo los experimentos de esta forma fue comprobar que el proceso es fácilmente repetible.

4.10 Esquema de cálculo

Antes de proceder con el análisis de resultados, a continuación se describirá el método de cálculo que se ha de utilizar con el fin de tener claro el proceso.

1. Se seleccionaron los componentes clave:
 - CLAVE LIGERO: Metanol.
 - CLAVE PESADO: Etanol.
2. Se llevó a cabo el balance de materia para conocer los flujos de ambos componentes clave en todas las corrientes. Debido a que el cromatograma entrega directamente los resultados en unidades de microgramos, se calcula entonces la fracción mol de cada uno de los componentes clave en la alimentación, el destilado y los fondos:

$$x_K^i = \frac{\frac{\text{«CANTIDAD»}_K}{M_K}}{\sum_n \left(\frac{\text{«CANTIDAD»}_n}{M_n} \right)} \quad (4.03)^{17}$$

donde el subíndice K corresponde al componente clave, ya sea el clave ligero o el clave pesado. Para continuar con el balance de materia, se encontró una ecuación que permite convertir los datos de flujo volumétrico a flujo molar. El procedimiento por el que se encontró dicha ecuación es el siguiente: cada una de las disoluciones preparadas con alícuotas contiene 0.05mL de muestra en 2mL de isopropanol, teniendo 2.05mL totales, por lo que si se inyectan 0.5 μ L (0.0005mL) de disolución, en realidad se inyectaron:

¹⁷ La variable «CANTIDAD» es el valor que aparece debajo de la columna «AMOUNT» para cada componente de la mezcla ternaria en cada cromatograma, que asimismo significa la cantidad neta de cada componente en la mezcla analizada, en unidades de microgramos. (N. del A.)

$$\frac{(0.5)(0.05)}{2.05} = 0.012196 \mu\text{L de muestra.}$$

Debido a que el cromatograma entrega el resultado en unidades de microgramos en lugar de expresarlos en porcentajes de área, se divide la suma de las cantidades (denominadas «CANTIDAD» en el cromatograma correspondiente) entre el resultado anterior, obteniendo así la densidad de la muestra, que es la misma que la de la corriente respectiva:

$$\rho = \frac{\sum_n (\text{«CANTIDAD»})}{0.012196} \times \frac{1}{10^6} \times 10^3 = \frac{\sum_n (\text{«CANTIDAD»})}{12.196}$$

donde la letra n corresponde a los datos de cada uno de los componentes de la mezcla. Después, para convertir las unidades de flujo volumétrico a flujo másico, se procede con lo siguiente:

$$Q_{\text{MASA}} = Q_{\text{VOLUMEN}} \rho$$

Para calcular la masa molecular de la mezcla en cuestión, se recurrió a la relación:

$$\bar{M}_i = \sum (\bar{M}_n x_n)$$

donde el subíndice i se refiere a la corriente ya sea de alimentación, destilado o fondos. Finalmente, para obtener el flujo molar, se divide el flujo másico entre la masa molecular,

$$Q_{\text{MOL}} = \frac{Q_{\text{MASA}}}{\bar{M}_i}$$

Se sintetizan todas las ecuaciones en la siguiente:

$$Q_{\text{MOL}} = \frac{Q_{\text{VOLUMEN}} \sum_n (\text{«CANTIDAD»})}{12.196 \sum (\bar{M}_n x_n)}$$

Así, cambiando la letra Q por A , D o F , pueden obtenerse los flujos molares de cada una de las corrientes simplemente insertando los datos experimentales correspondientes:

$$A_{\text{MOL}} = \frac{A_{\text{VOLUMEN}} \sum_n^A (\text{«CANTIDAD»})}{12.196 \sum (\overline{M}_n x_n^A)} \quad (4.04\text{-a})$$

$$D_{\text{MOL}} = \frac{D_{\text{VOLUMEN}} \sum_n^D (\text{«CANTIDAD»})}{12.196 \sum (\overline{M}_n x_n^D)} \quad (4.04\text{-b})$$

$$F_{\text{MOL}} = \frac{F_{\text{VOLUMEN}} \sum_n^F (\text{«CANTIDAD»})}{12.196 \sum (\overline{M}_n x_n^F)} \quad (4.04\text{-c})$$

3. Teniendo los datos de flujo total en unidades molares y la fracción mol de los componentes clave, ahora se procede con el balance de materia:

$$A_{LK} = A_{\text{MOL}} x_{LK}^A \quad (4.05\text{-a})$$

$$A_{HK} = A_{\text{MOL}} x_{HK}^A \quad (4.05\text{-b})$$

$$D_{LK} = D_{\text{MOL}} x_{LK}^D \quad (4.06\text{-a})$$

$$D_{HK} = D_{\text{MOL}} x_{HK}^D \quad (4.06\text{-b})$$

$$F_{LK} = F_{\text{MOL}} x_{LK}^F \quad (4.07\text{-a})$$

$$F_{HK} = F_{\text{MOL}} x_{HK}^F \quad (4.07\text{-b})$$

4. Se obtiene la presión de vapor de todos los componentes, a las temperaturas registradas en los termopares de precalentamiento, alimentación y cabeza. Para ello se utiliza la ecuación de Antoine (ecuación 4.01).
5. Se calcula la volatilidad relativa de cada componente en los mismos puntos considerados en el apartado anterior (alimentación, domo de la torre y rehervidor), por medio de la ecuación:

$$\alpha_i = \frac{P_i^\circ}{P_{HK}^\circ} \quad (4.08)$$

6. Se obtiene la volatilidad relativa promedio de cada componente en la torre:

$$\alpha_{PROM}^i = \left(\alpha_{DOMO} \alpha_{ALIMENTACIÓN} \alpha_{REHERVIDOR} \right)^{1/3} \quad (4.09)$$

7. Se obtiene el número mínimo de platos con la ecuación de Fenske (ecuación 1.03):

$$\alpha_{PROM}^{N_{MIN}} = \frac{D_{LK} F_{HK}}{F_{LK} D_{HK}}$$

8. Se calcula el reflujo mínimo, considerado por las ecuaciones de Underwood (que aquí se expresan en términos de volatilidad, en lugar de coeficientes de distribución):

$$\sum \frac{\alpha_i x_i^F}{\alpha_i - \theta} = 1 - q \quad (4.10-a)$$

$$\sum_{i=1}^c \frac{\alpha_i x_i^D}{\alpha_i - \theta} = R_{MIN} + 1 \quad (4.10-b)$$

en estas ecuaciones, es necesario antes encontrar el valor del parámetro q , que como ya se mencionó, es un valor adimensional que predice el estado de la alimentación. Para encontrar este valor, se utiliza la siguiente ecuación:

$$q = \frac{H_V - H_A}{H_V - H_L} \quad (4.10)$$

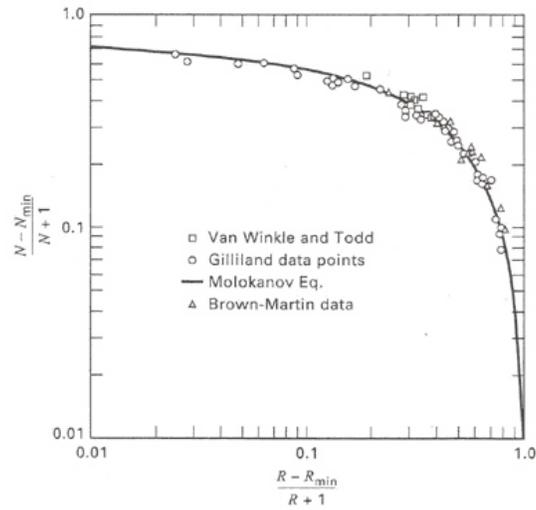
donde los subíndices V , A y L significan que son datos de vapor, de la alimentación y del líquido, respectivamente. Estos tres valores se calculan con las ecuaciones:

$$H_A = \left(\sum C_{p_A} x_i \right) (T_A - T_{REF})$$

$$H_L = \left(\sum_{i=1}^n C p_A x_i \right) (T_{eb} - T_{REF})$$

$$H_V = \sum [(C p_A x_i) (T_{eb} - T_{REF}) + \lambda_{eb} x_i]$$

9. Se obtiene finalmente el número de platos ideales con ayuda de la correlación de Gilliland (figura 1.05):



10. Se obtiene la eficiencia de la torre, por medio de la ecuación:

$$e = \frac{N}{N_{REAL}} \quad (4.11)$$

4.11 Análisis de resultados

En base a los resultados arrojados en el apartado 4.08, y siguiendo el esquema de cálculo del apartado anterior, se presenta ahora el esquema completo de cálculo para la corrida I. Posteriormente, se presenta el análisis para el resto de las corridas (únicamente los resultados).

1. Selección de componentes clave:

- CLAVE LIGERO: Metanol.
- CLAVE PESADO: Etanol.

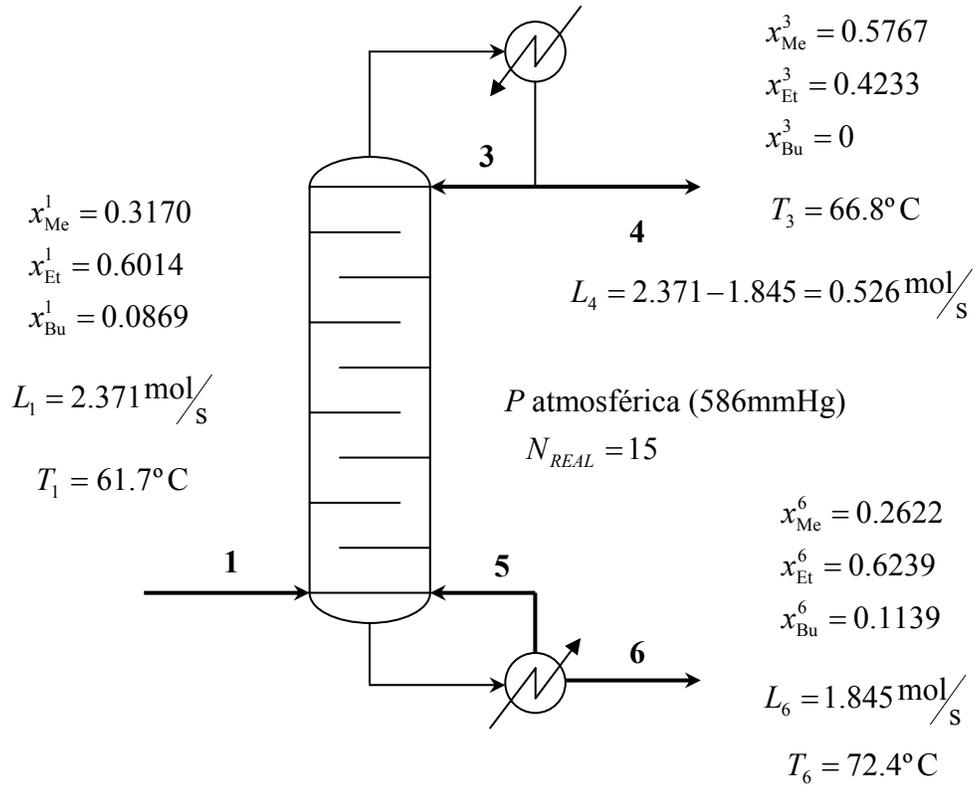
2. Cálculo de los flujos molares:

$$A_{\text{MOL}} = \frac{(2.25)(128.165 + 355.527 + 82.627)}{(12.196)[(32)(0.3118) + (46)(0.6012) + (74)(1 - 0.3118 - 0.6012)]} = 2.371 \text{ mol/s}$$

$$D_{\text{MOL}} = \frac{(2.25)(257.029 + 271.244)}{(12.196)[(32)(0.5766) + (46)(0.4234)]} = 2.570 \text{ mol/s}$$

$$F_{\text{MOL}} = \frac{(2.25)(111.424 + 381.092 + 111.852)}{(12.196)[(32)(0.2622) + (46)(0.6239) + (74)(1 - 0.2622 - 0.6239)]} = 2.450 \text{ mol/s}$$

3. Balance de materia (se presentan únicamente los resultados con el afán de hacer el esquema de cálculo más comprensible):



4. Presión de vapor de todos los componentes a las temperaturas de alimentación, domo de la torre y rehervidor (se utilizaron las constantes de Antoine de la tabla 4.01):

$$\ln P_{Me, 61.7^\circ\text{C}}^\circ = 16.4948 - \frac{3593.39}{(61.7 + 273) - 53.2249}$$

despejando,

$$P_{Me, 61.7^\circ\text{C}}^\circ = 90.18 \text{ kPa} = 678 \text{ mmHg}$$

De manera similar, para todos los datos:

$$P_{Me, 66.8^\circ\text{C}}^\circ = 110.23 \text{ kPa} = 829 \text{ mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Me}, 72.4^{\circ}\text{C}} = 136.37\text{kPa} = 1026\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 61.7^{\circ}\text{C}} = 50.92\text{kPa} = 383.16\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 66.8^{\circ}\text{C}} = 63.46\text{kPa} = 477.52\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 72.4^{\circ}\text{C}} = 80.09\text{kPa} = 602.65\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 61.7^{\circ}\text{C}} = 8.84\text{kPa} = 66.51\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 66.8^{\circ}\text{C}} = 11.58\text{kPa} = 87.13\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 72.4^{\circ}\text{C}} = 15.36\text{kPa} = 115.58\text{mmHg}$$

5. Volatilidad relativa de cada componente:

Para el metanol,

$$\alpha_{\text{Me}}^1 = \frac{678}{383.16} = 1.769$$

$$\alpha_{\text{Me}}^3 = \frac{829}{477.52} = 1.736$$

$$\alpha_{\text{Me}}^6 = \frac{1026}{602.65} = 1.702$$

De manera similar, para el 1-butanol:

$$\alpha_{\text{Bu}}^1 = 0.173$$

$$\alpha_{\text{Bu}}^3 = 0.182$$

$$\alpha_{\text{Bu}}^6 = 0.192$$

Cabe destacar que, en todos los casos, la volatilidad relativa para el etanol es igual a la unidad.

6. Volatilidad relativa promedio de cada componente:

$$\alpha_{PROM}^{Me} = [(1.769)(1.736)(1.702)]^{1/3} = 1.735$$

$$\alpha_{PROM}^{Bu} = [(0.173)(0.182)(0.192)]^{1/3} = 0.182$$

También en este caso, el valor para el etanol es igual a la unidad.

7. Número mínimo de platos:

$$\alpha_{PROM}^{N_{MIN}} = \left[\frac{(0.5767)(0.526)}{(0.2622)(1.845)} \right] \left[\frac{(0.6239)(1.845)}{(0.4233)(0.526)} \right] = 3.2417$$

despejando, obtenemos:

$$N_{MIN} = 2.13$$

8. Reflujo mínimo: para obtener este dato, es necesario primero obtener el valor del parámetro q , sin embargo para ello se requieren antes los valores de las entalpías y, con ello, la temperatura de ebullición de la mezcla en la alimentación. Como se cuenta con el dato de presión de vapor de la mezcla, es necesario hacer una serie de iteraciones tal como se mencionó en el apartado 1.04.02.

PRIMERA ITERACIÓN

Sea $T_{eb} = 61.7^\circ\text{C}$:

$$P^\circ_{Me, 61.7^\circ\text{C}} = 90.18\text{kPa} = 678\text{mmHg}$$

$$P^\circ_{Et, 61.7^\circ\text{C}} = 50.92\text{kPa} = 383.16\text{mmHg}$$

$$P^\circ_{Bu, 61.7^\circ\text{C}} = 8.84\text{kPa} = 66.51\text{mmHg}$$

$$P^\circ_{MEZCLA, 61.7^\circ\text{C}} = (0.3170)(678) + (0.6014)(383.16) + (0.0869)(66.51) = 451\text{mmHg}$$

SEGUNDA ITERACIÓN

Sea $T_{eb} = 70.0^{\circ}\text{C}$:

$$P^{\circ}_{\text{Me}, 70.0^{\circ}\text{C}} = 124.6\text{kPa} = 934.57\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 70.0^{\circ}\text{C}} = 72.57\text{kPa} = 544.32\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 70.0^{\circ}\text{C}} = 101.81\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{MEZCLA}, 61.7^{\circ}\text{C}} = (0.3170)(934.57) + (0.6014)(544.32) + (0.0869)(101.81) = 632.46\text{mmHg}$$

TERCERA ITERACIÓN

Sea $T_{eb} = 67.0^{\circ}\text{C}$:

$$P^{\circ}_{\text{Me}, 67.0^{\circ}\text{C}} = 833.17\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 67.0^{\circ}\text{C}} = 480\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 67.0^{\circ}\text{C}} = 86.92\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{MEZCLA}, 61.7^{\circ}\text{C}} = (0.3170)(833.17) + (0.6014)(480) + (0.0869)(86.92) = 560.34\text{mmHg}$$

Por lo tanto,

$$T_{eb} \approx 68.0^{\circ}\text{C}$$

Ahora, se prosigue con las entalpías de la alimentación. Para obtener los calores específicos de cada componente a las temperaturas dadas (68.0°C y 0°C , respectivamente), se recurrió a un nomograma¹⁸. Los valores de calor específico deben estar expresados en $\text{kcal}/\text{kgmol}\cdot^{\circ}\text{C}$.

$$C_{p_{\text{Et}, 68.0^{\circ}\text{C}}} = 0.74 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}\text{C}}$$

¹⁸ Valiente, 510-511.

$$Cp_{Et, 0.0^{\circ}C} = 0.50 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}C}$$

$$Cp_{MED}^{Et} = \frac{0.74 + 0.50}{2} = 0.62 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}C}$$

de manera similar,

$$Cp_{MED}^{Me} = 0.61 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}C}$$

$$Cp_{MED}^{Bu} = 0.60 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}C}$$

y

$$Cp_{Me} = 19.52 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}^{\circ}C}$$

$$Cp_{Et} = 28.52 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}^{\circ}C}$$

$$Cp_{Bu} = 44.40 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}^{\circ}C}$$

Para el calor latente de vaporización de cada uno de los componentes, se procede de la misma forma: con ayuda de un nomograma¹⁹ y después expresándolos en unidades molares.

$$\lambda_{Me, 68.0^{\circ}C} = 145 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} = 4640 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}}$$

$$\lambda_{Me, 68.0^{\circ}C} = 210 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} = 9660 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}}$$

$$\lambda_{Me, 68.0^{\circ}C} = 190 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} = 14060 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}}$$

¹⁹ Valiente, 512-513.

Ahora, se calculan las entalpías de la alimentación:

$$H_L = [(19.52)(0.3170) + (28.52)(0.6014) + (44.4)(0.0869)](68 - 0) = 1849.47 \text{ kcal/kgmol}$$

$$H_A = [(19.52)(0.3170) + (28.52)(0.6014) + (44.4)(0.0869)](61.7 - 0) = 1675 \text{ kcal/kgmol}$$

$$H_V = 1849 + [(4640)(0.3170) + (9660)(0.6014) + (14060)(0.0869)](61.7 - 0) = 10351 \text{ kcal/kgmol}$$

Y el parámetro q queda como

$$q = \frac{10351 - 1675}{10351 - 1849} = 1.02$$

Ahora se pueden utilizar las ecuaciones de Underwood: para la ecuación (4.10-a),

$$\frac{(1.769)(0.3170)}{1.769 - \theta} + \frac{(1)(0.6014)}{1 - \theta} + \frac{(0.173)(0.0869)}{0.173 - \theta} = 1 - 1.02$$

Dado que esta ecuación tiene tres soluciones para el valor de θ , se requiere aquel que se encuentre entre 1.000 y 1.769, por lo tanto:

$$\theta = 1.396$$

Para la ecuación (4.10-b),

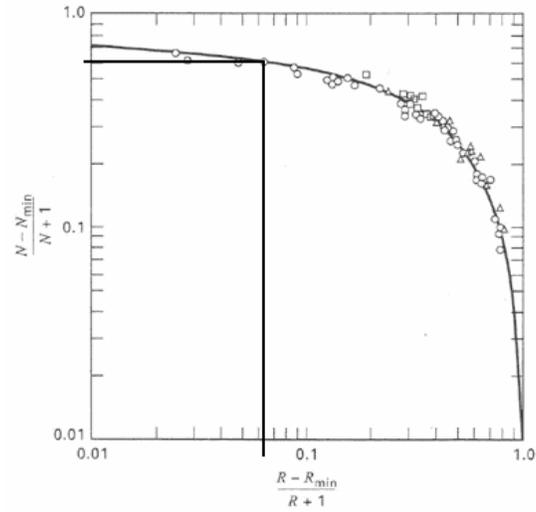
$$R_{MIN} = \frac{(1.736)(0.5767)}{1.736 - 1.396} + \frac{(1)(0.4233)}{1 - 1.396} - 1 = 0.875$$

$$R_{OP} = 1.14R_{MIN}$$

9. Correlación de Gilliland:

$$R_{OP} = 1$$

$$\frac{R_{OP} - R_{MIN}}{R_{OP} + 1} = \frac{1 - 0.875}{2} = 0.0625$$



$$\frac{N - N_{MIN}}{N + 1} = 0.6$$

$$N = 6.825$$

10. Eficiencia de la torre:

$$e = \frac{6.825}{15} = 0.455$$

Tabla 4.06. Datos experimentales finales.

DATOS EXPERIMENTALES		CORRIDA			
		I	II	III	IV
«CANTIDAD» (µg):					
		ALIMENTACIÓN			
	MeOH	128.165	136.186	121.355	131.794
	EtOH	355.527	394.273	333.164	368.219
	1-BuOH	82.627	107.413	74.655	78.393
		DESTILADO			
	MeOH	257.029	267.047	266.73	256.023
	EtOH	271.244	307.386	355.576	360.903
	1-BuOH	0	0	0	0
		FONDOS			
	MeOH	111.424	106.874	99.485	95.485
	EtOH	381.092	362.281	356.436	347.304
	1-BuOH	111.852	102.361	103.398	103.396
FRACCIONES MOL:					
	x_{LK}^A	0.3117	0.2981	0.3149	0.3124
	x_{HK}^A	0.6014	0.6003	0.6014	0.6072
	x_{LK}^D	0.5767	0.5507	0.5188	0.5049
	x_{HK}^D	0.4233	0.4493	0.4812	0.4951
	x_{LK}^F	0.2622	0.2651	0.2544	0.2501
	x_{HK}^F	0.6239	0.6251	0.6317	0.6328
FLUJOS MOLARES (mol/s):					
	<i>A</i>	2.371	2.634	2.222	2.432
	<i>D</i>	0.526	0.568	0.415	0.716
	<i>F</i>	1.845	2.066	1.807	1.716
PRESIONES DE VAPOR (mmHg):					
		ALIMENTACIÓN			
	MeOH	678.00	663.65	632.30	679.78
	EtOH	383.16	373.60	354.32	383.65
	1-BuOH	66.51	64.58	60.45	66.68
		DESTILADO			
	MeOH	829.00	824.39	824.39	833.99
	EtOH	477.52	373.96	473.96	480.03
	1-BuOH	87.13	86.40	86.40	87.75
		FONDOS			
	MeOH	1026.00	1035.38	1094.56	1054.81
	EtOH	602.65	608.07	646.17	620.60
	1-BuOH	115.58	116.93	125.78	119.78

Tabla 4.06 (cont.)

DATOS EXPERIMENTALES	CORRIDA			
	I	II	III	IV
VOLATILIDADES RELATIVAS:				
	ALIMENTACIÓN			
MeOH	1.769	1.776	1.784	1.771
EtOH	1.000	1.000	1.000	1.000
1-BuOH	0.173	0.172	0.170	0.173
	DESTILADO			
MeOH	1.736	1.739	1.739	1.737
EtOH	1.000	1.000	1.000	1.000
1-BuOH	0.182	0.182	0.182	0.182
	FONDOS			
MeOH	1.702	1.702	1.693	1.699
EtOH	1.000	1.000	1.000	1.000
1-BuOH	0.192	0.192	0.194	0.193
VOLATILIDADES PROMEDIO:				
MeOH	1.735	1.738	1.738	1.735
EtOH	1.000	1.000	1.000	1.000
1-BuOH	0.182	0.181	0.181	0.182
NÚMERO MÍNIMO DE PLATOS:				
$N_{\text{MÍN}}$	2.13	1.92	1.78	1.72
CALIDAD DE LA ALIMENTACIÓN:				
q^{20}	1.02	1.00	1.00	1.00
REFLUJO:				
$R_{\text{MÍN}}$	0.87	0.86	0.52	0.41
R_{OP}	1.00	1.00	1.00	1.00
NÚMERO DE PLATOS IDEALES:				
N	6.82	6.30	4.05	3.63
EFICIENCIA:				
e	0.455	0.420	0.270	0.242

Según los resultados finales, se puede finalmente demostrar la consistencia entre los datos arrojados por los cálculos. Esto significa que, efectivamente, el experimento es fácilmente repetible, tal como se predijo anteriormente. Sin embargo, esto no es aplicable al número de

²⁰ El cálculo del parámetro q sólo se llevó a cabo para la primera corrida con la finalidad de efectuar una verificación. Ya que se la alimentación está en calidad de líquido subenfriado, para el resto de las corridas simplemente se supuso como igual a la unidad (N. del A.)

platos ideales (y por lo tanto, a la eficiencia de la torre), ya que hay una marcada tendencia a la disminución de ambos valores. Esto puede ser explicado gracias a que, como se puede ver, la fracción mol del clave ligero (metanol) se va reduciendo a lo largo de las corridas aún cuando los temporizadores de reflujo se mantuvieron iguales. Lo anterior involucra una probable pérdida de metanol, y por consiguiente se aconseja revisar la hermeticidad de la torre, pues a pesar de no haber una fuga visible, ésta se puede dar en forma gaseosa. Es necesario recordar que se hizo una corrida cada día hábil en forma continua (la corrida I se efectuó en lunes, la II en martes, y así sucesivamente), y ya que el líquido de los platos tarda en bajar, es en tal momento que el metanol puede escapar a la atmósfera en forma gaseosa.

Otro factor que pudo contribuir a la disminución de la eficiencia de la torre es precisamente la eficiencia (la cantidad de platos que se requeriría para llevar a cabo la separación en relación a la cantidad de platos reales). En realidad este concepto está enteramente ligado al párrafo anterior, puesto que al tener una menor cantidad de metanol en la mezcla, consecuentemente se requiere una menor cantidad de platos para la separación.

CAPÍTULO 5

PROPUESTA DE GUIÓN EXPERIMENTAL

DESTILACIÓN MULTICOMPONENTE

OBJETIVO:

El alumno aplicará los conocimientos adquiridos en la clase de teoría para resolver un problema práctico de destilación de una mezcla ternaria.

PROBLEMA:

Obtener un producto destilado de al menos 50% en mol de metanol, partiendo de una mezcla ternaria de 20% en volumen de metanol, 60% de etanol y 20% de 1-butanol, utilizando destilación continua. Calcular además el número de platos ideales requeridos para dicho proceso.

PROYECTO:

Como parte del proyecto a realizar, puede llevar a cabo una nueva corrida, alterando cualquiera de los siguientes parámetros:

- El flujo de alimentación.
- La relación de reflujo.
- El plato de alimentación.
- La tasa de calentamiento del rehervidor.

De entre las variables mencionadas, se recomienda alterar el plato de alimentación.

INTRODUCCIÓN:

El término “destilación de multicomponentes” se usa para describir todos los sistemas que contienen más de dos componentes. En la práctica industrial, los sistemas verdaderamente binarios casi nunca se encuentran, y los ternarios muy raramente, así que las técnicas para calcular multicomponentes son las más aplicadas a los fraccionamientos, aunque se pueden hacer suposiciones que convierten a los sistemas multicomponentes en mezclas pseudobinarias. En estos casos, si se especificara la separación, el diseño estaría basado en la separación de los dos componentes clave, que son compuestos que tienen temperaturas de ebullición muy cercanas dentro de la mezcla a destilarse. La sustancia que tiene un punto de ebullición menor se designa como el clave ligero, y al que tiene un punto de ebullición mayor (de entre los dos compuestos seleccionados) como clave pesado. Cuando sólo se requiere una separación burda, las claves se seleccionan para dar el mejor rendimiento al producto deseado.

La separación por destilación de una mezcla líquida depende de la forma en que cada uno de los componentes se distribuye entre las fases líquido y vapor. Todos

los componentes están en ambas fases, y el vapor se obtiene de la fase líquida por vaporización.

La destilación se lleva a cabo proporcionando energía a una mezcla de varios líquidos, de los que se evaporan más rápidamente aquellos que tienen la presión de vapor más alta. Una medida numérica de la separación que se puede lograr de cada componente es la volatilidad relativa, que se define como la razón entre las presiones de vapor de tal compuesto y el de referencia, que usualmente es el clave pesado.

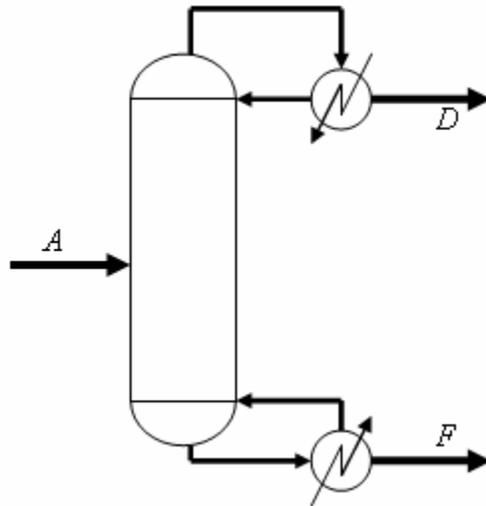


Figura 1. Proceso de destilación continua para una alimentación binaria.

Las torres de destilación son equipos continuos, pues ofrecen una recuperación del componente útil sin la necesidad de retornarlo a un alambique. En su interior se halla una serie de platos que tiene perforaciones o campanas de burbujeo, donde cada uno de estos platos implica, por supuesto, un punto de equilibrio diferente con respecto a los demás.

El condensador, que se localiza por encima del domo de la torre, puede ser parcial o total. Cuando se utiliza un condensador parcial, la temperatura del reflujo líquido es igual a la temperatura de rocío del vapor, lo que significa que se requiere de una mayor circulación de reflujo líquido para aumentar el reflujo interno. Si se usa un condensador total, el producto destilado líquido se puede retornar a la torre en forma de líquido subenfriado y el reflujo interno se controla por medio de la temperatura de reflujo retornado a la columna.

Para la operación de las torres de destilación, los límites de operación son el reflujo mínimo y el reflujo total. Las condiciones de reflujo de operación se seleccionan en base a las relaciones entre el número de platos y los costos para varias combinaciones de reflujo.

Ahora analizaremos lo que ocurre dentro de cada plato, comenzando por el último, que se localiza en el domo de la torre.

Como ya sabemos, en cada uno de los platos existen dos corrientes principales: la del vapor, cuyo sentido es ascendente, y la del líquido, que desciende. Esto quiere decir que ambas corrientes se encuentran en contracorriente. Efectuando un balance de materia total, obtenemos que:

$$V_{n+1} + L_{n-1} = V_n + L_n$$

Mientras que, en el caso del componente que se desee,

$$V_{n+1}y_{n+1} + L_{n-1}x_{n-1} = V_ny_n + L_nx_n$$

donde V_{n+1} es el flujo molar de vapor proveniente del plato $n+1$, L_n es el flujo molar del líquido proveniente del plato n , y_{n+1} es la fracción molar del componente en la corriente V_{n+1} , y así sucesivamente. Asimismo, las composiciones y_n y x_n están en equilibrio.

Mediante un balance de energía, podemos llegar a la conclusión de que las diferencias de calor sensible entre las cuatro corrientes son muy pequeñas, suponiendo que los calores de disolución son despreciables. Entonces sólo son importantes los calores latentes, que se encuentran en las corrientes V_{n+1} y V_n . Puesto que los calores latentes de las sustancias que son químicamente similares son muy cercanos, entonces podemos simplificar el problema diciendo que

$$V_n = V_{n+1}$$

$$L_n = L_{n-1}$$

LISTA DE EQUIPO:

CÓDIGO	DESCRIPCIÓN
DA – 100	Torre de destilación Marca: Pignat Número de platos: 19 Tipo de platos: con campana de burbujeo Altura total: 900mm Material: vidrio DN50 Aislamientos: tipo <i>multiknit</i> de fibra de vidrio con acero inoxidable 316L
EA – 101	Rehervidor Capacidad: 6L Material: Vidrio DN200/50 Potencia: 2kW @ 220V Tapón: PTFE
EA – 102 EA – 104 EA – 105	Condensador de doble tubo Material pared interna: acero inoxidable 316L Material pared externa: vidrio DN50 Número de pasos: 2:1

BD – 100	Bomba de alimentación Tipo: de pulsaciones Material: PTFE Gasto de diseño: 16L/h Motor: monofásico, 220V, 50Hz
EA – 100	Calentador de alimentación Potencia: 300W Aislamiento: fibra de vidrio y acero inoxidable 316L Número de salidas: 4
DV – 100	Divisor Material: vidrio DN50 Mecanismo: magnético, de programación manual
VF – 100	Válvula de muestreo Material: acero inoxidable Llave: PTFE Número de salidas: 2
PI – 100	Pierna barométrica Tipo: Diferencial Material: vidrio Diámetro: 0.5in Presión de trabajo: atmosférica
FB – 100	Tanque de almacenamiento para la mezcla de alimentación Capacidad: 20L Material: PVC
FB – 101 FB – 102	Tanque de almacenamiento para los productos destilado y de fondos Capacidad: 10L Material: PVC

CROMATÓGRAFO DE GASES	Marca: GOW MAC Instrument Co. Modelo: 580–21.5 Acarreador: N ₂ Detector: FID
COLUMNA CROMATOGRÁFICA	Marca: ALLTECH Fase estacionaria: Carbowax 1500 2.0% Base: Carbograph 1 Tubo: acero inoxidable Medidas: 7' x 1/8" x 0.085" Temperatura de operación: 175°C máximo
INTEGRADOR	Marca: Hewlett–Packard Modelo: HP3395 Papel: <i>banner</i>

SUSTANCIAS A MANEJAR:

- Metanol (CH_3OH).
- Etanol absoluto ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$).
- Isopropanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OHCH}_3$).
- 1-Butanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$).

MATERIAL:

- Tres vasos de precipitados de 50mL.
- Tres tubos de ensaye pequeños.
- Una microjeringa de 10 μL .
- Hojas de papel para el integrador.
- 10mL de isopropanol.
- Un cronómetro.

DIAGRAMA DE FLUJO DE PROCESO:

El diagrama de flujo de proceso se presenta en la página siguiente.

SEÑALIZACIÓN

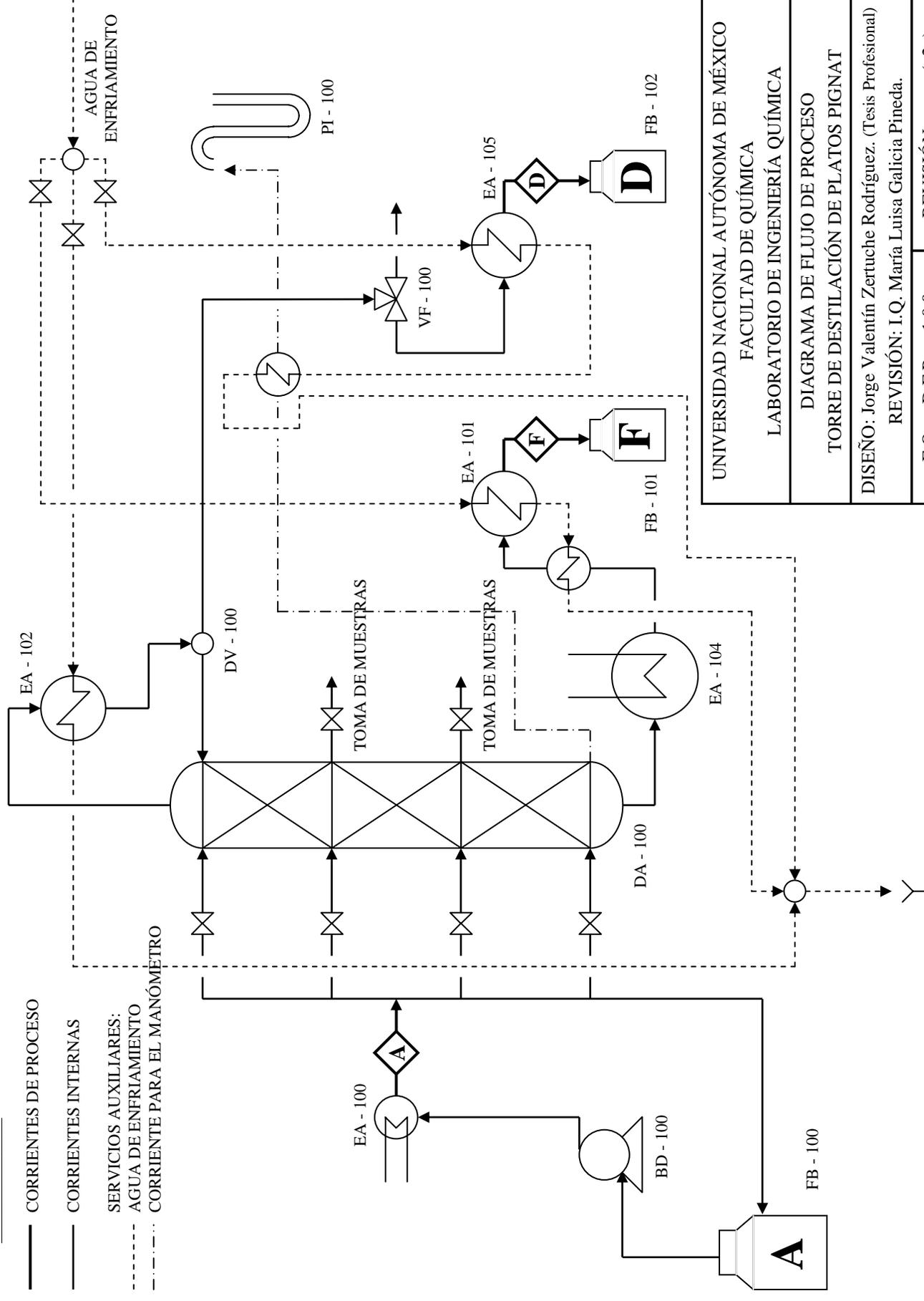
— CORRIENTES DE PROCESO

— CORRIENTES INTERNAS

SERVICIOS AUXILIARES:

--- AGUA DE ENFRIAMIENTO

- - - CORRIENTE PARA EL MANÓMETRO



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA
LABORATORIO DE INGENIERÍA QUÍMICA
DIAGRAMA DE FLUJO DE PROCESO
TORRE DE DESTILACIÓN DE PLATOS PIGNAT
DISEÑO: Jorge Valentín Zertuche Rodríguez. (Tesis Profesional)
REVISIÓN: I.Q. María Luisa Galicia Pineda.
FQ - DFP - 100
REVISIÓN (2)

TÉCNICA DE OPERACIÓN:

Para el equipo experimental (torre Pignat)

1. Accionar los interruptores de corriente eléctrica y encender la torre.
2. Abrir la red de agua de enfriamiento a un flujo de 40L/h.
3. Encender la bomba de alimentación y llenar el rehervidor al nivel establecido para cubrir completamente la resistencia, utilizando una relación 120/100 (es decir, una frecuencia de 120 pulsaciones por minuto a un llenado de émbolo de 100%).
4. Una vez lleno el rehervidor con la mezcla ternaria (se observa el escape de mezcla hacia el enfriador de fondos), parar la bomba.
5. Encender la resistencia del rehervidor con la torre operando a reflujo total y esperar hasta que los vapores alcancen el domo de la torre.
6. Esperar aproximadamente diez minutos a que la torre alcance el régimen permanente en reflujo total, verificando mediante inspección visual que no haya platos secos, y que las temperaturas registradas en los termopares sean estables.
7. Programar los relojes del temporizador de reflujo con una relación 1:1 (los relojes deben tener la misma cantidad de tiempo), cuidando de no seleccionar un tiempo demasiado pequeño.
8. Iniciar la alimentación a la torre por medio de la bomba, usando una relación 50/50.
9. Encender el precalentador de alimentación, alineando la salida de éste con la parte más baja de la torre.
10. Girar el selector de reflujo a la posición «PARO».
11. Esperar durante aproximadamente treinta minutos a que el equipo alcance régimen permanente.
12. Una vez transcurrido el tiempo necesario para alcanzar régimen permanente, tomar muestras de aproximadamente 1mL del tanque de alimentación y de las salidas de los enfriadores de destilado y fondos.
13. Tomar registro del flujo total de destilado y fondos utilizando un cronómetro en conjunto con la graduación de cada uno de los enfriadores.
14. Una vez analizadas correctamente las tres muestras, apagar el equipo en su totalidad:
 - Apagar las resistencias del rehervidor y del calentador de la alimentación.
 - Parar la bomba.
 - Colocar la torre nuevamente en reflujo total.
 - Esperar hasta que deje de salir producto destilado y de fondos, y vaciar los tanques de destilado y fondos de regreso al tanque de alimentación, agitando este último para homogeneizar nuevamente la mezcla. Para evitar accidentes, se deben dejar abiertas las válvulas de salida de los enfriadores de destilado y de fondos.
15. Cuando la temperatura registrada en el rehervidor sea lo suficientemente baja para evitar riesgos (aproximadamente 60°C), se apagó la torre,

presionando el botón «PARO DE EMERGENCIA», manteniendo lleno el rehervidor.

16. Apagar los interruptores de corriente eléctrica.

Para el equipo de análisis (cromatógrafo de gases e integrador)

1. Abrir la gaveta.
2. Conectar y encender el regulador.
3. Para el cromatógrafo,
 - a) Encender el interruptor.
 - b) Colocar los reguladores de presión de todos los tanques a 40psi.
 - c) Programar las temperaturas de la columna, del inyector y del detector a 130°C.
 - d) Ajustar los flujos de los gases:
 - Nitrógeno, 30mL/min.
 - Hidrógeno, 70mL/min.
 - Aire, 300mL/min.
4. Para el integrador,
 - a) Encender el interruptor.
 - b) Una vez que el aparato se hubo restablecido, cargar la curva de calibración en la memoria interna mediante el comando:
LOAD M:ALCOHOL.CAL
 - c) Realizar una verificación de los parámetros de corrida presionando la serie de teclas [LIST] [LIST], a saber:
 - ZERO = 0
 - ATT 2^ = 3
 - CHT SP = 0.5
 - AR REJ = 0
 - THRSH = 2
 - PK WD = 0.04
5. Una vez que las temperaturas del cromatógrafo alcancen 130°C, encender el detector de ionización de flama, verificando el correcto encendido colocando un espejo por el lado izquierdo del cromatógrafo (si éste se empaña, significa que el detector encendió correctamente) y manipular las perillas de calibración de dicho aparato (para disminuir el valor, se ajustan las perillas en el sentido de las manecillas del reloj), hasta obtener en el integrador, presionando [LIST] [ZERO]:
ZERO = 0, 0.000
6. Para determinar las muestras tomadas del tanque de alimentación y de los enfriadores de destilado y fondos, tomar alícuotas de 0.05mL de cada una de ellas se y disolverlas en 2mL de isopropanol.
7. Inyectar 0.5µL de las disoluciones preparadas en el punto anterior a través del *septum* del cromatógrafo, arrancando al mismo tiempo el integrador presionando la tecla [START].
8. Una vez analizadas correctamente las tres muestras, apagar el equipo en su totalidad:

- Apagar el integrador.
 - Apagar el sistema de calentamiento del cromatógrafo y levantar la tapa del horno para acelerar el enfriado.
 - Cerrar la válvula de salida del tanque de hidrógeno, manteniendo abiertos la válvula de control, el regulador de presión y el rotámetro, con el fin de purgar la línea. Cuando ambos manómetros del regulador de presión marquen cero, cerrar el regulador de presión, la válvula de control y el rotámetro, en ese orden. Repetir con el tanque de aire.
 - Una vez que la columna del cromatógrafo alcance una temperatura de 40°C o menos, repetir el paso anterior con el tanque de nitrógeno y cerrar la tapa del horno.
9. Cerrar la gaveta.

REGISTRO DE RESULTADOS:

REGISTRO DE TEMPERATURAS							
REHERVIDOR		PLATOS 1		PLATOS 2		PLATOS 3	
CABEZA		ALIMENTACIÓN		AGUA DE ENFRIAMIENTO			
				ENTRADA			
				SALIDA			
REGISTRO DE FLUJOS							
ALIMENTACIÓN		DESTILADO		FONDOS		RELACIÓN DE REFLUJO	
FRECUENCIA		VOLUMEN	TIEMPO	VOLUMEN	TIEMPO		
EMBOLADA							

ESQUEMA DE CÁLCULO:

1. Se seleccionan los componentes clave.
2. Se calculan las fracciones mol de cada uno de los componentes en todas las corrientes:

$$x_K^i = \frac{\frac{\langle\langle\text{CANTIDAD}\rangle\rangle_K}{M_K}}{\sum_n \left(\frac{\langle\langle\text{CANTIDAD}\rangle\rangle_n}{M_n} \right)} \quad (1)$$

3. Se lleva a cabo el balance de materia para conocer los flujos de ambos componentes clave en todas las corrientes. Pueden obtenerse los flujos molares de cada una de las corrientes simplemente insertando los datos experimentales correspondientes en las siguientes ecuaciones:

$$A_{\text{MOL}} = \frac{A_{\text{VOLUMEN}} \sum_n^A (\text{«CANTIDAD»})}{12.196 \sum (\bar{M}_n x_n^A)} \quad (2-a)$$

$$D_{\text{MOL}} = \frac{D_{\text{VOLUMEN}} \sum_n^D (\text{«CANTIDAD»})}{12.196 \sum (\bar{M}_n x_n^D)} \quad (2-b)$$

$$F_{\text{MOL}} = \frac{F_{\text{VOLUMEN}} \sum_n^F (\text{«CANTIDAD»})}{12.196 \sum (\bar{M}_n x_n^F)} \quad (2-c)$$

Donde las letras *A*, *D* y *F* se refieren al origen de los datos (alimentación, destilado o fondos, respectivamente), y «CANTIDAD» se refiere a lo mostrado en la última columna del cromatograma.

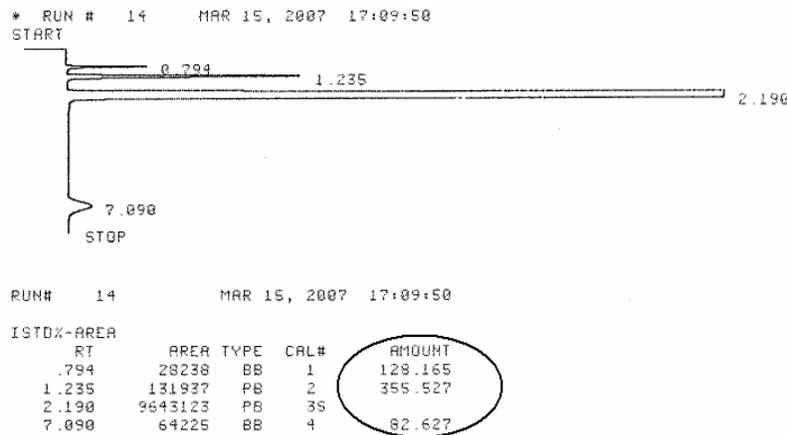


Figura 2. Ejemplo de cromatograma con la columna «CANTIDAD» resaltada.

4. Teniendo los datos de flujo total en unidades molares y la fracción mol de los componentes clave, ahora se procede con el balance de materia:

$$A_{LK} = A_{\text{MOL}} x_{LK}^A \quad (3-a)$$

$$A_{HK} = A_{\text{MOL}} x_{HK}^A \quad (3-b)$$

$$D_{LK} = D_{\text{MOL}} x_{LK}^D \quad (4-a)$$

$$D_{HK} = D_{\text{MOL}} x_{HK}^D \quad (4-b)$$

$$F_{LK} = F_{\text{MOL}} x_{LK}^F \quad (5-a)$$

$$F_{HK} = F_{\text{MOL}} x_{HK}^F \quad (5-b)$$

5. Se obtiene la presión de vapor de todos los componentes, a las temperaturas registradas en los termopares de precalentamiento, alimentación y cabeza. Para ello se utiliza la ecuación de Antoine.
6. Se calcula la volatilidad relativa de cada componente en los mismos puntos considerados en el apartado anterior (alimentación, domo de la torre y rehervidor), por medio de la ecuación:

$$\alpha_i = \frac{P_i^\circ}{P_{HK}^\circ} \quad (6)$$

7. Se obtiene la volatilidad relativa promedio de cada componente en la torre:

$$\alpha_{PROM}^i = (\alpha_{DOMO} \alpha_{ALIMENTACIÓN} \alpha_{REHERVIDOR})^{1/3} \quad (7)$$

8. Se obtiene el número mínimo de platos con la ecuación de Fenske:

$$\alpha_{PROM}^{N_{MIN}} = \frac{D_{LK} F_{HK}}{F_{LK} D_{HK}} \quad (8)$$

9. Se calcula el reflujo mínimo, considerado por las ecuaciones de Underwood (que aquí se expresan en términos de volatilidad, en lugar de coeficientes de distribución):

$$\sum \frac{\alpha_i x_i^F}{\alpha_i - \theta} = 1 - q \quad (9-a)$$

$$\sum_{i=1}^c \frac{\alpha_i x_i^D}{\alpha_i - \theta} = R_{MIN} + 1 \quad (9-b)$$

en estas ecuaciones, es necesario antes encontrar el valor del parámetro q , que como ya se mencionó, es un valor adimensional que predice el estado de la alimentación. Para encontrar este valor, se utiliza la siguiente ecuación:

$$q = \frac{H_V - H_A}{H_V - H_L} \quad (10)$$

donde los subíndices V , A y L significan que son datos de vapor, de la alimentación y del líquido, respectivamente. Estos tres valores se calculan con las ecuaciones:

$$\begin{aligned} H_A &= \left(\sum C_{p_A} x_i \right) (T_A - T_{REF}) \\ H_L &= \left(\sum C_{p_A} x_i \right) (T_{eb} - T_{REF}) \\ H_V &= \sum [(C_{p_A} x_i) (T_{eb} - T_{REF}) + \lambda_{eb} x_i] \end{aligned}$$

10. Se obtiene el número de platos ideales con ayuda de la correlación de Gilliland:

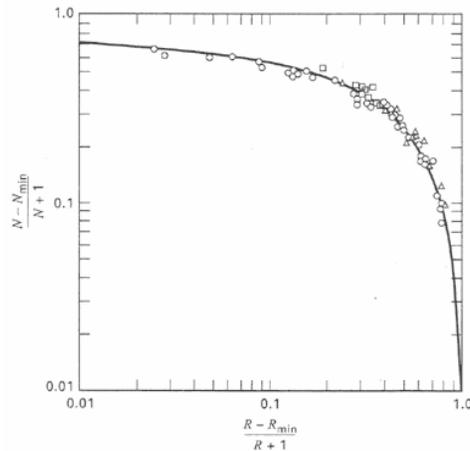


Figura 3. Correlación de Gilliland.

11. Se obtiene la eficiencia de la torre ^{*}, por medio de la ecuación:

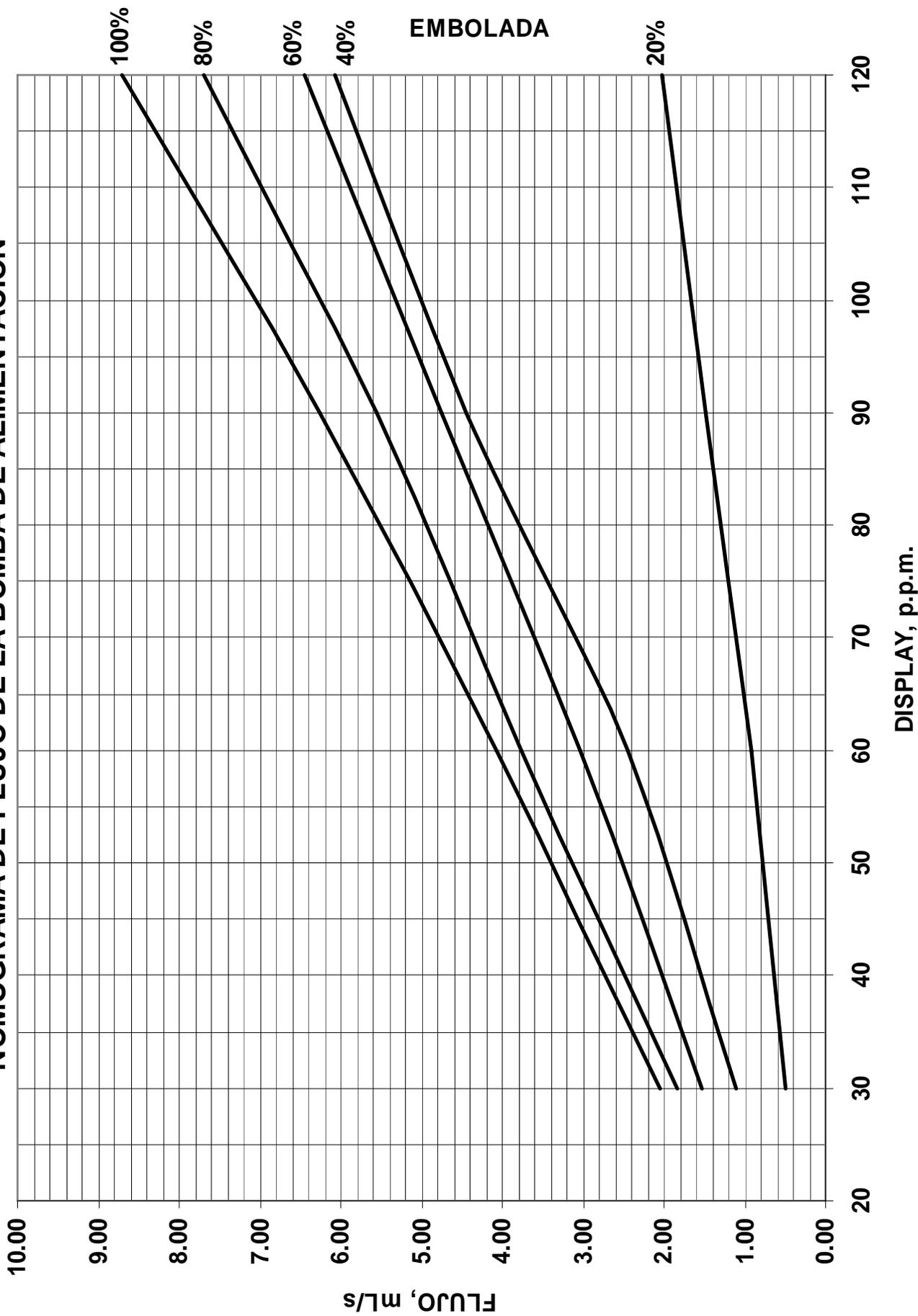
$$e = \frac{N}{N_{REAL}} \quad (11)$$

CUESTIONARIO:

1. Si durante el proyecto cambió la relación de reflujo o el flujo de alimentación, ¿cuál es el porcentaje en mol de metanol en ambos procesos?
2. Deduzca la procedencia de las ecuaciones 2-a, 2-b y 2-c.
3. Si durante el proyecto cambió el plato de alimentación, ¿por qué las composiciones de alimentación y de fondos son parecidas en el experimento original?
4. Si durante el proyecto cambió la tasa de calentamiento del rehervidor, ¿cuáles fueron los cambios en los resultados?
5. ¿Cuál es el porcentaje de error del número de platos ideales obtenido en los cálculos del experimento original y el número de platos reales de la torre (15)? ¿Por qué?
6. En cualquier caso, ¿cuál sería la variable que seleccionaría para el proyecto?
7. Investigue los datos de toxicidad de cada una de las cuatro sustancias utilizadas tanto en el experimento como en el proyecto.
8. ¿Por qué no se deben programar tiempos demasiado cortos en los temporizadores del banco de control?
9. Para el proyecto, determine además el plato de alimentación, utilizando el método de Kirkbride.

^{*} Debe tomarse en cuenta que el número de platos reales es 15.

APÉNDICE A
NOMOGRAMA DE FLUJO DE LA BOMBA DE ALIMENTACIÓN



APÉNDICE B EJEMPLO DE ESQUEMA DE CÁLCULO

1. Selección de componentes clave:

- CLAVE LIGERO: Metanol.
- CLAVE PESADO: Etanol.

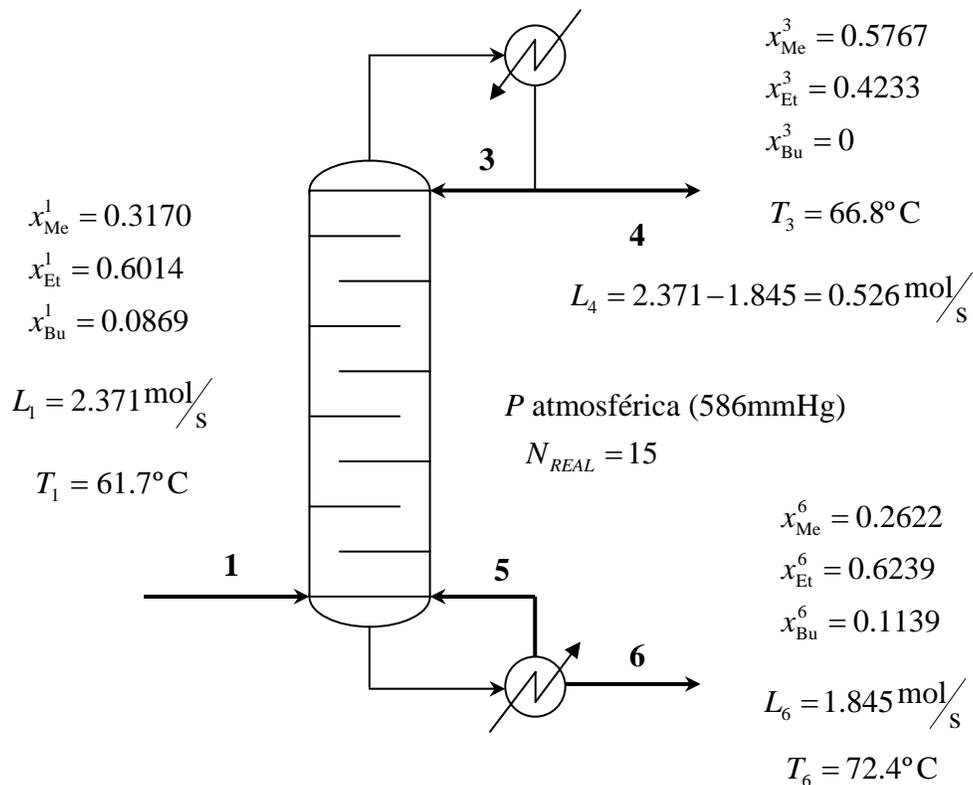
2. Cálculo de los flujos molares:

$$A_{\text{MOL}} = \frac{(2.25)(128.165 + 355.527 + 82.627)}{(12.196)[(32)(0.3118) + (46)(0.6012) + (74)(1 - 0.3118 - 0.6012)]} = 2.371 \text{ mol/s}$$

$$D_{\text{MOL}} = \frac{(2.25)(257.029 + 271.244)}{(12.196)[(32)(0.5766) + (46)(0.4234)]} = 2.570 \text{ mol/s}$$

$$F_{\text{MOL}} = \frac{(2.25)(111.424 + 381.092 + 111.852)}{(12.196)[(32)(0.2622) + (46)(0.6239) + (74)(1 - 0.2622 - 0.6239)]} = 2.450 \text{ mol/s}$$

3. Balance de materia:



4. Presión de vapor de todos los componentes a las temperaturas de alimentación, domo de la torre y rehervidor:

$$\ln P_{\text{Me}, 61.7^\circ \text{C}}^\circ = 16.4948 - \frac{3593.39}{(61.7 + 273) - 53.2249}$$

despejando,

$$P^{\circ}_{\text{Me}, 61.7^{\circ}\text{C}} = 90.18\text{kPa} = 678\text{mmHg}$$

De manera similar, para todos los datos:

$$P^{\circ}_{\text{Me}, 66.8^{\circ}\text{C}} = 110.23\text{kPa} = 829\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Me}, 72.4^{\circ}\text{C}} = 136.37\text{kPa} = 1026\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 61.7^{\circ}\text{C}} = 50.92\text{kPa} = 383.16\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 66.8^{\circ}\text{C}} = 63.46\text{kPa} = 477.52\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 72.4^{\circ}\text{C}} = 80.09\text{kPa} = 602.65\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 61.7^{\circ}\text{C}} = 8.84\text{kPa} = 66.51\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 66.8^{\circ}\text{C}} = 11.58\text{kPa} = 87.13\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 72.4^{\circ}\text{C}} = 15.36\text{kPa} = 115.58\text{mmHg}$$

5. Volatilidad relativa de cada componente:

Para el metanol,

$$\alpha_{\text{Me}}^1 = \frac{678}{383.16} = 1.769$$

$$\alpha_{\text{Me}}^3 = \frac{829}{477.52} = 1.736$$

$$\alpha_{\text{Me}}^6 = \frac{1026}{602.65} = 1.702$$

De manera similar, para el 1-butanol:

$$\alpha_{\text{Bu}}^1 = 0.173$$

$$\alpha_{\text{Bu}}^3 = 0.182$$

$$\alpha_{\text{Bu}}^6 = 0.192$$

La volatilidad relativa para el etanol es igual a la unidad en todos los casos.

6. Volatilidad relativa promedio de cada componente:

$$\alpha_{\text{PROM}}^{\text{Me}} = [(1.769)(1.736)(1.702)]^{1/3} = 1.735$$

$$\alpha_{\text{PROM}}^{\text{Bu}} = [(0.173)(0.182)(0.192)]^{1/3} = 0.182$$

También en este caso, el valor de volatilidad relativa para el etanol es igual a la unidad.

7. Número mínimo de platos:

$$\alpha_{\text{PROM}}^{N_{\text{MÍN}}} = \left[\frac{(0.5767)(0.526)}{(0.2622)(1.845)} \right] \left[\frac{(0.6239)(1.845)}{(0.4233)(0.526)} \right] = 3.2417$$

despejando, se obtiene:

$$N_{\text{MÍN}} = 2.13$$

8. Reflujo mínimo: para obtener este dato, es necesario primero obtener el valor del parámetro q , sin embargo para ello se requieren antes los valores de las

entalpías y, con ello, la temperatura de ebullición de la mezcla en la alimentación. Como se cuenta con el dato de presión de vapor de la mezcla, es necesario hacer una serie de iteraciones.

PRIMERA ITERACIÓN

Sea $T_{eb} = 61.7^{\circ}\text{C}$:

$$P^{\circ}_{\text{Me}, 61.7^{\circ}\text{C}} = 90.18\text{kPa} = 678\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 61.7^{\circ}\text{C}} = 50.92\text{kPa} = 383.16\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 61.7^{\circ}\text{C}} = 8.84\text{kPa} = 66.51\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{MEZCLA}, 61.7^{\circ}\text{C}} = (0.3170)(678) + (0.6014)(383.16) + (0.0869)(66.51) = 451\text{mmHg}$$

SEGUNDA ITERACIÓN

Sea $T_{eb} = 70.0^{\circ}\text{C}$:

$$P^{\circ}_{\text{Me}, 70.0^{\circ}\text{C}} = 124.6\text{kPa} = 934.57\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 70.0^{\circ}\text{C}} = 72.57\text{kPa} = 544.32\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 70.0^{\circ}\text{C}} = 101.81\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{MEZCLA}, 70.0^{\circ}\text{C}} = (0.3170)(934.57) + (0.6014)(544.32) + (0.0869)(101.81) = 632.46\text{mmHg}$$

TERCERA ITERACIÓN

Sea $T_{eb} = 67.0^{\circ}\text{C}$:

$$P^{\circ}_{\text{Me}, 67.0^{\circ}\text{C}} = 833.17\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Et}, 67.0^{\circ}\text{C}} = 480\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{Bu}, 67.0^{\circ}\text{C}} = 86.92\text{mmHg}$$

$$P^{\circ}_{\text{MEZCLA}, 67.0^{\circ}\text{C}} = (0.3170)(833.17) + (0.6014)(480) + (0.0869)(86.92) = 560.34\text{mmHg}$$

Por lo tanto,

$$T_{eb} \approx 68.0^{\circ}\text{C}$$

Ahora, se prosigue con las entalpías de la alimentación. Para obtener los calores específicos de cada componente a las temperaturas dadas (68.0°C y 0°C , respectivamente), se recurre a un nomograma.

$$Cp_{\text{Et}, 68.0^{\circ}\text{C}} = 0.74 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}\text{C}}$$

$$Cp_{\text{Et}, 0.0^{\circ}\text{C}} = 0.50 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}\text{C}}$$

$$Cp_{\text{MED}}^{\text{Et}} = \frac{0.74 + 0.50}{2} = 0.62 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}\text{C}}$$

de manera similar,

$$Cp_{\text{MED}}^{\text{Me}} = 0.61 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}\text{C}}$$

$$Cp_{\text{MED}}^{\text{Bu}} = 0.60 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}^{\circ}\text{C}}$$

y

$$Cp_{Me} = 19.52 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}^\circ\text{C}}$$

$$Cp_{Et} = 28.52 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}^\circ\text{C}}$$

$$Cp_{Bu} = 44.40 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}^\circ\text{C}}$$

Para el calor latente de vaporización de cada uno de los componentes, se procede de la misma forma: con ayuda de un nomograma y después expresándolos en unidades molares.

$$\lambda_{Me, 68.0^\circ\text{C}} = 145 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} = 4640 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}}$$

$$\lambda_{Me, 68.0^\circ\text{C}} = 210 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} = 9660 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}}$$

$$\lambda_{Me, 68.0^\circ\text{C}} = 190 \frac{\text{kcal}}{\text{kg}} = 14060 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}}$$

Ahora, se calculan las entalpías de la alimentación:

$$H_L = [(19.52)(0.3170) + (28.52)(0.6014) + (44.4)(0.0869)](68 - 0) = 1849.47 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}}$$

$$H_A = [(19.52)(0.3170) + (28.52)(0.6014) + (44.4)(0.0869)](61.7 - 0) = 1675 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}}$$

$$H_V = 1849 + [(4640)(0.3170) + (9660)(0.6014) + (14060)(0.0869)](61.7 - 0) = 10351 \frac{\text{kcal}}{\text{kgmol}}$$

Y el parámetro q queda como

$$q = \frac{10351 - 1675}{10351 - 1849} = 1.02$$

Ahora se pueden utilizar las ecuaciones de Underwood:

$$\frac{(1.769)(0.3170)}{1.769 - \theta} + \frac{(1)(0.6014)}{1 - \theta} + \frac{(0.173)(0.0869)}{0.173 - \theta} = 1 - 1.02$$

Dado que esta ecuación tiene tres soluciones para el valor de θ , se requiere aquel que se encuentre entre 1.000 y 1.769, por lo tanto:

$$\theta = 1.396$$

y

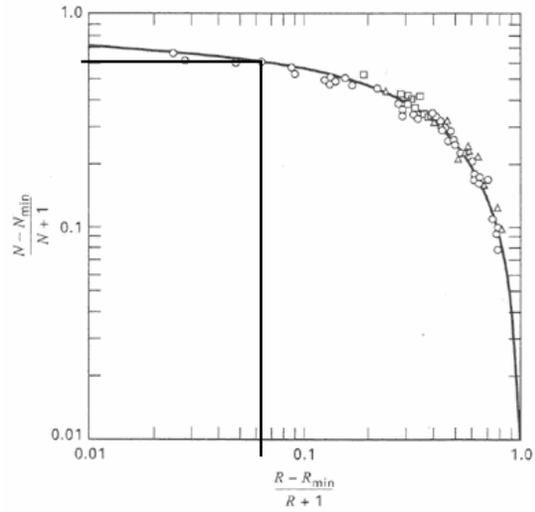
$$R_{MÍN} = \frac{(1.736)(0.5767)}{1.736 - 1.396} + \frac{(1)(0.4233)}{1 - 1.396} - 1 = 0.875$$

$$R_{OP} = 1.14R_{MÍN}$$

9. Correlación de Gilliland:

$$R_{OP} = 1$$

$$\frac{R_{OP} - R_{MÍN}}{R_{OP} + 1} = \frac{1 - 0.875}{2} = 0.0625$$



$$\frac{N - N_{MIN}}{N + 1} = 0.6$$

$$N = 6.825$$

10. Eficiencia de la torre:

$$e = \frac{6.825}{15} = 0.455$$

CONCLUSIONES

Una de las primeras impresiones que dejó la realización de este proyecto fue la gran demanda de tiempo y esfuerzo que éste ha involucrado. El tiempo requerido para finalizarlo sobrepasó por mucho al tiempo esperado. Esto se debió sobre todo a la disponibilidad, cuyas razones son explicadas a fondo en el Apéndice.

El proyecto ha sido satisfactorio en el sentido de creación y propuesta: efectivamente fue posible obtener un experimento completo sobre destilación continua de una mezcla ternaria, y la manera en que se presenta la propuesta lleva todos los detalles que fueron posibles. Sin embargo, para llevarlo a cabo hubo que dejar de lado muchas variables, cuya solución radica en el proyecto que el alumno realice durante el guión experimental, donde debe especificarlas y ajustarlas a sus necesidades.

La segunda faceta del trabajo se encuentra en el guión experimental como propuesta educativa. La idea original fue producir, además del guión, un relato con viñetas estilo *comic* acerca del fenómeno de destilación multicomponente desde el punto de vista microscópico. Este relato no se llevó a cabo debido a la nula preparación en conocimientos de dibujo.

La razón fundamental por la que se agregó el capítulo que habla de cromatografía de gases fue que en el guión experimental se tratan dos procesos diferentes: el de destilación multicomponente como tal, y el proceso de análisis, donde figura dicho procedimiento analítico.

A pesar de que el segundo proceso sólo es un medio para analizar las muestras arrojadas por el primero, es debido al grado de dificultad que ofrece el análisis gráfico y/o matemático de muestras de esta índole por la que se le da importancia a la cromatografía de gases..

Las cosas que se pueden aún realizar en base al presente trabajo, son:

1. Experimentar respecto a los parámetros de corrida, a saber: el flujo de alimentación, la relación de reflujo, el plato de alimentación y la tasa de calentamiento del rehervidor.
2. Producir un medio audiovisual que permita al estudiante de Procesos de Separación comprender el mecanismo de la destilación multicomponente desde el punto de vista microscópico.

Con estas líneas, se exhorta a las generaciones futuras a llevar a cabo las experiencias necesarias para perfeccionar en todos los aspectos el guión experimental sobre destilación multicomponente que ahora se presenta.

Finalmente, se espera haber dejado algo útil para las futuras generaciones en la enseñanza de la Ingeniería Química.

APÉNDICE

¿EXISTEN LOS CONTROLADORES DE FLUJO... DE TIEMPO?

Hace más de cuatro años que se inició este proyecto. Desde ese momento, transcurrieron toda una serie de factores, entre personales, interpersonales y laborales, que impidieron llegar hasta este punto. En los siguientes renglones se relata exactamente lo sucedido.

Antes de comenzar, se debe aclarar que en todo momento se preserva el anonimato de todas aquellas personas que aquí intervienen, a excepción de algunos profesores de la Facultad de Química a quienes se debe el crédito, ya que de no ser por ellos, este documento no tendría razón de existencia.

Mientras aún estudiaba mis asignaturas en la Facultad de Química, dos de ellas fueron de mis favoritas: Procesos de Separación I y Procesos de Separación II. Estas asignaturas eran de tipo teórico-prácticas, es decir, contaban tanto con una parte teórica como con una parte práctica, que se desarrollaba en el Laboratorio de Ingeniería Química. Bien, inscribí ambas asignaturas con el Dr. Antonio Valiente Barderas en la parte teórica y la I.Q. María Luisa Galicia Pineda en la parte práctica. A ella en especial la escogí para ser mi profesora después de llevar Procesos de Separación I, debido a su calidad humana y a su acercamiento conmigo, lo que fomentó la relación entre profesora y estudiante. Resulta que un buen día me abordó después de la clase (que se desarrollaba cada semana) y me preguntó la razón por la que me veía decaído, distraído

y, sobre todo, solo –difícilmente trabajo en equipo– y le respondí que nadie quería trabajar conmigo aparentemente porque no les gusta mi estilo de trabajo, y que esa no era la única asignatura en la que presentaba este fenómeno. Después de sus palabras de consuelo, me agradó su estilo, y decidí entonces cursar Procesos de Separación II en su grupo.

No obtuve las calificaciones que deseaba en aquel entonces, pero no puedo quejarme de todas formas, estoy satisfecho con ellas. Después de cursar ambas materias, un día a fines del año 2003 pensé en visitarla en su cubículo para proponerle hacer mi servicio social con ella. Ese día lo recuerdo bien porque, a diferencia de la mayoría de mis compañeros, yo había decidido hacer mi servicio social, cursar Ingeniería de Proyectos y realizar mi tesis todo por aparte. Pero ella me reprochó casi amargamente que no hubiera realizado mi servicio social con ella. Todavía recuerdo el haberle respondido con otra pregunta “¿y a qué cree que vengo?” Así pues, Inicé el servicio social “por debajo del agua”, debido a que todavía no contaba con el 70% de créditos que se me solicitaba. De esta forma, podría registrarlo ya terminado y me dedicaría a ver pasar el tiempo mientras transcurría el plazo constitucional de 480 horas.

De entre todas las opciones con que la I.Q. María Luisa contaba, elegí hacer un trabajo relacionado con la torre Pignat, en el que debía de establecer una técnica de análisis para muestras de tres componentes, es decir, implementaría el método analítico para una destilación multicomponente. Lo primero que me enseñó fue a operar la torre: cómo encenderla, cómo alinearla, cómo programar la bomba, etcétera. También me obsequió un par de fotocopias del manual de prácticas para registrar mis datos y empecé a trabajar. En ese entonces, trabajaba

apenas con una mezcla binaria etanol/agua, para comprender y dominar la técnica de operación del equipo.

Corría Enero de 2004 cuando se me invitó a participar como estudiante de servicio social en el programa de Estancias Cortas y todavía no empezaba con el servicio social en sí, ni siquiera había pensado en qué método de análisis podría ser el mejor. Allí conocí a dos mujeres compañeras de nombres Valina y Leucina, la segunda era quien estaba en el programa conmigo, la otra estaba efectuando su estancia corta en otra parte. Durante este periodo, encontré finalmente el método de análisis que necesitaba: cromatografía de gases. Llamamos a otra profesora de la Facultad, la entonces I.Q. María Rafaela Gutiérrez Lara, quien nos facilitó una fotocopia del manual de prácticas de Ingeniería de Reactores para aprender el principio de dicho método analítico. Al final del programa, Valina y Leucina se incorporaron a mi proyecto.

Ese semestre inscribí cinco materias. El servicio social iba de maravilla, sólo debíamos acudir una vez a la semana y finalizaba con el término del proyecto. En aquellos días ya tenía pensada una mezcla ternaria de etanol, MEG y agua. Sin embargo, en cuanto el Dr. Valiente escuchó mi propuesta de mezcla, me explicó clara y pacientemente que lo más probable era que no funcionaría porque las tres sustancias son muy poco parecidas y que sus puntos de ebullición están demasiado separados, y que por lo tanto no es una mezcla ideal. Me sugirió una de benceno, tolueno y xileno, o una de alcoholes ligeros. Accedí entonces con la mezcla de alcoholes y se lo informé a la profesora María Luisa. La primera semana del semestre ya teníamos las temperaturas de ebullición teóricas y una mezcla equimolar de los tres alcoholes, que alimentamos a la torre para comprobar su comportamiento. Éste fue el principio de los

problemas, ya que de entre los tres alcoholes, el 1-butanol es el peor en cuanto a toxicidad si se ingiere o inhala (eso sin hablar del fuerte aroma), y lo estábamos inhalando durante nuestros experimentos, de tal suerte que durante la clase que seguía inmediatamente al servicio social, presentaba mareos, náuseas y sensación de desmayo. Después de dos ó tres sesiones con los mismos efectos de salud, decidimos disminuir la concentración de 1-butanol en la mezcla.

Las primeras inyecciones de la mezcla en el cromatógrafo se realizaron en Marzo de 2004. Como era de esperarse, no se obtuvieron resultados favorables: los picos no salían, sus tiempos de retención eran erráticos y el pico del 1-butanol aparecía demasiado chato. Consideramos cuatro factores principales: la cantidad de inyección, las temperaturas del cromatógrafo, la velocidad del trazo en el integrador y la atenuación. Decidimos entonces elevar las temperaturas del cromatógrafo una y otra vez, hasta que aparecieran los picos. Los picos aparecieron a una temperatura de 180°C, pero el problema ahora consistía en que no aparecía el 1-butanol en ningún momento, en ninguna corrida. Para entonces, las profesoras Rafaela y María Luisa me sugirieron encarecidamente que utilizara una bitácora para llevar registro de todo lo sucedido, de esta forma se haría más fácil la redacción del reporte de servicio social. Incluso me obsequiaron una libreta de pasta dura color verde que todavía conservo. Pero como es costumbre en mí, confié más en mi memoria y aún hoy en día recuerdo sus sabias palabras.

Comencé a leer detenidamente el manual del integrador, paso a paso, hasta comprender cómo ajustarlo de tal forma que aparezca el tan añorado pico de 1-butanol. De todas formas, nunca lo logré, no mientras estuve de mal humor y apresurado por terminar el proyecto.

En esta situación estaba cuando entramos al siguiente periodo de estancias cortas (Julio de 2004), donde se incorporó al proyecto un nuevo compañero, un hombre (no puedo decir que se trataba de un jovencito) de nombre Metionina. Todavía no lográbamos hacer un buen cromatograma, pero ya tenía algo más de experiencia que todos ellos simplemente porque yo era el único que había revisado el manual del integrador. Como ayudante de estancias cortas, apoyé a la profesora María Luisa en las actividades de logística (con esto me refiero al cronograma de actividades, en lo cual tuve entera libertad de elección). Aquel lapso de tiempo lo pasé muy mal, ya que como lo mencioné antes, todos los días llegaba tarde y además estaba de muy mal humor debido a que los experimentos no funcionaban, al menos de la forma en que lo quería. No importaba el resultado arrojado por el cromatógrafo, en estas estancias cortas se trataba de obtener el producto destilado. Este producto destilado tampoco se obtuvo como era esperado a pesar de haber manipulado constantemente la relación de reflujo de la torre. En esa ocasión fue el primer intento de confrontarlo con el resultado teórico: yo había llegado a la conclusión de que se puede hacer una extrapolación de mezcla multicomponente a mezcla binaria. Por este motivo utilizamos el método gráfico de McCabe–Thiele, donde hice uso de mis notas de Procesos de Separación II y de los datos experimentales promedio de cinco corridas. El resultado final fue de once platos ideales, mientras en la torre se cuentan diecinueve. Sin tomar en cuenta que los diecinueve platos son reales y no ideales, el resultado fue completamente absurdo. Después descubrimos que esto es consecuencia de tener platos secos en la torre al momento de las corridas, y por más que lo intentamos, no pudimos eliminar este inconveniente.

Entonces registré el servicio social. Fui el único de los cuatro que lo hizo, debido a que ya había rebasado el 75% de créditos, pero no debía olvidar que estaría liberado hasta el final del proyecto.

Ya éramos cuatro personas en un proyecto de una cuando ingresé a mi penúltimo semestre de la carrera en Agosto de 2004. El horario de prestación de servicio social era exactamente el mismo, el error que cometí (uno grave en verdad) fue haber inscrito Ingeniería de Proyectos con mis tres compañeros, además de otros dos chicos: Serina y Alamina. Seis personas eran suficiente fuerza de trabajo en una asignatura tan pesada que da miedo tan sólo de revisar su cantidad de créditos, en especial al inscribirla en el grupo en que hay cuatro profesores. Convencer a mis compañeros de semejante proeza no fue difícil, todos ellos eran alumnos afectados por el Artículo 22 y eso significaba que podían inscribir la asignatura que desearan, mientras yo tuve que solicitar el rompimiento de seriación lineal.

Después de un mes de perder el tiempo, encontramos sencillo crear una planta de producción de biodiesel para la asignatura mencionada en el párrafo anterior. Para entonces ya tenía un trabajo como profesor del Centro Universitario en Periodismo y Publicidad (CUPP), cuyo Bachillerato Tecnológico estaba recién fundado. Por supuesto, yo era el profesor de Química.

Mientras tanto, el proyecto seguía detenido porque todavía no encontrábamos resultados favorables. Sin embargo, la situación empeoró bastante un par de meses después: había roto con Valina (empecé a salir con ella desde Febrero), y esto dejó muy incómoda a Leucina, quien a pesar de que era un asunto fuera de su incumbencia, todas las versiones fidedignas indican que

comenzó a “meter mala vibra” a su amiga, por razones que imagino se llevará a la tumba. El caso es que Leucina estaba muy molesta conmigo y no quiso dar explicaciones de su actitud en mi contra, hasta el día que las encontré antes de la clase de Ingeniería de Proyectos y me dijeron que abandonarían el servicio social, que nunca fue su intención robarme el proyecto de tesis y que posteriormente buscarían más opciones con la I.Q. María Luisa. Con ellas, se llevaron también a Metionina.

Yo era el líder de proyecto en el asunto del biodiesel, y hasta donde yo recuerdo, también lo era en el proyecto del cromatógrafo. Leucina era mi mano derecha en el primer caso, y eso dejó de convenir a mis intereses en Noviembre de 2004 por motivos familiares e interpersonales: mi madre estaba demasiado enferma y estaba a punto de ser intervenida quirúrgicamente, además de que mi hermana radicaba entonces en la ciudad de Toluca y no había nadie quien la visitara ese mismo fin de semana, y también debía atender a mis alumnos con los que tenía problemas del tipo “es que no le entendemos”. Por si esto fuera poco, yo continuaba con mi carrera de Casanova con otra mujer (que por cierto también se llama Valina), cuya actitud era digna de GESTAPO. Sabía perfectamente que lo primero que haría Leucina sería orquestar mi despedida del proyecto de biodiesel, así que tomé la decisión de escribir un correo electrónico a los cuatro profesores de Ingeniería de Proyectos y a los líderes de los demás equipos, mencionándoles que por motivos familiares debía de abandonar mi proyecto dos semanas antes de fin de semestre, nombrando presidente interino a Metionina. Para ello, me tomaría dos días más aparte del tiempo de convalecencia de mi madre (debido a mi inminente asistencia a un concierto de rock, que se suspendió porque el vocalista sufría de «un fuerte problema gástrico», presumiblemente derivado del abuso de estupefacientes).

Mis compañeros no entendieron el significado de la palabra “interino”: Leucina continuó con su labor de envenenamiento para con el resto del equipo, en mi ausencia. Cuando finalmente me presenté, tuve que enfrentarlos y salí con la cola entre las patas por dos razones: primera, ellos eran cinco personas, y segunda, ninguno de ellos tuvo la menor delicadeza con respecto a mi situación (excepto por Alamina, pero al fin y al cabo eran demasiados para enfrentarlos a todos, y más estando juntos). El único que mostró interés por mi estado fue el profesor principal de Ingeniería de Proyectos, a quien después de explicarle detalladamente el asunto de la cirugía, me recalcó que mi familia es lo más importante y que no me preocupara por lo demás, nada de lo demás.

Al final del semestre, todo se resolvió de manera casi programada: mi madre salió excelente de la intervención, mi hermana recibió sus medicamentos, terminé con Valina (la otra Valina), a todos mis alumnos los pasaron sin mi consentimiento, saqué ocho en Ingeniería de Proyectos sin haber asistido a la exposición final y ya había logrado obtener el cromatograma deseado. También había eliminado el problema de los platos secos, lo único que necesitaba la torre era elevar el flujo de vapor, así que aumenté la tasa de calentamiento del rehervidor.

Para Enero de 2005, inyectaba en el cromatógrafo muestras de 1.5 μ L a una temperatura de 180°C. Ahora era tiempo de realizar las corridas definitivas. Ese fue el último semestre de mi carrera, con cinco materias inscritas. Pero tenía la fuerte sensación de que algo estaba mal, sensación que corroboré al descubrir que el integrador se había quedado sin tinta. Por ello tuve que solicitar una extensión de tiempo en el Departamento de Servicio Social, gracias a que todavía no terminaba el proyecto «debido a la falta de insumos».

En lugar de utilizar recursos monetarios del Laboratorio, acudí con las personas que recargan cartuchos de tinta a precios regulares. Después de ello, el integrador imprimió de maravilla, pero otra vez no salían los picos de las tres sustancias. En ese momento aprendí una gran lección, lección que me daría la propia profesora María Luisa. Me dijo claramente que no me saldrían las cosas bien hasta que cambiara de actitud, pues sus observaciones eran que poseía demasiado pesimismo y una actitud muy negativa. No podía tener más razón, yo estaba enojado con todo y con todos, quejándome del mundo y de la vida. Entonces decidí tomarme el resto del semestre para relajarme y terminar con los créditos de mi carrera, además de dedicarme a mi trabajo como profesor. Mientras tanto, pensaría en un proyecto de tesis.

En un principio, tenía deseos de escribir una tesis intitulada “Ingeniería Química para Niños”, en la que explicaría todos los principios físicos relacionados con Ingeniería Química a modo de *comics*, pero la profesora María Luisa me hizo entender que la labor sería titánica, y me hizo delimitarlo hasta cambiar mi decisión y extraer mi tesis del proyecto de servicio social (ya que este último significaría al menos la mitad de la prueba escrita), colocando un *comic* únicamente sobre el principio físico de destilación multicomponente, a modo de aportación cultural.

En Julio de 2005 me convertí en exalumno de la Facultad de Química. Como es usual para los recién egresados, inmediatamente busqué trabajo otra vez (renuncié a mi puesto de profesor en el CUPP), y encontré uno mejor pagado –mucho mejor pagado– en el Instituto de Educación Media Superior del Distrito Federal (IEMS), como laboratorista en el plantel “Otilio Montaña”, que está ubicado en el Pueblo de San Miguel Topilejo. Se me advirtió claramente que estaba muy lejos de mi hogar, pero decidí tomar la oportunidad después de pensar lo siguiente: podría llegar a la

Facultad a las 08:00, terminar el experimento a las 11:00, y dirigirme al trabajo para llegar a las 13:00, saldría a las 20:00 y regresaría a casa a las 22:00 para descansar, todo esto de lunes a viernes. El plan era genial, excepto por mis infructuosos intentos de levantarme a las 06:00, e incluso me repetí varias veces: “¿Llegar a las ocho de la mañana a la Facultad? ¡Si ni siquiera llego a mediodía!” Una vez más tuve que abandonar el proyecto, que ya había registrado como tesis bajo el título “Propuesta de un Guión Experimental sobre Destilación Multicomponente para el Laboratorio de Ingeniería Química”.

En el IEMS, aprendí bastantes cosas acerca de la vida laboral, en especial que no todos estarían conformes con mi trabajo. Tuve que lidiar con una compañera que considera que hacer las cosas mal es no hacerlas a su manera, pero su manera es la incorrecta. Aparte de algunos momentos de alta tensión laboral, aprendí muchas lecciones de buen trabajo, de compañerismo, pero sobre todo, de humildad. Por ello muestro ahora mi eterno agradecimiento a las personas que allí laboran, y que en cierta forma me enseñaron a convertirme en una persona de bien y con una gran honestidad.

Regresé con la profesora María Luisa en Diciembre de 2006. Había registrado la tesis para una duración de un semestre en Octubre de ese mismo año y el plazo estaba a punto de vencer. Ya tenía el jurado, conformado por el Dr. Valiente como presidente, el Dr. Robert Johnson Bundy como vocal, y a la propia profesora María Luisa como secretaria, pues ella era ahora mi asesora de tesis. Cuando volví a ver el equipo, estaba totalmente abandonado: la torre de destilación estaba llena de polvo, el cromatógrafo de gases estaba en malas condiciones, y nuevamente se había echado a perder el cartucho de tinta del integrador. Por azares del destino, conseguí otro

cartucho con el personal del Laboratorio, y lo alisté todo para volver la semana entrante, que correspondía al periodo vacacional en el IEMS. Pero esto no sucedió, porque en el Instituto es exigencia haber laborado seis meses y un día para tener derecho a vacaciones, de tal forma que el periodo decembrino lo pasé de guardia en el plantel, con un severo problema de resfriado que se solucionó hasta la llegada de la primavera. Y con la llegada de la primavera también llegó otro momento de decisiones en mi vida.

Me estaba cuestionando qué hacía yo trabajando en una preparatoria como laboratorista en lugar de profesor, junto a dos mujeres que me echaban la culpa de todos los males del laboratorio, y sin tener más opciones que trabajar allí por mucho tiempo (el puesto inmediato superior al que tuve es Coordinador de plantel, el equivalente a Director de escuela, y no tenía la más mínima esperanza de ser considerado para la oposición), cuando un día uno de mis familiares más queridos me invitó a charlar en su casa. Al calor de unas tres ó cuatro tazas de café y una cajetilla de cigarros terminada entre los dos, me sugirió que me inscribiera a la Maestría, ya que ella conocía bien mis expectativas de vida, entre las cuales figura irme al extranjero. Le respondí que probablemente ya había cerrado la convocatoria, pero que de todas formas buscaría información.

Las tres opciones que tenía hasta ese momento eran el Instituto Politécnico Nacional (IPN), La Universidad Autónoma de Zacatecas y la Universidad Autónoma del Estado de México, pero ninguna de ellas me satisfacía porque las dos últimas se enfocaban en asuntos ambientales, y todavía no estaba publicado el plan de estudios del IPN. En busca de respuestas, encontré en *Internet* una opción de Ingeniería Nuclear en la UNAM, la cual se me hizo muy completa y se ajustaba a mis necesidades, en especial porque podía ingresar como estudiante de medio tiempo

dada mi calidad de Pasante de Ingeniero Químico. Al día siguiente, me presenté al Departamento de Energía del Posgrado de la Facultad de Ingeniería y quedé totalmente convencido de mi elección, en esa misma hora ya tenía la información y me había registrado como aspirante.

Los meses de Mayo y Junio de 2006 los pasé trabajando, y durante las horas en las que no había clase de laboratorio (o bien, mientras se daban las clases, pues el reglamento no permite intervención en ellas), estudiando para los exámenes de admisión al Posgrado, además de escribiendo los primeros esbozos de lo que sería el presente escrito.

En Julio de 2006, me convertí en estudiante de Maestría en Ingeniería, en el campo disciplinario de Energía. Así fue como dejé de lado el proyecto de destilación multicomponente otro semestre más.

En Agosto de ese año, tomé la decisión de renunciar a mi puesto en el IEMS (que ya era de planta gracias a la firma de contratos) debido al horario. A pesar de haber dejado un trabajo que sí me gustaba –porque sabía que yo solo trabajaba mejor que las dos personas del turno matutino, y además porque me sentía muy satisfecho como persona y como profesionalista–, ingresé a mi primer semestre de Maestría, y con ello, regresé una vez más con la profesora María Luisa, quien ya estaba acostumbrada a mis promesas de terminar el proyecto. También encontré trabajo, de nuevo como profesor, en el Instituto Romera.

Mi trabajo duró tan sólo dos meses: me pidieron la renuncia porque un estudiante de secundaria me acusó ante la Directora de cosas que nunca llegaron a mis oídos. De tal forma que desempleado y con dos proyectos derivados de las asignaturas del Posgrado, regresé con la

profesora María Luisa, esta vez con el firme propósito de terminar al menos los experimentos, gracias a que ya tenía mucho más tiempo libre. Y esta vez así sucedió. Terminé los experimentos (cinco en total) en Diciembre de 2006, un día antes de comenzar el periodo vacacional. Ese día fui la última persona en salir del Laboratorio.

Cuando llegué a mi casa, me dispuse a trabajar en mi tesis (que en todo momento debe entenderse como la tesis de licenciatura, para evitar confusiones). Sin embargo, había cometido un error garrafal: al momento de comenzar a estructurar el esquema de cálculo, me di cuenta de que lo mejor hubiera sido establecer una curva de calibración para el integrador, puesto que los cromatogramas que tenía en mis manos no servían de nada si no contaban con datos absolutos. Celebré el año nuevo determinando qué método de calibración sería el mejor.

Cuando regresé al Laboratorio, ya tenía designado el método de calibración. Encendí el cromatógrafo, encendí el integrador... pero los picos no aparecieron otra vez. La última opción fue llamar personalmente a un técnico especializado en cromatografía de gases. Lo primero que hizo el técnico fue regañarme por haber usado la columna a una temperatura superior a la máxima permitida. En otras palabras, la columna ya era inservible porque el empaque se había derretido. El técnico me enseñó cómo hacer para recuperar la columna en la medida de lo posible, y así lo hice, aunque no del todo bien, con resultados apenas satisfactorios. Cuando el técnico regresó, me dijo claramente que nunca volviera a poner la columna a ese régimen ni con esa cantidad de muestra. Inyectó 0.5µL de muestra a 130°C, y lo que sucedió ocho minutos después me dejó anonadado: ese Ingeniero había logrado en treinta minutos lo que yo llevaba intentando durante treinta meses. Ya era Febrero de 2007, estaba en segundo semestre de

Maestría y con un nuevo empleo, esta vez como profesor de secundaria en el Colegio Francés Pasteur.

Realicé otra vez los experimentos definitivos, esta vez con sólo tres corridas. Dejé de lado la curva de calibración porque, como lo dice claramente el manual del integrador, éste se formatea después de 96 horas de inactividad, y tomando en cuenta que ese integrador se encendería una vez cada semestre, consideré no hacer el trabajo extra.

Ese mismo mes, regresé a casa con un manojito de pruebas inútiles iguales a las primeras, por la misma razón que había olvidado: los datos. Volví al día siguiente al Laboratorio para encontrarme con otra sorpresa: la última vez que cerré la válvula de aguja del nitrógeno, lo hice con demasiada fuerza y la rompí. Tomó una semana más traer de vuelta al técnico (que ya para entonces fungía más como paramédico de cromatógrafos) y cambió la válvula, esta vez regañándome por usar mal el cromatógrafo. Cuando terminó la reparación y representó su magia de treinta minutos, me recomendó ampliamente considerar una curva de calibración. Para aumentar mi suerte, esa misma mañana había leído en el periódico una nota alarmista acerca de un accidente automovilístico en la que fallecieron tres personas por conducir bajo el influjo del alcohol. Pensé que sería una buena idea ir a la biblioteca a buscar algo de información acerca de medicina forense, y hallé lo que no había pensado hallar: información acerca del estándar interno que se utiliza, con ejemplos de cromatogramas en los que aparecen los mismos alcoholes que en mi experimento, y con el mismo tipo de columna que tenía instalada en el cromatógrafo.

Así, comenzando Marzo de 2007, hice la curva de calibración para el integrador con ayuda de un amigo, que amablemente se ofreció a “conseguirme gratuitamente” 100mL de isopropanol, suficientes para la curva de calibración y para las corridas que llevaría a cabo.

La semana de clases antes del periodo vacacional de semana santa fue definitiva. Realicé cuatro corridas con la curva de calibración. Lo que me dejó impresionado fue la predicción de la profesora María Luisa: había cambiado ya la actitud que tanto había reprochado a mí mismo, y todo funcionó a la maravilla, y lo que es más: al primer intento.

Durante el lapso de vacaciones de semana santa, edité los primeros tres documentos del presente trabajo. También me había dispuesto a dibujar el *comic* sobre destilación multicomponente, sin embargo enfoqué mis esfuerzos enteramente en la redacción, simplemente porque tendría que dibujar el *comic* enteramente a mano, y si hubiera correcciones, tendría que dibujarlo todo otra vez. Además, no encontraba la manera en que los personajes de mi *comic* pudieran explicar el fenómeno de la destilación multicomponente porque no eran seres humanos. Había prometido a la profesora María Luisa que tendría la tesis completa regresando de vacaciones de semana santa. Promesas, promesas, promesas.

De esta forma, terminé el segundo semestre de Maestría, el trabajo que había conservado durante seis meses y los datos experimentales definitivos de mi proyecto de tesis. Ahora sólo era necesario escribir, y después de toda la serie de trámites de rigor, estaría titulado.

En Julio de ese año, justo el día que me senté a terminar de una vez por todas con mi tesis, me enteré que mi hermana había tenido un fuerte conflicto en su lugar de residencia, y que se vería obligada a regresar a casa. Después de negociarlo con la familia, decidimos que yo cuidaría de ella las cinco semanas de vacaciones, y por lo tanto, tampoco en ese periodo logré mi cometido. De hecho, para ese momento; y prácticamente desde que terminé los créditos de la carrera; había notado en mí una sensación general de apatía, desinterés y falta de inspiración con respecto al proyecto de tesis. Después de cuidar a mi hermana, también había alcanzado la conclusión de que no era que no podía terminar el proyecto, era que no quería terminar el proyecto.

Hasta el último día de vacaciones, se presentó de visita un familiar y me preguntó cómo iba con la tesis. Le respondí el clásico “pues ya la voy a terminar”. Ella también me recalcó que no pierda de vista mis expectativas de vida, que ya me titulara, puesto que con ello cerraría un ciclo en mi vida. Su mensaje me dejó tan profundamente convencido que esa misma tarde me senté frente a la computadora. Esa noche terminé con el Capítulo 4 del trabajo, y comencé el último.

El único problema que tenía ahora era el desempleo. Mis recursos se estaban agotando y no me sentía lo suficientemente animado como para encontrar trabajo nuevamente. Así que acudí con mi tutor de Posgrado, y me recomendó un puesto como becario, con el que me quedé. Como era de esperarse, no obtuve remuneración alguna hasta mediados de Octubre de 2007, y hasta entonces me había sostenido gracias a la ayuda de mi familia (aunque, por supuesto, la mitad de ese jugoso cheque se esfumó en pagar dicha deuda). Para finales de ese mismo mes, vi lo que tanto tiempo había esperado ver: había terminado mi trabajo de tesis. En teoría, al menos. Aún faltaban las correcciones.

En Noviembre de 2007, ya estaba inscrito en el tercer semestre de Maestría, tiempo en el cual obtuve el principio de lo que es el proyecto de investigación, mientras luchaba por no hacer dos tesis al mismo tiempo. También estaba aún trabajando como becario en el Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico (CCADET) de la UNAM, en un proyecto relacionado con mi área de estudios de Posgrado. Ya había entregado los engargolados a cada uno de mis sinodales, a sabiendas de que todos ellos podrían tener el escrito ya revisado una semana después.

El plan, entonces, era efectuar las correcciones finales en la mejor temporada posible: el período vacacional de Diciembre de 2007. El Dr. Johnson simplemente firmó el voto aprobatorio y me devolvió mi tesis una semana después. El Dr. Valiente me entregó sus correcciones, que se veían particularmente cargadas en los cálculos del Capítulo 4. La I.Q. María Luisa no entregó las correcciones debido a... no lo sé, sólo no las entregó antes de salir de vacaciones –y aunque lo supiera, naturalmente no lo plasmaría aquí–.

¿Hacer las correcciones de mi tesis, en vacaciones? ¿En vacaciones? ¿Quién lo hace? Yo no, excepto por el último día: el primero de Enero de 2008. Corregí todo el texto hasta el propio Capítulo 4, pues a pesar de tener la custodia de los apuntes personales del Dr. Valiente acerca de destilación multicomponente, no logré llegar a un resultado favorable. De tal suerte que ese mismo mes, volví para solicitar su ayuda. Pero no tuve la oportunidad de hacerlo, pues me enteré de que estaba en período de incapacidad. Tuve que esperar, pues de todas formas aún faltaban las correcciones de la I.Q. María Luisa. Así, el proyecto se vio congelado un par de meses más. Tuve finalmente una cita con el Dr. Valiente para una asesoría exclusiva respecto de los cálculos

de mi tesis. Para entonces, de conformidad con lo escrito líneas arriba, ya era Marzo de 2008. El Dr. Valiente, de forma muy amable y paciente, me ayudó con el cálculo pertinente para una de las corridas, y me aconsejó que lo hiciera sin prisa. Y, ¿quién tendría prisa por apurarse un mes cuando el proyecto ya cumplía su quinto año?

Recibí también las correcciones de la I.Q. María Luisa, que básicamente eran del tipo estructural: cambiar unas cuantas palabras, traducir figuras al idioma español, entre otras cosas. Cuando regresé a casa, intenté corregir todo de manera integral, es decir, corrigiendo los capítulos uno por uno, según lo estipulado por mis sinodales. Me di cuenta entonces que, al fin y al cabo, entre los dos me habían deshecho el Capítulo 4 casi en su totalidad, y eso significaba que también el Capítulo 5 quedaría en las mismas condiciones. Siguiendo el consejo de ambos (la I.Q. María Luisa también mencionó que debería llevarlo con calma), comencé poco a poco a corregir la parte más fuerte del proyecto. Sin embargo, también había un factor escolar que me aquejaba duramente: una asignatura de la Maestría que solicité a mi tutor llevar a modo de optativa en la Facultad de Ciencias, cuyo nombre era Protección Radiológica. En esta asignatura me di cuenta de la clara diferencia de formaciones académicas, ya que todos mis compañeros son Físicos, por lo que me vi envuelto en una serie de lagunas debido a la enorme cantidad de conceptos (todos de índole clínica) que por supuesto desconocía. Pero, a pesar de saber que tengo la capacidad para con todas estas cosas y más, decidí que sin importar el resultado del semestre, mi prioridad era, simplemente, el proyecto de destilación multicomponente.

Tuve que luchar nuevamente conmigo mismo y con la apatía que usualmente me rodea un mes más, porque Abril significa “fiesta en casa”. El 26 del mismo mes es el cumpleaños de mi

hermana (con su correspondiente celebración, que incluye pastel, globos y muchos regalos) y por ello se tuvieron que hacer algunas modificaciones a la casa, tales como pintura, herrería, limpieza general, etcétera.

Justo al día siguiente, terminé el resto de los cálculos para las otras tres corridas. Ahora sólo faltaba plasmar todo ello en los lugares correspondientes.

El trabajo definitivo terminó justo antes de comenzar el mes de Mayo de 2008, después de cinco años de tribulaciones. A pesar de la gran alegría, ver el escrito terminado me dejó con una sensación ciertamente de frustración: no podía creer la sencillez de un trabajo que se pudo haber realizado en tan sólo seis meses. En fin, dicen que las cosas buenas vienen para los que saben esperarlas.

Y es aquí donde termina mi relato. Ahora, he cambiado mi modo de pensar y mi actitud, y además tengo la firme esperanza de obtener el título de Ingeniero Químico antes de que termine el semestre, pues de otra forma las cosas en la Maestría se complicarían levemente.

Al mirar a través del tiempo veo tantos recuerdos, algunos dolorosos, algunos placenteros. Muchas personas se han ido, muchas personas he dejado atrás, y muchas personas permanecen aún a mi lado, confiando en que lograré llegar a ser más de lo que soy. Pero más profundo que todo ese amor, más profundo de lo que mis seres queridos pueden llegar a comprender, está mi deseo de sobrevivir, de salir del cuarto del montón y de ser una persona mejor día tras día. Yo sé

que titularme no me dará todo eso, pero al menos habré terminado algo que comencé hace mucho tiempo... y eso que no he terminado muchas cosas que haya empezado...

*Dicen que Dios creó al hombre y la mujer...
El ser humano tiene una bomba de desplazamiento positivo.
El ser humano tiene un complejo sistema de tuberías de flujo laminar.
El ser humano tiene cinco sistemas diferentes de medición.
El ser humano cuenta con al menos dos reactores y uno de ellos está constantemente catalizado.
El ser humano también posee una central eléctrica que además funge como sala de control.
Por si esto fuera poco, la mujer tiene la capacidad de recrear todos estos sistemas y más.
... ¿Me preguntan si Dios creó al hombre?
Dios también creó la Ingeniería Química.*

– Jorge Valentín Zertuche Rodríguez.

BIBLIOGRAFÍA

- ALLTECH
Chromatography Sourcebook Catalog 500 00/01
USA, 2000; p. 142.
- Braithwaite, A., Smith, F.
Chromatographic Methods
4th Edition, Chapman and Hall, London, 1985; p. 191.
- Geankoplis, C.
Transport Processes and Unit Operations
3rd Edition, Prentice Hall, USA, 1993; pp. 644, 647, 649-651.
- Henley, E.
Operaciones de Separación por Etapas de Equilibrio en Ingeniería Química
Reverté, México, 1990; pp. 478, 483.
- Hines, A., Maddox, R.
Transferencia de Masa - Fundamentos y Aplicaciones
Prentice Hall, México, 1987; p. 362.
- King, C.
Separation Processes
2nd Edition, McGraw-Hill, USA, 1980; p. 331.
- Macherey-Nagel Düren
GC '91 Gas Chromatography
USA, 1991; p. 25.

- McNair, H.
Basic Gas Chromatography
American Chemical Society, USA, 1997; p. 138.

- Perry, R.
Manual del Ingeniero Químico - Tomo IV
McGraw-Hill, México, 1992; p. 13-36.

- Reklaitis, G.
Balances de Materia y Energía
McGraw-Hill, México, 1989; pp. 620-621.

- Treybal, R.
Operaciones de Transferencia de Masa
2da Edición, McGraw-Hill, México, 1985; p. 480.

- Valiente, A.
Problemas de Transferencia de Calor
Limusa, México, 1988; pp. 510-513.

- Van Winkle, M.
Distillation
McGraw-Hill, USA, 1967; p. 287.

- Wankat, P.
Separations in Chemical Engineering - Equilibrium Staged Separations
Prentice Hall, USA, 1988; pp. 287-289.