



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLÁN

**"CONSTRUCCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN EMPAQUE
ESTRUCTURADO CATALÍTICO TIPO KATAPAK-SP 11 PARA LA
COLUMNA DE DESTILACIÓN REACTIVA ESCALA LABORATORIO
INSTALADA EN LA NAVE 1000"**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERA QUÍMICA

PRESENTA:

MÓNICA YADIRA BARRÓN SÁNCHEZ

ASESOR: DR. MARTÍN ROGELIO CRUZ DÍAZ

COASESOR: I.Q. ELVIA MAYEN SANTOS

CUAUTITLÁN IZCALLI, ESTADO DE MÉXICO, 2017



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
UNIDAD DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTO APROBATORIO

M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
PRESENTE

ATN: I.A. LAURA MARGARITA CORTAZAR FIGUEROA
Jefa del Departamento de Exámenes Profesionales
de la FES Cuautitlán.

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: Trabajo de Tesis

Construcción y caracterización de un empaque estructurado catalítico tipo Katapak-SP 11 para la columna de destilación reactiva escala laboratorio instalada en la Nave 1000.

Que presenta la pasante: **Mónica Yadira Barrón Sánchez**

Con número de cuenta: 412000775 para obtener el Título de la carrera: Ingeniería Química

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el **EXAMEN PROFESIONAL** correspondiente, otorgamos nuestro **VOTO APROBATORIO**.

ATENTAMENTE

"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 15 de Febrero de 2017.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
PRESIDENTE	Dr. Eligio Pastor Rivero Martínez	
VOCAL	Dra. Abigail Martínez Estrada	
SECRETARIO	Dr. Martín Rogelio Cruz Díaz	
1er. SUPLENTE	I.Q. Paula Alvarez Fernández	
2do. SUPLENTE	I.Q. Miguel Ángel Vázquez Flores	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

IHM/cga*

Dedico el presente trabajo de tesis a mis padres, Mónica Sánchez y Fernando Barrón, y a mis hermanos, Diego y Litzzy. Gracias por motivarme e impulsarme a ser una persona de bien y a dar siempre lo mejor de mí para lograr cada una de mis metas pese a cualquier adversidad.

AGRADECIMIENTOS

A Dios, quien me ha guiado y acompañado con su amor en todo momento. Gracias por permitirme terminar ésta etapa importante de mi vida.

A mi familia, quien me alentó y apoyó para concluir éste trabajo. Gracias por motivar mi coraje para salir adelante y hacerme entender que la vida tiene ciertas dificultades que sin amor, perseverancia y esfuerzo son complicadas de resolver.

A la UNAM, por la inversión que realizó en mí al abrirme sus puertas para formarme como Ingeniera Química en la FES – Cuautitlán, Campo 1. Gracias por darme la oportunidad de vivir ésta etapa de preparación dentro de tus instalaciones porque cada persona que conocí en ellas me dio una enseñanza intelectual y personal de gran valor.

A la DGAPA-UNAM, por la beca recibida del proyecto TA100415.

Al Dr. Martín Cruz e Ing. Elvia Mayen, asesor y co-asesora de tesis, quienes me brindaron su apoyo, paciencia, experiencia, conocimiento y orientación para que pudiese culminar ésta tesis con éxito.

Al Dr. Eligio Pastor Rivero, Dra. Abigail Martínez, Ing. Paula Álvarez, Ing. Miguel Vázquez y Dra. Alicia Rodríguez, por su tiempo, apoyo, atenciones y consejos brindados.

A Ottmar Serrano, compañero en la realización de éste proyecto y quien me ayudó a obtener las experimentaciones necesarias para el mismo. Te agradezco además que me hayas brindado tu amistad, apoyo, aliento, consejos, compañía y confianza durante estos meses de trabajo arduo para ambos.

A Draucin Jiménez Celi, por haber apoyado en la manufactura de material de vidrio que forma parte de la columna de destilación reactiva.

A Isaac Ríos, Rosario García, Jacqueline Medina, Irazema Oliva, Rocío García y Claudia Rodríguez por motivarme a finalizar éste proyecto y brindarme su apoyo incondicional, consejos y cariño.

A mis compañeros de la generación IQ 39, ya que de cada uno me llevo una gran lección de vida.

Investigación realizada gracias al Programa de Apoyo a Proyectos de Investigación e Innovación Tecnológica (PAPIIT) de la UNAM . Proyecto TA100415: Escalamiento de una columna de destilación reactiva para la síntesis del propionato de propilo.

“La primera cosa esencial en la química, es que se deben llevar a cabo trabajos aplicados y experimentos, ya que aquel que no los realiza jamás alcanzará los más altos grados del conocimiento.”

Yabir ibn Hayyan

ÍNDICE

LISTA DE TABLAS.....	VII
LISTA DE FIGURAS	VIII
NOMENCLATURA	XI
RESUMEN.....	XIV
INTRODUCCIÓN.....	XV
CAPÍTULO 1. ANTECEDENTES	2
1.1 Destilación convencional	2
1.2 Destilación reactiva.....	4
1.2.1 Ventajas y desventajas.....	6
1.2.2 Aplicaciones.....	7
1.3 Clasificación de empaques.....	8
1.3.1 Empaques aleatorios.....	8
1.3.2 Empaques estructurados (EE).....	10
1.3.3 Empaques estructurados catalíticos (EEC).....	12
1.4 Variables hidráulicas de una columna de destilación.....	13
1.4.1 Fracción vacía.....	13
1.4.2 Caída de presión.....	13
1.4.3 Volumen de retención de líquido.....	15
1.4.4 Distribución de tiempos de residencia.....	16
1.4.5 Factor de carga de gas (factor- f_G).....	19
1.5 Transferencia de masa en una columna de destilación.....	20
CAPÍTULO 2. OBJETIVOS	22
2.1 Objetivo general.....	22
2.2 Objetivos específicos.....	22
CAPÍTULO 3. MATERIALES Y METODOLOGÍA.....	24
3.1 Construcción del EEC tipo Katapak [®] -SP 11.....	24
3.1.1 Construcción de las láminas corrugadas.....	25
3.1.2 Construcción de los sacos catalíticos.....	28
3.1.3 Construcción de los cinturones sujetadores.....	29
3.1.4 Ensamble del EEC tipo Katapak [®] -SP 11.....	30
3.2 Características geométricas del EEC tipo Katapak [®] -SP 11.....	31

3.2.1	Determinación de la fracción vacía del EEC.....	31
3.2.2	Determinación del área superficial específica y de la fracción volumétrica del catalizador del EEC.	31
3.3	Volumen de retención de líquido estático.	31
3.4	Montaje de los EEC tipo Katapak [®] -SP 11 en la CDR escala laboratorio.	32
3.5	Caídas de presión y volumen de retención de líquido dinámico.....	33
3.5.1	Caídas de Presión.	33
3.5.2	Determinación del volumen de retención de líquido dinámico.....	34
3.6	Distribución de tiempos de residencia.	34
3.7	Eficiencia de separación del EEC tipo Katapak [®] -SP-11.....	36
CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....		40
4.1.	Características geométricas del EEC tipo Katapak [®] -SP 11.	40
4.2.	Volumen de retención de líquido estático.	41
4.3.	Volumen de retención de líquido dinámico y total.	43
4.4.	Caídas de presión.	44
4.5.	Punto de carga óptimo.....	46
4.6.	Distribución de tiempos de residencia.	49
4.6.1.	Estimación del volumen de retención de líquido total.....	52
4.7.	Eficiencia de separación del EEC tipo Katapak [®] -SP-11.....	53
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES.....		61
APÉNDICE.....		63
Parte I. Determinación de las características geométricas ε , a_{se} , y ψ del EEC tipo Katapak [®] -SP 11.....		63
Parte II. Cálculo de las propiedades físicas.		69
Parte III. Cálculo del volumen de retención de líquido estático, dinámico y total del EEC tipo Katapak [®] -SP 11.		72
Parte IV. Cálculo de la caída de presión en seco, en mojado y en el punto de inundación.		74
Parte V. Curvas de DTR.		79
a)	Obtención de las curvas C(t).	79
b)	Obtención de las curvas E(t).	81
c)	Cálculo de los momentos de las DTR's.	81
d)	Normalización de la función E(t).	82
e)	Determinación del coeficiente de dispersión axial (D_{ax}) experimental.	83

f) Curvas $E(\theta) = f(\theta)$ a partir del modelo ADM y el modelo PDEM.....	83
Parte VI. Eficiencia del EEC tipo Katapak [®] -SP 11.....	86
a) Flujo másico de destilado y composiciones.	86
b) HETP experimental.....	88
c) HETP teórico.....	89
d) Correlación de coeficientes de transferencia de masa en la fase vapor.....	93
ANEXO A.....	97
Técnicas numéricas.....	97
a) Evaluación numérica de integrales: Regla del Trapecio.	97
b) Técnica de suavización de datos: Método de las medias móviles (MM).....	97
ANEXO B.....	99
Equilibrio líquido-vapor del sistema etanol-agua a 586mmHg.....	99
a) Datos y diagrama de equilibrio T-xy.	99
b) Datos y diagramas de composiciones en equilibrio.	101
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	105

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Características y usos generales de los empaques aleatorios de acuerdo al material.	9
Tabla 2. Características de diferentes EE (Rocha, Bravo, & Fair, 1996).....	11
Tabla 3. Material y especificaciones para diferentes EE.....	11
Tabla 4. Datos geométricos característicos de algunos EEC.....	12
Tabla 5. Ecuaciones que representan a los modelos ADM y PDEM para describir la dispersión axial del flujo a través del lecho reactivo.	19
Tabla 6. Características del material empleado para la construcción de los empaques estructurados catalíticos Katapak®-SP 11.....	24
Tabla 7. Equipos e instrumentos utilizados para la construcción de los EEC Katapak®-SP 11.....	25
Tabla 8. Parámetros de caracterización geométrica del EEC tipo Katapak®-SP 11.....	40
Tabla 9. Resultados de masas mojadas y masas secas de los EEC analizados para obtener la retención estática de líquido.	42
Tabla 10. Diferencia entre los resultados analíticos y gráficos en el punto de inundación.	48
Tabla 11. Resumen de los valores de los parámetros obtenidos a partir de los modelos ADM y PDEM en la CDR.....	52
Tabla 12. Retención total de líquido obtenida a partir de las curvas experimentales de DTR y retención total de líquido dada por la suma de la retención estática y la retención dinámica de líquido obtenidas con el método de drenado.	52
Tabla 13. Dimensiones de los sacos catalíticos del EEC tipo Katapak®-SP 11	67
Tabla 14. Ecuaciones y modelos empleados para calcular las propiedades físicas.....	71
Tabla 15. Parámetros para el modelo hidráulico del EEC tipo Katapak®-SP 11.	77
Tabla 16. Concentración de KCl en función de la conductividad del líquido a 25°C.....	79
Tabla 17. Composiciones de etanol obtenidas a lo largo de la columna, en producto de destilado y en producto de fondo al operar la CDR en estado estacionario con diferentes cargas de vapor.	86
Tabla 18. Constantes del modelo de Bravo y Fair (1985) y factores de mejora de superficie para el EE Flexipac y para el EEC tipo Katapak®-SP 11.....	92
Tabla 19. Serie de las medias móviles de orden $p = 3$	98
Tabla 20. Datos de temperatura-composición.	99
Tabla 21. Datos de composiciones en equilibrio.....	101

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Columna de fraccionamiento continuo con secciones de rectificación y agotamiento (McCabe, 1991).....	3
Figura 2. Representación esquemática del proceso convencional de la síntesis de acetato de metilo (izquierda) y de la integración de los subprocesos en una unidad de destilación reactiva (derecha) (Almeida Rivera, 2005).....	5
Figura 3. Marco de diseño para un proceso de destilación catalítica.	6
Figura 4. Empaques de relleno para columnas empacadas (Seader, Henley, & Roper, 2011).	9
Figura 5. Propiedades geométricas típicas de los EE. Diámetro equivalente, D_{EQ} ; radio hidráulico, R_H ; longitud del lado corrugado, S	10
Figura 6. Modelo hidráulico propuesto por Hoffmann, Noeres, & Górak (2004).	15
Figura 7. Bosquejo de la sección vertical de un saco catalítico del EEC tipo Katapak [®] -SP 11 con tres diferentes regímenes de flujo.....	17
Figura 8. Teoría de la doble película en transferencia de masa.	20
Figura 9. Secuencia de actividades para obtener una lámina de separación corrugada.	25
Figura 10. Especificaciones de corte para las láminas del EEC Katapak [®] -SP 11.....	26
Figura 11. Distancia entre las diagonales para el corrugado (Pérez Rivera, 2014).....	26
Figura 12. Perforación de la lámina para el EEC Katapak [®] -SP 11 (Pérez Rivera, 2014).....	26
Figura 13. Texturizado de la lámina de acero inoxidable (Pérez Rivera, 2014).	27
Figura 14. Ángulos de la lámina: a) antes de corrugar; y b) después de corrugar.	27
Figura 15. Lámina perforada, texturizada y corrugada del EEC Katapak [®] -SP 11.....	27
Figura 16. Secuencia de actividades para obtener un saco catalítico de malla de alambre.....	28
Figura 17. Moldes para formar los sacos catalíticos del EEC tipo Katapak [®] -SP 11.....	28
Figura 18. Sacos catalíticos que conforman una unidad de EEC tipo Katapak [®] -SP 11.....	29
Figura 19. Secuencia de actividades para obtener los cinturones sujetadores del EEC.	29
Figura 20. Especificaciones de corte de los cinturones del EEC tipo Katapak [®] -SP 11.	29
Figura 21. Cierre del cinturón soporte del empaque.	30
Figura 22. Ensamble de los elementos construidos para obtener el EEC tipo Katapak [®] -SP 11.	30
Figura 23. Columna de destilación reactiva empleada en los experimentos.	32
Figura 24. Vista lateral del lecho empacado en el interior de la CDR.	33
Figura 25. Diagrama de flujo de proceso de la CD para determinar la caída de presión.	33
Figura 26. Diagrama de flujo de proceso de la CD para DTR.	35

Figura 27. Diagrama de flujo del proceso de destilación a reflujo total. Flujo volumétrico (F), composición (Q), presión (P), temperatura (T), peso (W), válvula de paso (V), válvula check (VC), intercambiador de calor (IC), bomba peristáltica (BX), tanque de balanceo (TK).	36
Figura 28. Procedimiento experimental llevado a cabo para la destilación de la mezcla etanol-agua.	37
Figura 29. Volumen de retención estático de líquido en el EEC tipo Katapak®-SP 11 en función del tiempo.....	42
Figura 30. Volumen de retención dinámico de líquido experimental y teórico en función del N_{Re} (recuadros).....	43
Figura 31. Retención de líquido experimental.	44
Figura 32. Caídas de presión del EEC tipo Katapak®-SP 11. Datos experimentales (puntos), resultados teóricos con base al modelo de Hoffmann, Noeres, & Górak (2004) y al modelo de Brunazzi & Viva (2006) (líneas continuas) a diferentes cargas específicas de líquido.	45
Figura 33. Caída de presión en el punto de inundación. Datos experimentales (puntos) y extrapolación de datos experimentales (líneas continuas).....	47
Figura 34. Variación de $(\Delta P_m / \Delta Z)(1 - F h_{L,CA})^5$ en función de ΔP_m	48
Figura 35. Curvas de distribución de tiempos de residencia, E(t).....	49
Figura 36. Respuestas de las curvas normalizadas de la DTR: experimental, modelo ADM y modelo PDEM. Carga específica de líquido: a) 0.6960 m ³ /m ² h, b) 1.9072 m ³ /m ² h, 2.3840 m ³ /m ² h y 3.9734m ³ /m ² h.....	51
Figura 37. Cambios de temperatura a lo largo de la columna como función del tiempo.....	54
Figura 38. Flujo másico de destilado para las diferentes cargas de vapor empleadas.....	55
Figura 39. Perfiles de composición en fase líquida para los experimentos con diferentes cargas de vapor.....	56
Figura 40. Valores HETP experimentales y calculados a partir del modelo semi-empírico de Hoffmann (2004) a reflujo total del sistema etanol-agua a 585mmHg.	57
Figura 41. Eficiencia característica de a mayoría de los empaques estructurados.	57
Figura 42. Comparación de los valores HETP experimentales y teóricos.	58
Figura 43. Coeficientes de transferencia de masa de la fase vapor.	59
Figura 44. Geometría de un saco catalítico.	66
Figura 45. Ajuste de las constantes específicas en el modelo para caída de presión en seco.	75
Figura 46. Curvas C (t) experimentales y suavizadas mediante la técnica MM3. Carga específica de líquido: a) 0.6960m ³ /m ² h, b) 1.9072m ³ /m ² h, 2.3840m ³ /m ² h y 3.9734m ³ /m ² h.....	80
Figura 47. Programa para resolver el modelo ADM.....	84

Figura 48. Programa para resolver el modelo PDEM.	85
Figura 49. Masa de destilado en función del tiempo para diferentes cargas de vapor.	87
Figura 50. Ajuste lineal de los logaritmos base 10 de los números adimensionales de Reynolds y Sherwood.....	95
Figura 51. Diagrama T-xy para el sistema etanol-agua a 586mmHg.....	100
Figura 52. Diagrama de composiciones X-Y para el sistema etanol-agua a 586mmHg.....	102
Figura 53. Diagrama de composiciones x-y para el sistema etanol-agua a 586mmHg.....	103

NOMENCLATURA

A	constante específica del EEC en la correlación de Mackowiak (Ecuación 38).
A_1	constante del modelo generalizado de Bravo y Fair (Ecuación 72).
A_2	constante del modelo generalizado de Bravo y Fair (Ecuación 72).
A_T	área total de la superficie, m^2 .
A_m	área muerta, m^2 .
B	constante específica del EEC en la correlación de Mackowiak (Ecuación 38).
a	volatilidad relativa.
a_e	área efectiva del empaque, m^2/m^3 .
a_e	área efectiva, m^2 .
a_{se}	área superficial específica por unidad de volumen, m^2/m^3 .
C	constante específica del EEC en la correlación de Stichlmair (Ecuación 37).
$C(t)$	función de la concentración del trazador, (Ecuación 48).
c	concentración adimensional del trazador.
c_t	densidad molar total, mol/m^3 .
D	constante específica del EEC en el modelo de Hoffmann (Ecuación 29).
D_L	coeficiente de difusión del líquido, m^2/s .
D_{ax}	coeficiente de dispersión axial, m^2/s .
d	diámetro, m .
d_{eq}	diámetro equivalente hidráulico, m .
E	constante específica del EEC en el modelo de Hoffmann (Ecuación 29).
$E(t)$	función de la distribución de tiempos de residencia, (Ecuación 49).
F	constante específica del EEC en la correlación de Buchanan (Ecuación 36).
F_{SE}	factor de mejora de superficie en la correlación de Bravo y Fair (Ecuación 72).
F_t	factor de corrección del volumen de retención de líquido total.
f_G	factor de capacidad del gas, $Pa^{0.5}$.
f_s	factor de pared.
g	constante gravitacional, m/s^2 .
h	altura de una unidad de empaque, m .
h_L	volumen de retención de líquido, m^3/m^3 .
HTU	altura de una unidad de transferencia, m .
k	coeficiente de transferencia de masa, m/s .
L	carga específica de líquido, m^3/m^2h .
\dot{L}	flujo molar del líquido, mol/s .
M	masa molecular, g/mol .
\dot{m}	flujo másico de destilado, kg/s .
N	número de unidades de transferencia de masa.
N_{Fr}	número de Froude.
N_{Pe}	número de Peclet.

N_{Re}	número de Reynolds.
N_{Sc}	número adimensional de Schmidt.
N_{Sh}	número adimensional de Sherwood.
N_{We}	número de Weber.
$NTSM$	número de etapas teóricas de separación por metro empacado, m^{-1} .
n_t	número de etapas teóricas de separación.
P	cantidad Paracoro.
P_1	presión en la parte inferior de la columna, Pa .
P_2	presión en la parte superior de la columna, Pa .
P_{atm}	presión atmosférica, Pa .
Q	flujo volumétrico, m^3/s .
R	constante de los gases ideales, $Pa\ m^3/mol\ K$.
S	longitud del lado de corrugación, m .
T	temperatura, K .
t	tiempo, s .
t_m	tiempo medio de residencia, s .
U	velocidad superficial, m^3/m^2s .
$U_{L,ef}$	velocidad efectiva del líquido, m/s .
V	volumen, m^3 .
X	fracción masa en la fase líquida.
x	fracción mol en la fase líquida.
Y	fracción masa en la fase vapor.
y	fracción mol en la fase vapor.
Z	altura total del lecho empacado, m .
z	longitud axial adimensional.

Subíndices

0	inicial.
1	etanol.
2	agua.
B	fondos.
c	columna.
CA	canales abiertos.
D	destilado.
d	dinámico.
ER	elemento reactivo.
ES	elemento de separación.
e	estático.
ef	efectivo.

G	gas.
i	componente de la mezcla.
L	líquido.
m	mezcla.
OG	global de la fase gaseosa.
p	partícula/catalizador.
pi	punto de inundación.
SC	sacos catalíticos.
T	total.
V	vapor.

Símbolos griegos

α	ángulo de inclinación de las láminas antes del corrugado, °.
γ	ángulo de contacto entre el líquido y el sólido, °.
ΔP_m	caída de presión del lecho mojado, Pa .
ΔP_s	caída de presión del lecho seco, Pa .
ε	fracción de espacios vacíos.
ζ	caída de presión adimensional.
η	viscosidad dinámica, $kg/cm\ s$.
Θ	tiempo adimensional.
θ	ángulo de inclinación de las líneas de corrugación de las láminas, °.
κ	conductividad del líquido, $\mu S/cm$.
λ	pendiente entre la línea de equilibrio y la línea de operación.
π	constante pi, 3.14159265359.
ρ	densidad, kg/m^3 .
σ	tensión superficial, N/m .
σ^2	varianza, s^2 .
τ	tiempo espacial nominal o tiempo promedio de residencia, s .
φ	relación de retención de líquido.
ψ	fracción volumétrica del catalizador.
ϕ	ángulo de inclinación del EEC, °.

RESUMEN

En la presente tesis se muestran los resultados del estudio de la hidráulica y la eficiencia de separación de un metro lineal de Empaque Estructurado Catalítico (EEC) tipo Katapak[®]-SP 11, mismo que construyó la autora de ésta tesis con ayuda de su asesor y de su compañero de proyecto, con base en la metodología descrita en el Capítulo 3.1. Las experimentaciones se llevaron a cabo en la Columna de Destilación Reactiva (CDR) escala laboratorio instalada en la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán (FESC) en el interior del Laboratorio Experimental Multidisciplinario (LEM) Nave 1000 de la carrera de Ingeniería Química.

Se llevó a cabo un conjunto de cinco metodologías experimentales con el fin de caracterizar el EEC construido: 1) volumen de retención estática del líquido; 2) volumen de retención dinámica del líquido; 3) caídas de presión; 4) distribución de tiempos de residencia; y 5) eficiencia de separación del empaque a partir de un sistema etanol-agua. Los resultados experimentales y la correlación de éstos con modelos semi-empíricos mostraron que la CDR opera eficientemente empleando flujos de gas con factor f_G entre 1.35 y 1.8 y flujos de líquido entre 8.0 y 10.0 L/h, además de que la presión de vapor óptima para la destilación del sistema etanol-agua empleado es de 0.85 kg_f/cm².

En general, los resultados experimentales obtenidos muestran que los modelos semi-empíricos reportados por Brunazzi y col. (2006, 2007 y 2008) para caracterización hidráulica, y por Gualito y col. (1997) y Hoffmann y col. (2004) para la eficiencia del empaque, son capaces de aproximar satisfactoriamente el comportamiento de la CDR empleando EEC tipo Katapak[®]-SP 11. Además, se observó que el funcionamiento de los empakes construidos son equivalentes a los comercializados por SULZER[®].

INTRODUCCIÓN

En la actualidad, la industria química se encuentra bajo múltiples presiones derivadas de una mayor competencia global, además de estrictas regulaciones ambientales y de seguridad industrial. Debido a ello surge una revolucionaria corriente denominada Intensificación de Procesos (IP), a través de la cual han surgido nuevas tecnologías de procesos altamente eficientes para cambiar de manera espectacular el tamaño y los costos de las plantas químicas. Ejemplo de una magnífica integración de procesos convencionales se encuentra la Destilación Reactiva (DR), proceso de separación-reacción en el cual los reactivos son transformados a productos con separación simultánea de productos y recirculación de reactivos sin reaccionar en el interior de una sola columna.

Las operaciones de reacción y separación, normalmente ocurren en unidades de operación independientes. La reacción normalmente ocurre en un reactor (intermitente o continuo, homogéneo o heterogéneo) y la separación de la mezcla al final de la reacción, se realiza en equipos de contacto de una sola etapa o de multi-etapas (por ejemplo, una columna de destilación). La DR es un tipo de operación que engloba los dos aspectos previamente mencionados, convirtiéndose en una tecnología compacta y atractiva a nivel industrial, ya que además es considerada “tecnología limpia”, pues genera un menor impacto ambiental en comparación con los procesos convencionales. La DR se utiliza en aquellas reacciones en las que la conversión de productos de interés está limitada por el equilibrio químico, tales como esterificación, alquilación, reacciones de hidrólisis de ésteres, entre otras, debido a que la reconcentración de reactivos y el retiro constante de los productos permite que se alcance una conversión superior a la del equilibrio químico, semejante a lo que ocurre en un reactor con recirculación, solo que en este caso se acopla la reacción y la separación en un solo equipo. Además, es preciso mencionar que con la DR es posible la separación de mezclas azeotrópicas cuyos componentes tienen puntos de ebullición cercanos.

Con base en lo expuesto anteriormente, surge el interés de implementar una Columna de Destilación Reactiva (CDR) escala laboratorio en el Laboratorio Experimental Multidisciplinario (LEM) Nave 1000 de la carrera de Ingeniería Química de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán (FESC), UNAM, con la finalidad de que los futuros estudiantes tengan conocimiento de los equipos más actuales que se están implementando en las industrias químicas y petroquímicas a nivel mundial. El objetivo de la presente tesis fue la construcción de un metro lineal de Empaque Estructurado Catalítico (EEC) tipo Katapak[®]-SP 11, así como su caracterización hidráulica y la determinación de su eficiencia de separación en una CDR escala laboratorio.

La estructura de la tesis se divide de la siguiente manera: En el Capítulo 1 se presentan los antecedentes del tema, donde se detallan los avances del conocimiento sobre el proceso de intensificación de la DR, resaltando las ventajas de ésta con respecto a la

destilación convencional; además, se definen los conceptos básicos de las variables hidráulicas y de transferencia de masa, con el fin de que al lector se le facilite entender el estudio realizado. En el Capítulo 2 se desglosan los objetivos que se siguieron en el transcurso de la realización de éste trabajo. En el Capítulo 3 se describen las metodologías y estrategias experimentales empleadas para alcanzar los objetivos planteados, tales como: la construcción del EEC tipo Katapak[®]-SP 11, la habilitación de la CDR con los EEC, la determinación de las caídas de presión (empaquete seco e irrigado), los volúmenes de retención de líquido estático, dinámico y total, la distribución de tiempos de residencia y la eficiencia de separación del empaque utilizando una mezcla modelo de etanol-agua. En el Capítulo 4 se reportan y analizan los resultados generados en los experimentos. En el Capítulo 5 se presentan las conclusiones obtenidas de la presente investigación. Posteriormente se presenta un apartado de Anexos, en los cuales se plasma la memoria de cálculo empleada para obtener cada uno de los parámetros mencionados en el Capítulo 4. Seguido de ello, se muestra un Apéndice donde el lector puede consultar rápidamente las técnicas matemáticas, gráficos y esquemas reportados que se emplearon en la realización de éste trabajo. Finalmente se reporta la bibliografía consultada.

CAPITULO 1
ANTECEDENTES

CAPÍTULO 1. ANTECEDENTES

El objetivo de este capítulo es mostrar el grado de avance del conocimiento actual sobre los procesos de separación-reacción, específicamente sobre la destilación reactiva aplicada a procesos limitados por el equilibrio químico. La siguiente revisión de antecedentes se centra en aspectos de destilación convencional (DC) y destilación reactiva (DR), la clasificación de los empaques utilizados en destilación y las variables hidráulicas y de transferencia de masa que afectan la eficiencia de separación en una columna de DR.

1.1 Destilación convencional

La destilación es la operación unitaria más difundida y utilizada en la industria química para la separación de componentes con diferentes volatilidades¹ de una mezcla líquida al aplicar energía calorífica.

En la destilación, una fase vapor se pone en contacto con una fase líquida, transfiriéndose masa del líquido al vapor y del vapor al líquido. Por lo general, el líquido y el vapor contienen los mismos componentes aunque en distintas proporciones. El líquido se encuentra a su temperatura de burbuja, mientras que el vapor, en equilibrio con la fase líquida, está a su temperatura de rocío. En forma simultánea, se transfiere masa desde el líquido por evaporación y desde el vapor por condensación. El efecto neto es un incremento en la concentración de los componentes más volátiles en la fase vapor y de los menos volátiles en el líquido. Debido a que la destilación implica evaporación y condensación de la mezcla, es una operación que necesita grandes cantidades de energía (Foust, 2006).

La destilación convencional es aquella que se lleva a cabo en una columna con una corriente de alimentación ($z_i F$) y dos productos: destilado (D) y residuo o fondo (B). Si la alimentación se introduce en un punto situado a lo largo de la columna, la columna se divide en una sección superior, denominada sección de rectificación, y otra inferior, que recibe el nombre de sección de agotamiento (*ver Figura 1*). La separación general que se logra entre el producto y el residuo depende primordialmente de las volatilidades relativas de los componentes, de la altura de la columna (los metros de empaque o el número de platos de contacto), de la relación de la corriente de reflujo con respecto a la corriente de destilado (R/D) y de la eficiencia de separación los empaques o platos utilizados como medio de separación entre las fases líquida y vapor.

¹ Parámetro que indica la relación entre las composiciones de la fase líquida y de la fase vapor. La volatilidad se define como la relación entre la presión parcial de vapor de un componente y su fracción molar en la fase líquida.

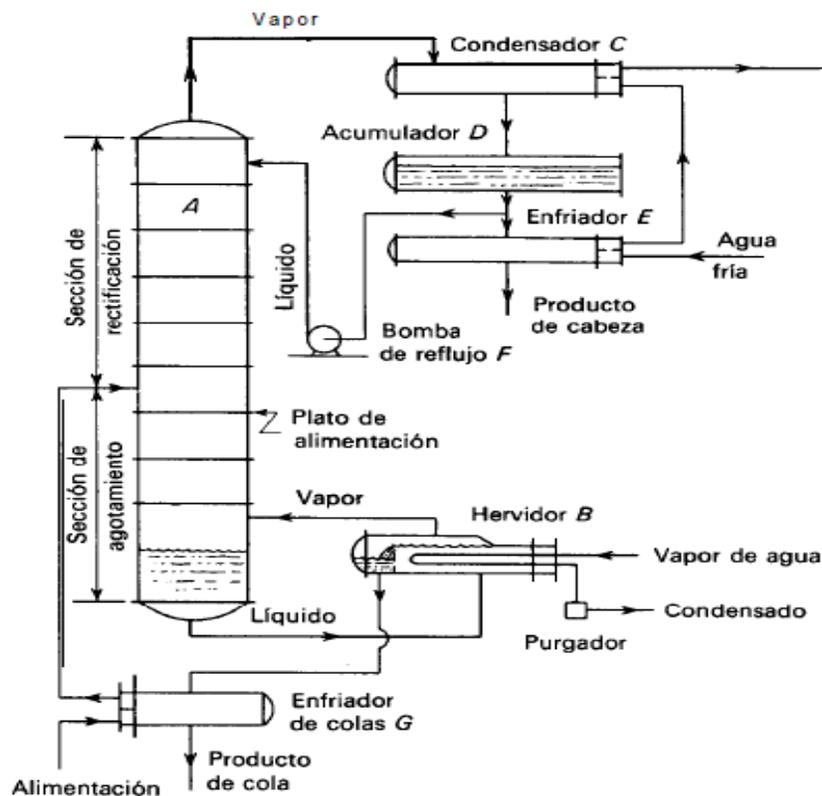


Figura 1. Columna de fraccionamiento continuo con secciones de rectificación y agotamiento (McCabe, 1991).

Considerando un proceso ideal (etapas en equilibrio) en una columna convencional, el enriquecimiento del vapor se produce en cada etapa, ya que el vapor que proviene de una etapa inferior está menos concentrado en el componente más volátil que el vapor en equilibrio con el líquido en la etapa superior, de manera que el vapor que pasa a través de la etapa superior se volverá más rico en el componente más volátil a expensas del líquido del reflujo². El reflujo entonces será empobrecido del componente más volátil a medida que va descendiendo por la columna. Es por ello que la sección por debajo de la alimentación se llama de agotamiento.

El residuo que sale por el fondo de la columna contiene el o los componentes menos volátiles, debido a que, a menos que se haya formado un azeótropo, poca cantidad de éste sale en la corriente del destilado.

Los problemas que pueden presentarse si se rebasan las condiciones operativas de la columna, al tener una velocidad excesiva de vapor o un elevado flujo de líquido, son el arrastre de líquido o el fenómeno de inundación de la columna. Una velocidad muy grande

² Sin reflujo no hay rectificación en dicha sección de la columna y la concentración del producto de cabeza no es mayor que la del vapor que asciende del plato de alimentación.

de vapor tiende a arrastrar líquido sin ser capaz de absorber lo suficiente del componente más volátil, ya que el vapor se encuentra saturado. Un flujo extremo de líquido puede inundar la torre e impedir el contacto óptimo entre las fases.

En la práctica, la destilación puede llevarse a cabo según dos métodos principales. El primer método se basa en la producción de vapor mediante la ebullición de la mezcla líquida que se desea separar y condensación de los vapores sin permitir que el líquido retorne al hervidor, es decir, sin reflujo. El segundo método se basa en el retorno de una parte o todo el condensado a la columna, en unas condiciones tales que el líquido que retorna se pone en íntimo contacto con los vapores que ascienden hacia el condensador, es decir, con reflujo parcial o total. Cualquiera de los dos métodos puede realizarse de forma continua o por lotes (McCabe, 1991).

1.2 Destilación reactiva.

La DR es una operación híbrida que combina dos de las tareas clave en ingeniería química: reacción y separación. Las primeras patentes de éste proceso aparecieron en la década de 1920, (Backhaus, 1921a,b,c) siendo aplicaciones de esterificación con sus versiones de transesterificación e hidrólisis. Sin embargo, fue hasta la década de 1980 cuando la DR tuvo importante atención como un proceso alternativo para la producción de acetato de metilo (Agreda & Partin, 1984) que podría utilizarse en lugar de destilación convencional y reacción química en secuencia (Malone & Doherty, 2000).

El ejemplo más común en libros de texto que explica la gran importancia de la aplicación de la DR es el proceso empleado por Eastman Chemicals para producir acetato de metilo, que en un principio utilizaba un proceso complejo convencional con 11 unidades conectadas entre sí. Posteriormente se aplicó el proceso de DR integrando las secciones reactiva y no reactiva en una unidad, tal como indica la Figura 2, obteniendo mayores beneficios.

El objetivo de integración de los procesos de separación y de reacción es beneficiarse de la interacción entre ambos para alcanzar mayores conversiones. Sin embargo, se debe tener cuidado con la elección y diseño del equipo, ya que están determinados principalmente por la velocidad de reacción y la volatilidad relativa del sistema. Para el caso de reacciones rápidas el tiempo de residencia debe ser corto, mientras que para reacciones lentas los tiempos de residencia necesarios son mucho más largos. Esto afecta la elección del dispositivo de contacto gas (vapor) – líquido interno de la columna (Behrens, 2006).

La mayoría de las reacciones se catalizan de forma homogénea o heterogénea. En reacciones catalizadas de forma homogénea es posible obtener un incremento en la velocidad de reacción, y por ende de conversión, al cambiar la concentración del

catalizador. Por otro lado, la velocidad de reacción en reacciones catalizadas de forma heterogénea está limitada por el intervalo de concentración que se puede alcanzar con el tipo de empaque utilizado, ya que la concentración del catalizador depende de la manera en que las partículas de éste tienen que ser inmobilizadas en la zona reactiva de la columna.

La ventaja de usar un catalizador heterogéneo es que se evita el proceso adicional de separación del catalizador, el cual es necesario en el caso de utilizar un catalizador homogéneo (tal como puede observarse en la Figura 2) de manera que los costos de inversión y producción se reducen considerablemente.

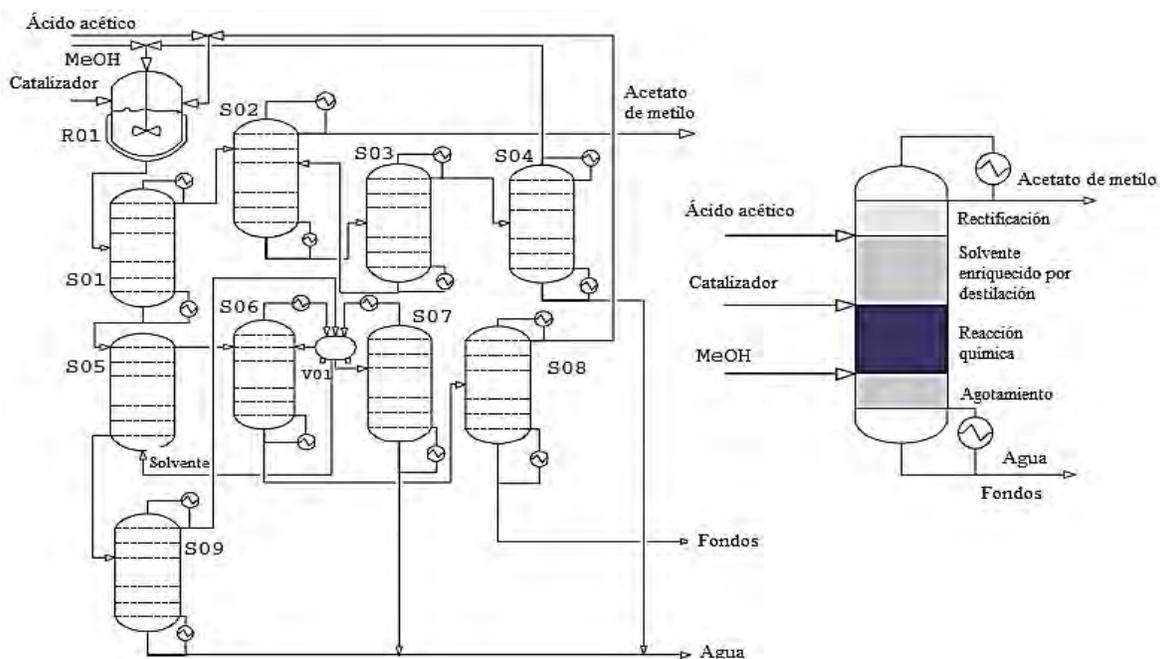


Figura 2. Representación esquemática del proceso convencional de la síntesis de acetato de metilo (izquierda)³ y de la integración de los subprocesos en una unidad de destilación reactiva (derecha) (Almeida Rivera, 2005).

Para implementar el proceso de DR es necesario tener ciertos conocimientos previos a su diseño. En la Figura 3 se explica de forma general la necesidad de estudiar la cinética de la reacción que se desea llevar a cabo en el interior de la columna, el equilibrio y comportamiento de fases, así como estudios hidráulicos del empaque que se pretende utilizar para obtener un modelo de diseño no al equilibrio de acuerdo a la reacción y con ello poder dimensionar columnas de destilación a escala industrial. Por otro lado, es necesario seguir una serie de pasos para llevar a cabo el diseño de un proceso de DR, tal como se indica a continuación: 1) estudio de factibilidad; 2) diseño preliminar; 3) selección

³ **Leyenda:** R01: reactor; S01: divisor; S02: destilación extractiva; S03: recuperación de disolventes; S04: recuperación de MeOH; S05: extractor; S06: columna azeotrópica; S07, S09: columnas de destilación flash; S08: columna de color; V01: decantador.

de los elementos de la columna y dimensionamiento de equipos; y 4) diseño detallado, control y dinámica de procesos.

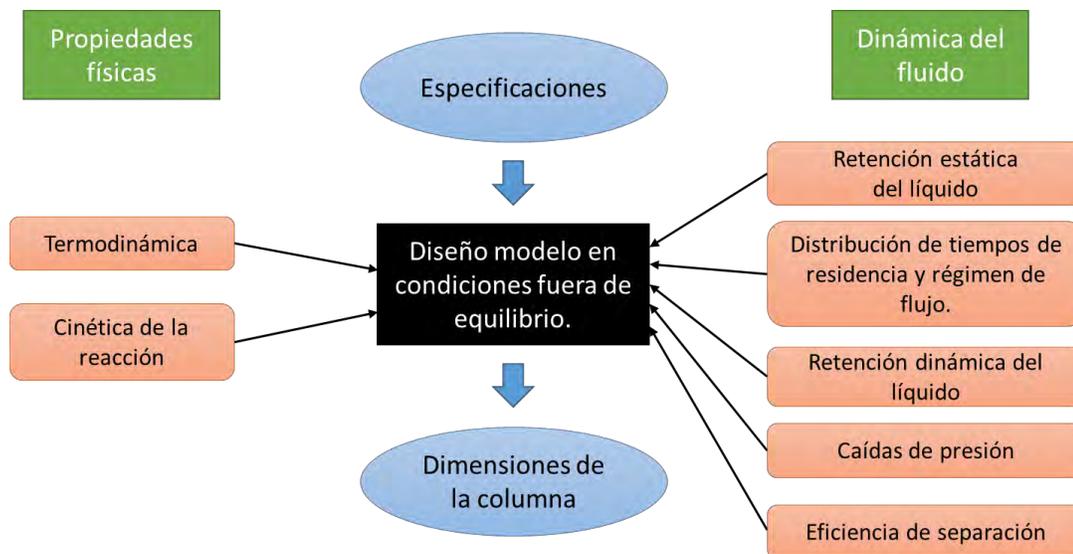


Figura 3. Marco de diseño para un proceso de destilación catalítica.

El estudio de factibilidad se puede llevar a cabo utilizando mapas de curvas residuales⁴ para representar las composiciones de producto que pueden ser obtenidas. En la fase del diseño preliminar se determina el número de etapas o las alturas de las diferentes secciones de la columna, los flujos de alimentación y su ubicación a lo largo de la columna, así como algunas optimizaciones de los parámetros de operación como la carga del rehervidor, la relación de reflujo, las retenciones de líquido y la carga del catalizador. Los modelos en estado de equilibrio son muy adecuados para hacer este primer diseño. La selección de los empaques internos de la columna tiene una influencia importante en la conversión de reacción y en la selectividad, es por ello que los modelos fuera del estado de equilibrio deberían tener éstos efectos debidamente en cuenta. Para una descripción precisa de la dinámica del proceso, los modelos de no equilibrio son esenciales.

1.2.1 Ventajas y desventajas.

La DR es un proceso integrado de gran interés industrial debido a los atractivos beneficios que ofrece. Actualmente, ésta tecnología permite sobrepasar la barrera limitante impuesta por el equilibrio químico y mejorar la selectividad del producto, en caso de reacciones múltiples, al evitar la formación de productos no deseados o secundarios

⁴ Una curva de residuo se encuentra en función del equilibrio líquido-vapor y representa la evolución con el tiempo de la composición del residuo en una destilación simple (Granados & Díaz, 2012).

(Sundmacher & Kienle, 2003). Además, es posible obtener altas conversiones de reacción gracias al desplazamiento del equilibrio del sistema hacia los productos y la inmediata remoción de uno de éstos. Entre otras ventajas existe la posibilidad de separar mezclas de líquidos cuyos puntos de ebullición se encuentren muy cercanos entre sí, utilizar el calor de reacciones exotérmicas in-situ para la destilación, disminuir el costo de inversión y de operación del proceso debido a la simplificación de equipos, reducir la cantidad de espacio y consumo de energía, reducir problemas relacionados con puntos calientes y descontrol térmico, así como evitar el uso de solventes auxiliares y complicadas rutas de separación necesarias por la aparición de mezclas azeotrópicas en el sistema.

Desafortunadamente, la limitación más grande de la destilación reactiva es la estrecha ventana factible de operación que limita la exitosa aplicación industrial. El desarrollo de nuevos catalizadores y empaques estructurados catalíticos debería ampliar la superposición en el dominio temperatura-presión viable de reacción y destilación. Otras limitaciones se refieren a los requisitos de tiempo de residencia y escalamiento (Behrens, 2006). Para poder validar la eficiencia de la aplicación de la DR experimentalmente es necesario llevar a cabo estudios experimentales en columnas de máximo 0.1m de diámetro (plantas escala laboratorio) debido a que es muy costoso realizar pruebas en plantas piloto de mayor tamaño, ya que es una gran cantidad de experimentos que deben realizarse. Esto significa que el escalamiento y diseño de una unidad industrial dependen de modelos predictivos disponibles. Obtener modelos de proceso suficientemente precisos que sean capaces de describir los fenómenos complejos e interrelacionados que se producen es una tarea difícil, debido a la gran cantidad de fenómenos físicos y químicos que interaccionan entre sí. He aquí un gran desafío para el ingeniero químico.

1.2.2 Aplicaciones.

En las últimas décadas ha existido un incremento considerable de experimentaciones dedicadas al estudio de aplicaciones de DR, ejemplo de ello es su aplicación en la síntesis de metil terbutil éter (MTBE) y etil terbutil éter (ETBE), los cuales se usan como aditivo en gasolina sin plomo para mejorar sus propiedades. Utilizando el mencionado proceso de intensificación se obtiene una mayor conversión del reactante, mejora en la eficiencia energética y disminución en el costo capital (Sneesby, Tade', Datta, & Smith, 1997). Se ha propuesto una lista de sustancias candidatos potenciales para los cuales es atractivo aplicar la DR desde una perspectiva industrial (Stankiewicz, 2003): descomposición de éteres para obtener olefinas de alta pureza; dimerización (por ejemplo, la dimerización de isobutano a iso octano para producir MTBE (Kamath, Qi, Sundmacher, Aghalayam, & Mahajani, 2006)); alquilación de compuestos aromáticos y alifáticos (por ejemplo, obtención de etilbenceno a partir de etileno y benceno y obtención de cumeno a partir de propileno y benceno); hidroisomerizaciones; hidrólisis; deshidratación de éteres y

alcoholes; deshidrogenaciones oxidativas; carbonilaciones (por ejemplo, obtención de n-butanol a partir de propileno y gas de síntesis⁵) y reacciones químicas C₁ (por ejemplo, obtención de metilal a partir de formaldehído y metanol). Actualmente se encuentra una gran variedad de estudios referentes a reacciones de esterificación aplicando DR, ya que en éstas generalmente se forman mezclas orgánico-acuosas no ideales que tienden a formar azeótropos. Ejemplos de éstos estudios son: la obtención de ácido acético con cinco diferentes alcoholes desde C₁ hasta C₅ (Tang, y otros, 2005); la producción de acetato de n-butilo a partir de n-butanol y ácido acético (Steinigeweg & Gmehling, 2002); el proceso de obtención de citrato de trietilo a partir de ácido cítrico y etanol (Kolah, Asthana, Vu, Lira, & Miller, 2008); el proceso continuo de obtención de lactato de etilo a partir de ácido láctico y etanol (Asthana, Kolah, Vu, Lira, & Miller, 2005); la obtención de propionato de n-propilo usando ácido propiónico y alcohol n-propílico (Cruz Díaz, y otros, 2012); entre otros más. Un estudio aún más reciente involucra la reacción de transesterificación de acetato de metilo con isobutanol combinando columnas de DR y extractiva (Jie, y otros, 2016).

1.3 Clasificación de empaques.

Con el fin de llevar a cabo la separación eficiente de líquidos con diferentes volatilidades dentro de columnas de destilación, se utilizan dispositivos de separación que pueden ser platos, trozos de sólidos, anillos Rashing, los anillos Lessing, las monturas Berl, los anillos Pall, las monturas Intalox, etc., o empaques estructurados.

1.3.1 Empaques aleatorios.

Entre los empaques más antiguos se encuentran los empaques de cerámica esféricos, anillos Rashing y sillas Berl, años más tarde éstos fueron sustituidos por los anillos de metal y de plástico Pall[®], los anillos de metal Bialecki[®] y las monturas de cerámica Intalox[®], los cuales proporcionan una mayor superficie de transferencia de masa, mayor capacidad de flujo y menor caída de presión. Con el fin de permitir un mayor paso de flujo a través del empaque se desarrollaron diseños tipo rejilla, entre los que se encuentran sillas de metal Intalox IMTP[®]; anillos de metal, plástico y cerámica Cascade Mini-Rings[®]; empaques metálicos Levapak[®]; anillos de metal, plástico y cerámica Hiflow[®]; empaques de metal Tri-packs[®]; y anillos de plástico Nor-PAC[®], que exhiben menor caída de presión y una tasa mayor de transferencia de masa. La mayoría de los empaques o rellenos al azar están disponibles en diámetros nominales que van desde 1 a 3.5 pulgadas. Dentro de la “cuarta generación” de empaques aleatorios se encuentran los anillos VSP[®], Fleximax[®] y súper anillos Raschig[®], los cuales cuentan con una geometría ondulada que promueve un

⁵ Mezcla de monóxido o dióxido de carbono e hidrógeno.

mojado más uniforme en la superficie. El resultado es una baja caída de presión y la eficiencia de transferencia de masa no decrece al incrementar el diámetro de la columna, lo cual permite una mayor longitud empacada antes de que sea necesario colocar un redistribuidor de líquido (Seader, Henley, & Roper, 2011).

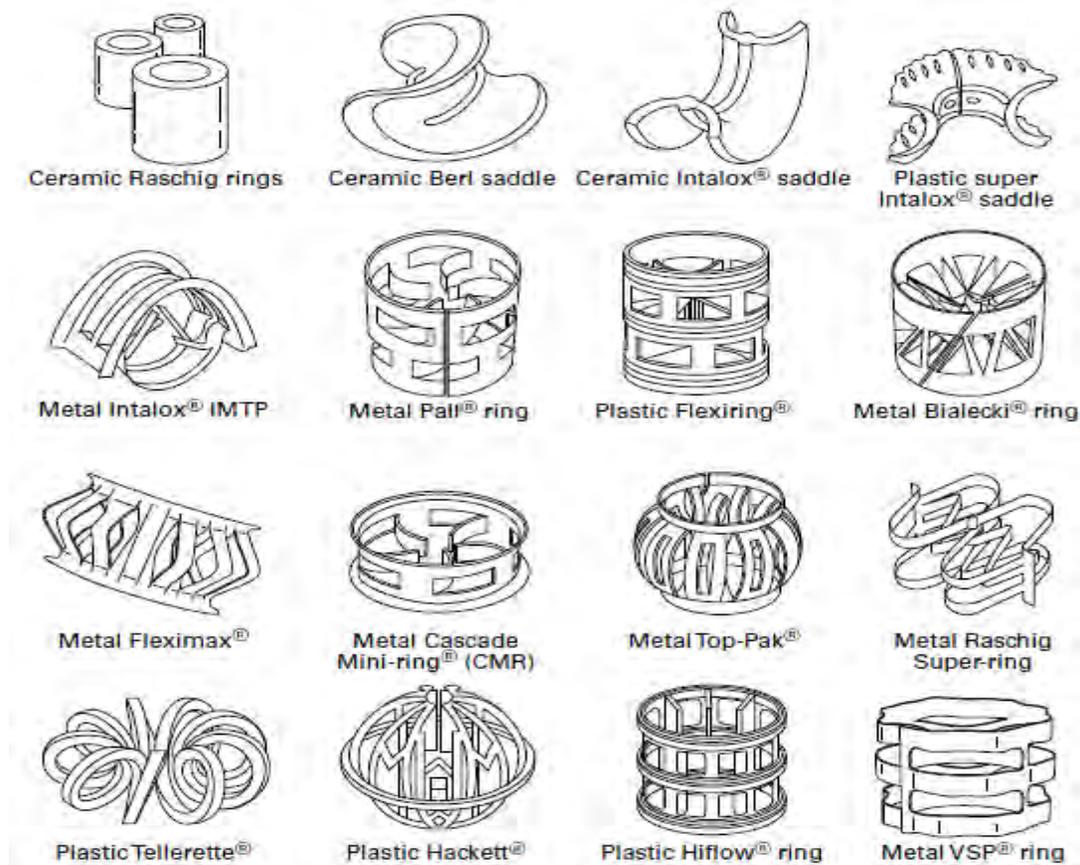


Figura 4. Empaques de relleno para columnas empacadas (Seader, Henley, & Roper, 2011).

Tabla 1. Características y usos generales de los empaques aleatorios de acuerdo al material.

Material de empaque de relleno	Características	Uso
<i>Metal</i>	Resistentes, ligeros, buena humectabilidad, alto costo.	Fluidos no corrosivos. El acero inoxidable es recomendable para fluidos corrosivos.
<i>Cerámica</i>	Humectabilidad superior, mediana resistencia.	Ambientes corrosivos y elevadas temperaturas.
<i>Plástico (comúnmente polipropileno)</i>	Baratos, resistencia suficiente, humectabilidad baja para flujos de líquido bajos.	Fluidos corrosivos y no corrosivos a temperaturas no mayores a 125°C.

1.3.2 Empaques estructurados (EE).

La idea de beneficiar el flujo del líquido y del gas a través del lecho empacado con base en su geometría conllevó a crear la nueva generación de Empaques Estructurados (EE) con el fin de obtener caídas de presión bajas sin sacrificar la eficiencia o capacidad de la columna. Los hermanos Sulzer fueron los primeros en fabricar éste tipo de empaques en Suiza, cuyo desarrollo resultó exitoso, por lo que fueron comercializados por una gran cantidad de compañías (Fair & Bravo, 1990). La alta eficiencia que ofrecen los EEC corresponde a una baja relación de reflujo a utilizar, lo cual conduce a una reducción de la cantidad de energía empleada para una separación deseada. La gran desventaja fue el alto costo por unidad de volumen, razón por la que su uso en industrias químicas y de petróleo fue adoptado lentamente.

Un bosquejo general de la geometría típica de los EE se muestra en la Figura 5. Las láminas corrugadas metálicas o mallas metálicas (dependiendo del tipo de empaque) son acomodadas de forma adyacente de manera que el líquido pueda escurrir sobre su superficie en toda la sección transversal y el flujo de gas pueda ascender a través de los canales formados. La geometría característica de los EE disminuye la caída de presión con respecto a los empaques anteriores a ellos, además de que su área específica permite que se lleve a cabo un contacto mucho más eficiente entre las fases líquido-gas, y por ende, favorece la separación de los componentes volátiles del sistema. En la Tabla 2 se muestran las características principales de distintos EE.

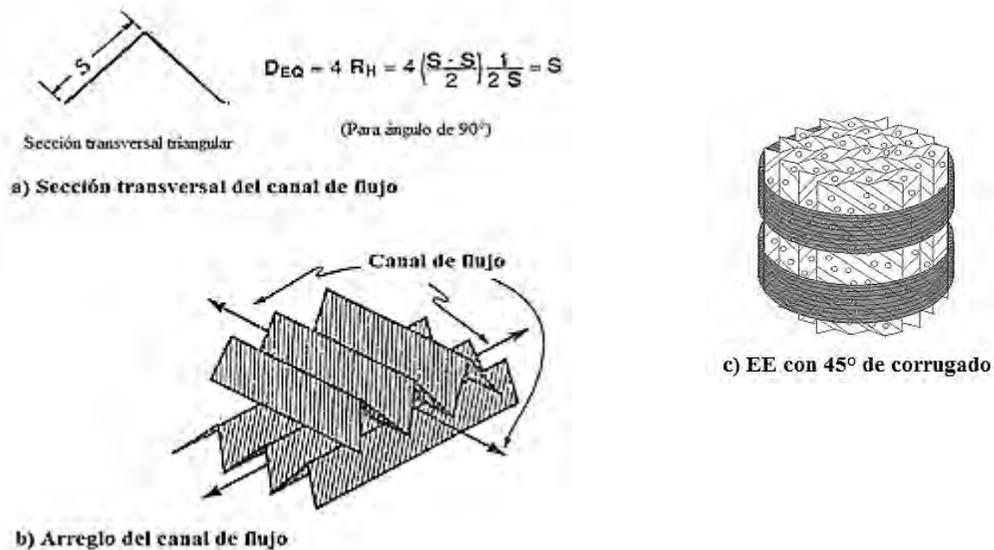


Figura 5. Propiedades geométricas típicas de los EE. Diámetro equivalente, D_{EQ} ; radio hidráulico, R_H ; longitud del lado corrugado, S .

Tabla 2. Características de diferentes EE (Rocha, Bravo, & Fair, 1996).

	Flexipac®-2	Gempak® 2A	Gempak® 2AT	Intalox® 2T	Mellapak®	Mellapak® 250Y	Mellapak® 350Y	Mellapak® 500Y	Sulzer® BX
a_{se} (m ² /m ³)	233	233	233	213	229	250	350	500	492
ϵ	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.93	0.91	0.90

Nota: Todos los EE tienen un ángulo de 45° con respecto a la horizontal excepto Sulzer BX, el cual tiene un ángulo de 60°. Donde: fracción de espacios vacíos, ϵ ; área superficial específica, a_{se} .

En la Tabla 3 se resume información acerca de las ventajas, material de fabricación y procesos de aplicación de los EE mencionados en la Tabla 2.

Tabla 3. Material y especificaciones para diferentes EE.

EE	Ventajas	Material	Aplicaciones
Flexipac®	Proporcionan menor caída de presión por etapa teórica y mayor capacidad comparada con bandejas/platos y empaques aleatorios convencionales.	Desde acero inoxidable tradicional hasta aleaciones, acero dúplex moderno y materiales exóticos como el titanio y el zirconio	Destilación de hidrocarburos que funcionan bajo condiciones moderadas de vacío y a presión atmosférica.
Gempak®			
Intalox®	Debido a sus grandes tamaños de prensado de corrugación, proporciona una eficiencia superior en comparación con otros EE de superficie similar, manteniendo al mismo tiempo una excelente capacidad y características de caída de presión.	Acero al carbón (no recomendable), aleaciones de acero inoxidable, aluminio, titanio, aleaciones de níquel, aleaciones de cobre, zirconio.	Sistemas con altas cargas de líquido, sistemas de alta presión, procesos atmosféricos, aplicaciones en vacío y aplicaciones en sistemas acuosos.
Mellapak®	Su estructura hecha a partir de malla metálica en lugar de láminas proporciona menor caída de presión y mayor eficiencia en comparación con EE anteriores.	Disponible en una amplia gama de tipos de acero inoxidable, aleaciones y termoplásticos.	Adecuado para una amplia gama de aplicaciones desde cargas líquidas bajas a muy altas, desde vacío hasta presión moderada para destilación y a alta presión para sistemas de absorción y desorción.
Sulzer BX®	Permite separaciones difíciles de componentes en químicos finos.	Amplia gama de tipos de acero inoxidable y aleaciones.	En vacío de 1 mbar a presión atmosférica. Para obtención de: monómeros de plásticos, ácidos grasos, alcoholes grasos, ésteres de ácidos grasos, mono, di, tri y tetra-etilenglicoles, productos farmacéuticos, fragancias y separaciones de isómeros mixtos.

Nota: Información obtenida de los sitios web de Koch-Glitsch y Sulzer para los EE mencionados en ésta tabla.

1.3.3 *Empaques estructurados catalíticos (EEC).*

Con el fin de obtener un proceso de DR, MULTIPAK[®] comenzó a desarrollar una nueva tecnología de empaques para éste tipo de columnas (Hoffmann, Noeres, & Górak, 2004), los cuales se componen de dos elementos principales: elemento de separación (láminas corrugadas de malla/lámina metálica) y elemento de reacción (bolsas catalíticas de malla metálica llenas de partículas de catalizador de 1-3mm de diámetro para evitar las limitaciones de transporte intra-partícula) ensamblados en secuencia. Dichos empaques se conocen como Empaques Estructurados Catalíticos (EEC). La geometría de los EEC permite operar altas cargas de gas y líquido en la columna debido a los espacios abiertos en forma de canales (donde accede el flujo de gas) y las bolsas catalíticas (que permiten el flujo descendente del líquido) sin obtener caídas de presión elevadas. El diseño modular de los EEC permite variar el tamaño relativo de las zonas de separación y reacción al colocar una mayor cantidad de hojas corrugadas entre ellas. La transferencia de masa entre las fases gas-líquido y su mezcla se garantiza por la geometría de las bolsas del catalizador y los numerosos puntos de contacto que proporcionan las hojas de malla/lámina metálica. El elemento reactivo del empaque puede contener diferentes tipos de catalizador de acuerdo a la reacción que desea llevarse a cabo.

De forma general, el diseño de EEC debe cumplir los siguientes requisitos i) amplio rango de carga de gas y líquido en la columna; ii) flujo uniforme de líquido a través de la zona catalítica; iii) evitar la aparición de zonas estancadas; iv) abrasión limitada del catalizador; v) carga variable del catalizador; vi) fácil intercambio/reemplazo del catalizador.

En la Tabla 4 se muestran las características geométricas principales para diferentes EEC presentes en el mercado.

Tabla 4. Datos geométricos característicos de algunos EEC.

	MULTIPAK [®] -I ^a		MULTIPAK [®] -II ^a		KATAPAK [®] -S ^b	KATAPAK [®] -SP 11 ^{c, d}		KATAPAK [®] -SP 12 ^d
d_c, mm	50	100	50	100	220	50	100	100
a_{se}, m²/m³	300	370	270	300	122.3	199	210-219	282-283
ψ	0.200	0.246	0.327	0.398	-	-	0.418	0.297
ε	0.714	0.647	0.589	0.515	0.37	0.810	0.743	0.80-0.82
φ (°)	60	60	45	45	45	45	45	45
S (mm)	7.5	7.5	5.6	5.6	5.0	-	-	-
ε_{ES}	0.72	0.72	0.72	0.72	-	0.70	0.70	0.70
ε_{ER}	0.310	0.370	0.300	0.300	-	0.399	0.399	0.399
d_p (mm)	0.85	0.70	0.85	0.85	1.00	1.00	1.00	1.00

^a (Hoffmann, Noeres, & Górak, 2004); ^b (Baten, Ellenberger, & Krishna, 2001); ^c (Brunazzi & Viva, 2006); ^d (Viva, y otros, 2011). Donde: diámetro de la columna, d_c; área superficial específica, a_{se}; fracción volumétrica del catalizador, ψ; fracción vacía, ε; ángulo de inclinación con respecto a la horizontal, φ; longitud del lado de corrugación, S; fracción de espacios vacíos del elemento de separación, ε_{ES}; fracción de espacios vacíos del elemento reactivo, ε_{ER}; diámetro de partícula, d_p.

1.4 Variables hidráulicas de una columna de destilación.

Con el fin de conocer la ventana de operación de una columna de DR, es necesario obtener los parámetros hidráulicos que se utilizan en la determinación la eficiencia de separación y en el diseño de la columna. Las variables hidráulicas de interés son: la caída de presión, el volumen de retención de líquido (hold up), el coeficiente de dispersión axial del líquido, la fracción vacía de la columna y el factor de carga f_G .

1.4.1 Fracción vacía.

La fracción de espacios vacíos es una variable muy importante para la evaluación de las caídas de presión, los volúmenes de retención de líquido y la eficiencia de separación del tipo de empaque que se pretende utilizar como elemento de separación dentro de una CD. Los empaques que poseen una alta fracción de espacios vacíos proporcionan mayor área superficial específica, lo cual favorece el contacto entre las fases líquido y gas y promueve una eficiente transferencia de masa. Además, el hecho de que los empaques tengan grandes fracciones vacías significa que las caídas de presión son pequeñas y dan oportunidad de manejar altas capacidades de líquido en la CD. Una baja caída de presión reduce el volumen de líquido retenido a lo largo de la columna, de manera que el punto de inundación (el cual limita la capacidad de la columna) se ve desplazado hacia un valor más alto de factor- f_G del gas.

1.4.2 Caída de presión.

La caída de presión se puede definir como la fuerza motriz requerida para hacer pasar un fluido a través de una sección empacada. En el área de empaque se manejan dos términos: caída de presión seca y caída de presión irrigada. La caída de presión seca se obtiene al hacer pasar solamente la fase gaseosa a través del lecho empacado. Ésta es función del gasto del gas y de los factores geométricos del empaque y muestra una tendencia lineal con respecto al gasto del gas. La caída de presión irrigada depende de la interacción tanto de la fase gaseosa como de la fase líquida con la superficie del empaque, provocando una caída de presión adicional dependiente de la fracción de líquido retenido debido a fenómenos de transferencia de momento, tales como la ondulación de la interface y arrastre de gotas. Debido a ello presenta una tendencia lineal con respecto al gasto del gas hasta un determinado punto, después del cual adopta un comportamiento exponencial gracias al aumento repentino de la caída de presión y de la fracción de líquido retenido, estableciendo así una condición de inundación. El punto de inundación indica el establecimiento de los límites de operación, permite estimar la capacidad del empaque de

acuerdo a sus dimensiones y delimitar la región en que se pueden variar los flujos del proceso.

Los dos enfoques más comunes para modelar la hidráulica en columnas empacadas incluyen el modelo de partículas y el modelo de canal. En el modelo de partículas se supone que el gas fluye alrededor de una partícula de relleno, la cual posee una dimensión característica, el diámetro característico por ejemplo, que aumenta con la presencia de líquido provocando una disminución en la fracción de espacios vacíos del lecho empacado. Por otro lado, el modelo de canal es más popular, ya que visualiza el empaque como un gran número de pequeños canales paralelos a través de los cuales el gas fluye de forma ascendente; mientras que el flujo de líquido fluye en contracorriente por las paredes de los canales, reduciendo así el área de la sección transversal disponible para el flujo del gas.

Para los EEC se asume que el líquido fluye a la misma velocidad superficial a través de los sacos catalíticos que por los canales abiertos de las láminas corrugadas ($U_{L,SC} = U_{L,CA}$), tal como se muestra en la Figura 6 (Hoffmann, Noeres, & Górak, 2004). Por lo tanto, sólo se consideran modelos que describen la hidráulica del EEC a través de los canales abiertos. Para la mayoría de éstos modelos reportados, la caída de presión del lecho irrigado se determina calculando primeramente la pérdida de presión del gas a través del lecho seco y después corrigiendo éste valor al tomar en cuenta la presencia del líquido (Buchanan, 1969). El enfoque anteriormente mencionado también hace posible el cálculo del punto de inundación dadas ciertas cargas específicas de líquido.

El punto de inundación es un parámetro importante de diseño ya que establece la máxima capacidad hidráulica a la cual la columna empacada puede operar. Con base en la evidencia experimental (Fair & Bravo, 1990), cerca o en el punto de inundación se observan tres características de operación: un incremento considerable de la caída de presión al incrementar sutilmente la carga de gas (condición de inundación); una rápida disminución de eficiencia de transferencia de masa con un incremento relativamente pequeño de la carga de gas (limitación de transferencia de masa); y la falta general de estabilidad de la columna.

Para hacer uso del modelo de Buchanan (1969) y calcular las condiciones de inundación, algunos autores sugirieron el uso de un valor “razonable” de la caída de presión en el punto de inundación (1025Pa/m). Sin embargo, Brunazzi (2008) demostró que dicho valor puede no proporcionar la velocidad superficial de gas correcta en el punto de inundación, razón por la cual propuso un procedimiento de corrección para el cálculo en éste punto a partir de la ecuación de Buchanan (1969), para obtener las velocidades máximas de gas, y el modelo de canal propuesto por Hoffmann (2004), para calcular la caída de presión en seco.

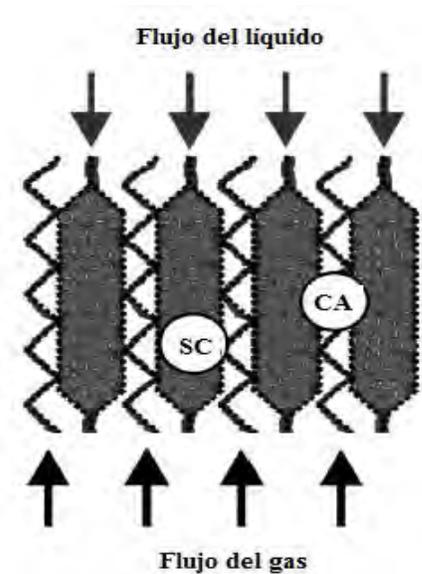


Figura 6. Modelo hidráulico propuesto por Hoffmann, Noeres, & Górak (2004).

1.4.3 *Volumen de retención de líquido.*

El líquido alimentado en la columna idealmente se distribuye a lo largo de ésta en forma de películas y gotas ocupando una determinada fracción de volumen. Esta fracción de volumen se conoce como la fracción total de líquido retenido por los empaques internos de la columna y se define como la suma de la fracción de retención estática y la fracción de retención dinámica del líquido. El primero corresponde el líquido atrapado en zonas muertas localizadas en los intersticios y protuberancias del empaque, por lo que éste posee largos periodos de permanencia y representa una fracción minúscula con respecto al total; mientras que el segundo se constituye por el líquido en movimiento que permanece temporalmente en la columna cuando ésta se encuentra en operación.

En la ingeniería de reacción, el volumen de retención de líquido se considera a menudo como la saturación líquida del lecho reactivo, es decir, el volumen de líquido contenido en un volumen unitario vacío de éste. En un lecho de partículas porosas (catalizador), la saturación total es la suma de las contribuciones interna y externa. La primera corresponde al líquido contenido en el interior del volumen de poro de las partículas porosas; mientras que la segunda se refiere al líquido que se mantiene en los espacios vacíos de las cavidades rellenas de catalizador, la cual se compone de una saturación estática y otra dinámica u operativa.

El tamaño de malla de los sacos catalíticos del EEC asegura el acceso del líquido, previene la salida de las partículas del catalizador y prácticamente inhibe el flujo de gas en su interior. De manera que el volumen de retención y velocidad superficial del líquido

dentro de los sacos catalíticos influye directamente en el rendimiento de reacción del empaque. Por ende, el volumen de retención y la velocidad superficial del líquido a través de las láminas corrugadas se vuelven las principales responsables de las interacciones con el gas y llevar a cabo la separación de fases. Por lo tanto, el volumen de retención de líquido es un parámetro importante para determinar la caída de presión, capacidad y eficiencia de la CDR.

1.4.4 Distribución de tiempos de residencia.

El uso de la Distribución de Tiempos de Residencia (DTR) se centra en la caracterización del mezclado y del flujo dentro del reactor para poder comparar su conducta con los modelos teóricos ideales correspondientes. Las dos principales aplicaciones de la DTR para caracterizar reactores no ideales (tales como los sacos catalíticos que conforman parte del EEC empleado en la experimentación que se analizará en la presente tesis) son:

- Diagnóstico de problemas de reactores en operación, como la detección de corto-circuitos.
- Predicción de conversión de la reacción.

Entre las características que deben estudiarse para modelar una CDR se encuentra la DTR, además de los estudios de caídas de presión, retención de líquido y eficiencia de transferencia de masa, ya que influye tanto en la transferencia de masa como en la reacción química. La curva de DTR proporciona información acerca del tiempo medio de residencia del líquido en la mezcla de reacción dentro del EEC, es decir, del tiempo de reacción. Además, permite determinar la carga de líquido, los diferentes regímenes de flujo y el volumen de retención total de líquido.

Así como para el volumen de retención de líquido y la caída de presión, el régimen de flujo influye significativamente en el comportamiento del tiempo de residencia dentro del EEC tipo Katapak[®]-SP 11.

El análisis de los datos de las DTR's permite identificar la variación del régimen de flujo a través del lecho reactivo, desde el mojado parcial del EEC hasta la condición deseada del Punto de Carga, caracterizado por la irrigación completa de los empaques. La Figura 7 muestra un bosquejo de la sección vertical de un saco catalítico del EEC tipo Katapak[®]-SP 11 con tres diferentes regímenes de flujo: A) debajo del punto de carga, B) en el punto de carga, y C) sobre el punto de carga.

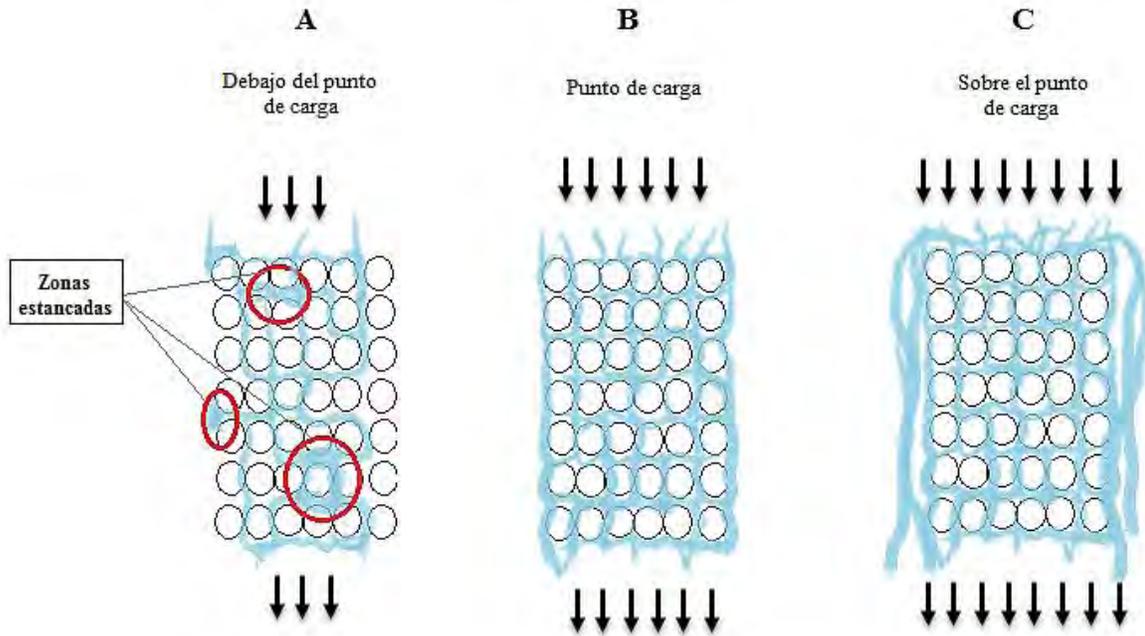


Figura 7. Bosquejo de la sección vertical de un saco catalítico del EEC tipo Katapak[®]-SP 11 con tres diferentes regímenes de flujo.

Cuando el flujo de líquido está por debajo del punto de carga, las partículas del catalizador están generalmente mojadas debido a su pequeño tamaño. Sin embargo, el espacio entre las partículas de catalizador no está totalmente saturado con líquido. El efecto capilar extrae el líquido de los sacos catalíticos rellenos de catalizador hacia su superficie. Una vez que el líquido está dentro del empaque, éste continúa su camino descendente hasta salir del fondo del empaque. Debido a las cargas relativamente pequeñas de líquido, las zonas estancadas con altos tiempos de residencia pueden presentarse en la estructura del EEC. Las zonas estancadas pueden desencadenar reacciones secundarias. Con el incremento de la carga de líquido, la velocidad del flujo de líquido y el grosor de la capa líquida alrededor de las partículas del catalizador aumentan, mejorando el fenómeno de transferencia de masa. Además, con el incremento de la velocidad del líquido también incrementa el volumen de retención dinámica de éste, trayendo consigo la disminución de la concentración del catalizador definida como la relación entre la masa del catalizador y la masa de líquido en la zona reactiva. En el punto de carga, se alcanza la condición en la que las partículas del catalizador se encuentran completamente mojadas, de manera que el lecho catalítico está totalmente inundado. La tensión superficial entre el líquido y la malla metálica previene la salida lateral del líquido. Desde el punto de vista de la tecnología de reacción, la condición favorable para la operación de la CDR empleando EEC es cerca del punto de carga. Para cargas de líquido por arriba del punto de carga, el saco catalítico está completamente saturado de líquido y el exceso fluye fuera de éste como bypass sobre las

láminas corrugadas, produciendo una mala distribución. El caudal a través del saco catalítico es el mismo que resulta en el régimen de flujo B.

De acuerdo a lo anterior, la forma de la curva de DTR y la distribución del líquido están estrictamente relacionadas a la geometría del empaque.

La forma adimensional de la DTR en función del tiempo adimensional permite comparar el comportamiento para diferentes cargas de líquido empleadas en la CDR. Para cargas de líquido por debajo del punto de carga, la DTR suele ser relativamente estrecha pero muestra una cola pronunciada en los tiempos de residencia más largos. Este coqueo es el resultado de la presencia de zonas estancadas, las cuales se observan al emplear cargas muy pequeñas de líquido en régimen de flujo A, ya que los sacos catalíticos no están completamente llenos de líquido. El tiempo de residencia más corto corresponde al del líquido que fluye sobre las láminas corrugadas y fuera de los sacos catalíticos, lo cual implica la anticipación de la curva de DTR y del tiempo medio de residencia. Para cargas de líquido cerca del punto de carga, la DTR es también estrecha y la cola casi desaparece, ya que los sacos catalíticos ahora están completamente llenos de líquido. Para cargas de líquido por arriba del punto de carga Moritz & Hasse (1999) demostraron que, para el EEC Katapak[®]-S, la DTR resultó muy amplia y asimétrica con el coqueo en el lado más corto del tiempo de residencia, debido a que el exceso de líquido fluye como un bypass y forma canalizaciones de líquido.

El análisis de las DTR's permite también determinar los coeficientes de dispersión axial del empaque. Este fenómeno se identifica por medio de la dispersión longitudinal (D_{ax}) para distinguirlo de la difusión molecular. Existen dos modelos diferentes: i) el modelo de dispersión axial (ADM, por sus siglas en inglés) y ii) el modelo de intercambio y dispersión (PDEM, por sus siglas en inglés). El modelo ADM asume la difusión como un proceso impuesto por un flujo de pistón ideal, de manera que es ampliamente utilizado en el modelamiento y diseño de reactores químicos convencionales, especialmente para aquellos que son heterogéneos. Sin embargo, recientes estudios han aplicado éste concepto para simular reactores multifase, tal como las CDR (Górak, Jaroszyński, & Kołodziej, 2006). Con el fin de tomar en cuenta ciertos fenómenos hidráulicos que ocurren en un reactor no ideal, tales como como el estancamiento, canalización y bypass, el modelo PDEM considera dos zonas: a) una zona de flujo de fluido dinámico con dispersión axial y b) una zona estancada que intercambia masa del trazador con la zona dinámica. De esta forma, con el modelo PDEM es posible simular mejor el coqueo de las curvas de DTR.

En la Tabla 5 se muestran las ecuaciones que representan la concentración adimensional del trazador en los modelos ADM y PDEM, así como las condiciones a la frontera considerando un sistema cerrado-cerrado y las condiciones iniciales.

Tabla 5. Ecuaciones que representan a los modelos ADM y PDEM para describir la dispersión axial del flujo a través del lecho reactivo.

	Modelo ADM	Modelo PDEM
Concentración adimensional del trazador.	$\frac{\partial c}{\partial \theta} = \frac{1}{N_{Pe}} \frac{\partial^2 c}{\partial z^2} - \frac{\partial c}{\partial z}$	<p>Zona dinámica: $\varphi \frac{\partial c_d}{\partial \theta} = \frac{1}{N_{Pe}} \frac{\partial^2 c_d}{\partial z^2} - \frac{\partial c_d}{\partial z} - N(c_d - c_e)$</p> <p>Zona estancada: $\frac{\partial c_e}{\partial \theta} = \frac{N(c_d - c_e)}{1 - \varphi}$</p> <p>Donde: $\varphi = \frac{h_{L,d}}{h_{L,d} + h_{L,e}}$</p>
Condiciones a la frontera para un sistema cerrado-cerrado.	$z = 0,$ $c = 1 + \frac{1}{N_{Pe}} \frac{\partial c(0^+, \theta)}{\partial z};$ $z = 1,$ $\frac{\partial c(1^-, \theta)}{\partial z} = 0$	<p>Para ambas zonas: $z = 0,$ $c = 1 + \frac{1}{N_{Pe}} \frac{\partial c(0^+, \theta)}{\partial z};$ $z = 1,$ $\frac{\partial c(1^-, \theta)}{\partial z} = 0$</p>
Condiciones iniciales.	$\theta = 0; \quad c(z, \theta) = 0$	Para ambas zonas: $\theta = 0; \quad c(z, \theta) = 0$

Donde: concentración adimensional del trazador, c ; longitud axial adimensional, z ; número de Peclet, N_{Pe} ; número de unidades de transferencia de masa, N ; volumen de retención de líquido, h_L ; tiempo adimensional, θ ; relación de volumen de retención de líquido, φ . Subíndices: dinámico, d ; y estático, e .

1.4.5 Factor de carga de gas (factor- f_G).

La carga de gas en una CD se puede aumentar hasta un punto en el cual el gas arrastra el líquido en forma de gotas hacia el domo de la columna, es decir, hasta que se presenta el fenómeno de arrastre de líquido e inundación en la columna. De manera que es necesario conocer la carga máxima de gas a la cual puede operarse la CD antes de llegar a las condiciones indeseables antes mencionadas. Para la determinación de la máxima velocidad de gas permisible en la CD empleando cierto tipo de empaque, se introduce el factor de carga de gas o factor- f_G . Este factor debe determinarse experimentalmente y puede encontrarse en las hojas técnicas de los empaques. De esta forma, es posible determinar la eficiencia de separación del empaque al conocer la capacidad máxima de gas a la cual se puede operar la columna y la información que proporciona el fabricante del empaque.

En la literatura es posible encontrar estudios que demuestran que el factor- f_G no influye en el comportamiento del tiempo de residencia, al menos que ésta se encuentre cerca del punto de inundación del empaque (Moritz & Hasse, 1999), por lo tanto, no se considera en estudios de DTR.

1.5 Transferencia de masa en una columna de destilación.

Las características de transferencia de masa dentro de una Columna de Destilación Reactiva (CDR) tienen una influencia significativa en el comportamiento del proceso. El estudio experimental de la tasa de transferencia de masa del gas al líquido y del líquido al catalizador, los cuales influyen en la tasa de reacción, permiten establecer la eficiencia de separación del empaque (Cruz Díaz M. , 2012). La rapidez con la cual un componente se transfiere de una fase a otra depende de un coeficiente llamado de transferencia de masa, o de rapidez, y del grado de desviación del sistema del equilibrio. Para caracterizar las tasas de transferencia de masa de las diferentes fases, se emplean el estudio de los coeficientes individuales de transferencia de masa, en los cuales intervienen concentraciones interfásicas, generalmente imposibles de determinar. Los coeficientes de transferencia de masa se caracterizan por medio del modelo de la doble película o el modelo de penetración, siendo el primero el que se emplea con mayor frecuencia. El modelo de la doble película (*ver Figura 8*) utiliza dos suposiciones principales: 1) la transferencia de masa entre la fase líquida y la fase gaseosa está controlada por la rapidez de difusión a través de las fases que se encuentran en ambos lados de la interfase; 2) no hay resistencia alguna a la transferencia de masa a través de la interfase. Con el fin de implementar el uso del modelo de etapas en condiciones fuera del equilibrio para el diseño de columnas de destilación reactiva con EE, es necesario tener disponible los coeficientes de transferencia de masa (los cuales se determinan a partir de experimentos de destilación a reflujo total) y sus dependencias con las cargas de columna para calcular un coeficiente global de transferencia de masa (Hoffmann, Noeres, & Górak, 2004), el cual se refiere a concentraciones ponderales y no interfaciales.

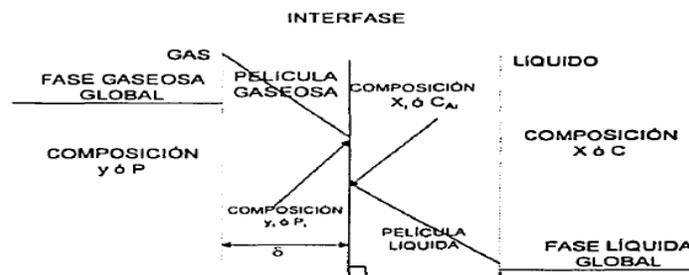


Figura 8. Teoría de la doble película en transferencia de masa.

El comportamiento de la transferencia de masa del empaque a condiciones de destilación, por lo general se expresa como la altura de etapa equivalente a un plato teórico (HETP). Este valor, junto a un factor de seguridad o de eficiencia, en conjunto con el número de etapas al equilibrio por metro (NTSM), se utiliza para determinar la altura de empaque necesario para alcanzar la separación deseada. De esta manera, la eficiencia de separación se caracteriza por el número de etapas teóricas del sistema.

CAPITULO 2
OBJETIVOS

CAPÍTULO 2. OBJETIVOS

El objetivo de éste capítulo es exponer al lector la meta establecida para la presente tesis, esperando que esta última sea la base de futuros trabajos de investigación en lo referente a destilación reactiva.

2.1 Objetivo general.

Llevar a cabo la construcción y caracterización hidráulica del empaque estructurado catalítico tipo Katapak[®]-SP 11 en la columna de destilación reactiva escala laboratorio instalada en la Nave 1000 de Ingeniería Química de la FES Cuautitlán, Campo 1.

2.2 Objetivos específicos.

- Construir un metro lineal (8 empaques, EEC) tipo Katapak[®]-SP 11 con dimensiones de 11.5cm de altura y de 5cm de diámetro nominal para la columna de destilación de 1.5m de altura y de 5.28cm de diámetro interno.
- Habilitar la columna de destilación reactiva de la Nave 1000 de Ingeniería Química con los EEC.
- Realizar estudios de hidráulica del EEC Katapak[®]-SP 11 para definir el punto de operación de la columna.
- Determinar la eficiencia de separación del EEC tipo Katapak[®]-SP 11 a partir de los estudios de transferencia de masa.

CAPITULO 3

MATERIALES Y

MÉTODOLOGÍA

CAPÍTULO 3. MATERIALES Y METODOLOGÍA

En el presente capítulo, se mostrará al lector tanto los materiales como la metodología empleada en la construcción de los EEC tipo Katapak[®]-SP 11 de la CDR escala laboratorio instalada en la Nave 1000 de la FES Cuautitlán. Así mismo, se detallará cada una de las metodologías ejecutadas con el fin de obtener la caracterización hidráulica del empaque y su eficiencia de separación.

3.1 Construcción del EEC tipo Katapak[®]-SP 11.

Las partes que conforman los empaques estructurados catalíticos tipo Katapak[®]-SP 11 son los siguientes:

- Láminas perforadas, texturizadas y corrugadas basadas en estudios previos realizados para la construcción de EE (Pérez Rivera, 2014).
- Sacos de malla de acero inoxidable rellenos de esferas de vidrio de 1mm de diámetro para emular el catalizador.
- Cinturones de malla de acero inoxidable colocados en la parte superior e inferior del empaque como sujetadores.

En la siguiente Tabla 6 se presentan las características de cada material utilizado para la construcción de los EEC. En Tabla 7 se describen los equipos e instrumentos necesarios para la construcción de los EEC.

Tabla 6. Características del material empleado para la construcción de los empaques estructurados catalíticos Katapak[®]-SP 11.

Elemento del empaque estructurado catalítico Katapak[®]-SP 11	Material	Características del material de construcción
<i>Láminas corrugadas</i>	Laina en rollo marca Precisión Brand [®] de 6inx50in	Acero inoxidable 316, espesor de 0.002in (0.0508mm), dureza Rockwell C40-45 y fuerza tensil de 185,000psi (12588.50atm)
<i>Sacos catalíticos y cinturones del empaque</i>	Malla de acero inoxidable 304	Malla de 35x35 hilos por pulgada, calibre 30, alambre de 0.254mm, abertura de 0.46mm.
<i>Relleno del saco catalítico</i>	Perlas de vidrio	1mm de diámetro.

Tabla 7. Equipos e instrumentos utilizados para la construcción de los EEC Katapak®-SP 11.

Equipo/instrumento	Uso
Tijeras de aviación	Corte de la lana y malla de acero inoxidable.
Punzón	Texturizado de las láminas.
Perforadora	Perforación de las láminas.
Pinzas electricista de 4"	Corrugación de las láminas.
Moldes para sacos catalíticos	Dar forma a la malla de acero inoxidable para construcción de los sacos catalíticos del empaque.
Tornillo de banco	Ejercer fuerza para moldear los sacos catalíticos.

3.1.1 Construcción de las láminas corrugadas.

En la Figura 9 se presenta una secuencia de bloques que describe las actividades que se realizaron para obtener una lámina de separación perforada, texturizada y corrugada.

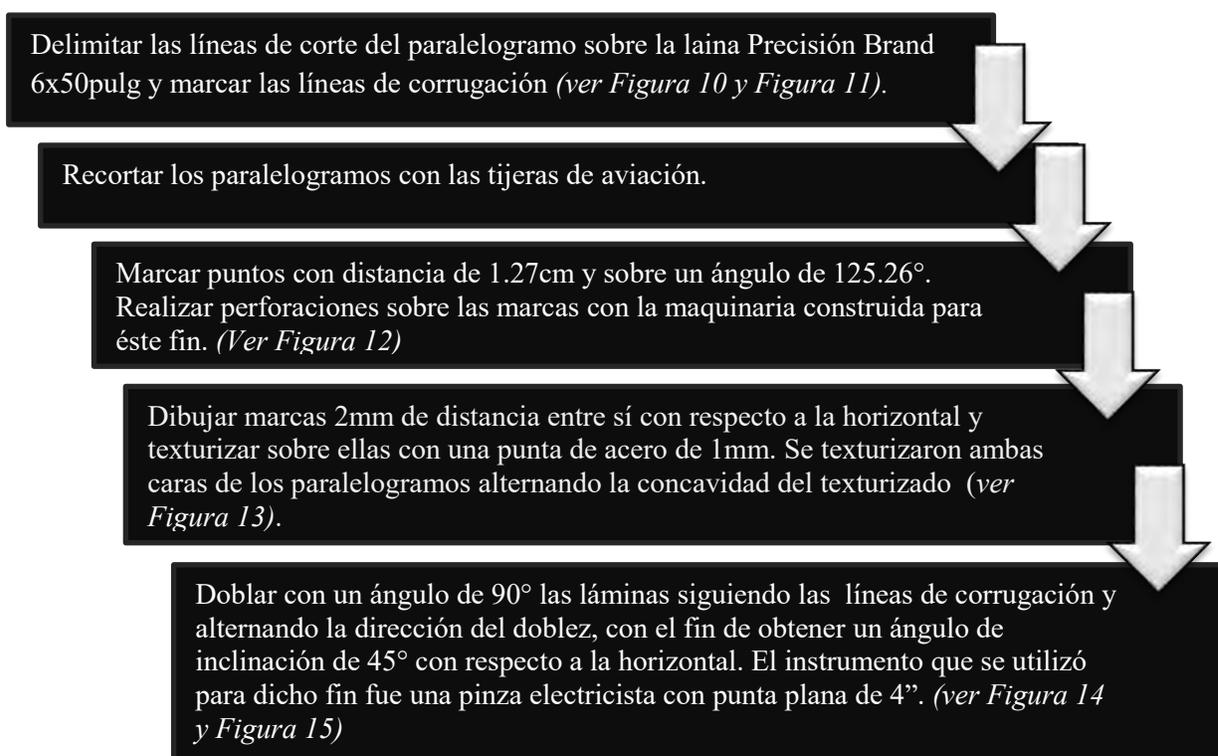


Figura 9. Secuencia de actividades para obtener una lámina de separación corrugada.

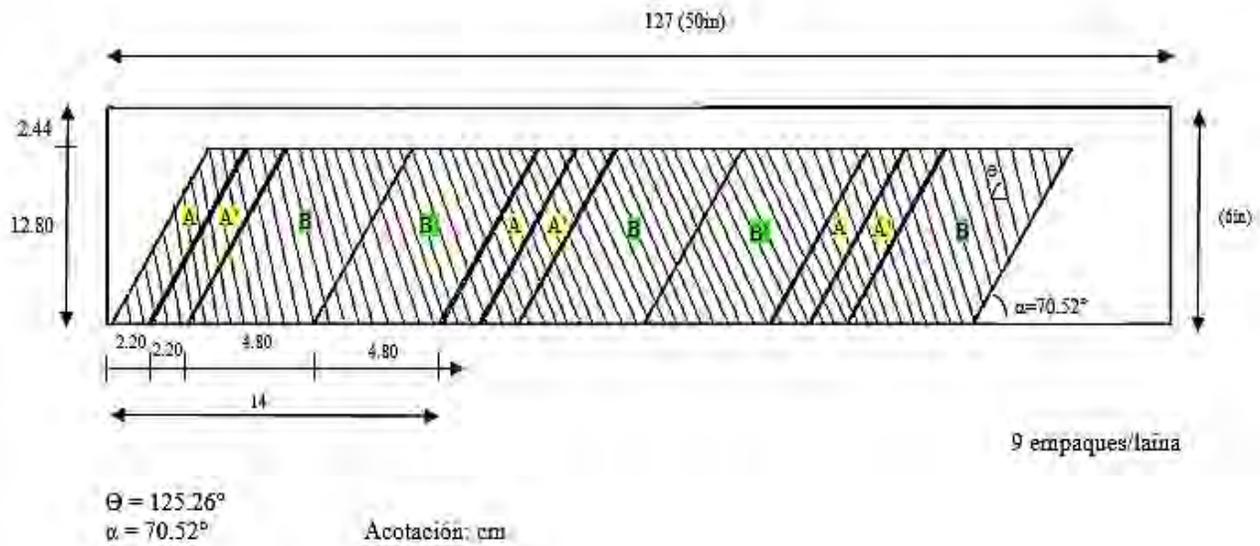


Figura 10. Especificaciones de corte para las láminas del EEC Katapak[®]-SP 11.

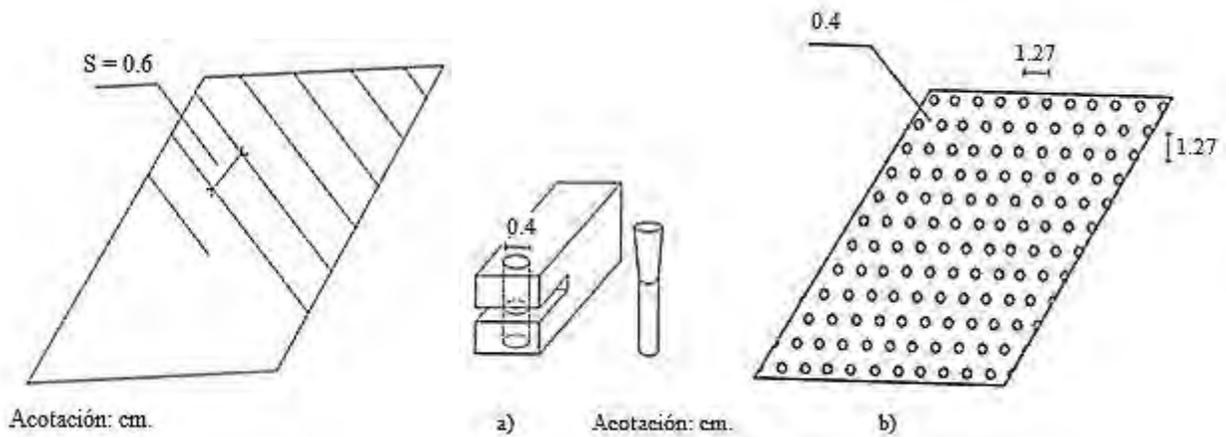


Figura 11. Distancia entre las diagonales para el corrugado (Pérez Rivera, 2014).

Figura 12. Perforación de la lámina para el EEC Katapak[®]-SP 11 (Pérez Rivera, 2014).

a) Perforadora diseñada especialmente para obtener un diámetro de perforación de 4mm en láminas de acero inoxidable; b) Dimensiones del perforado de la lámina de acero inoxidable.

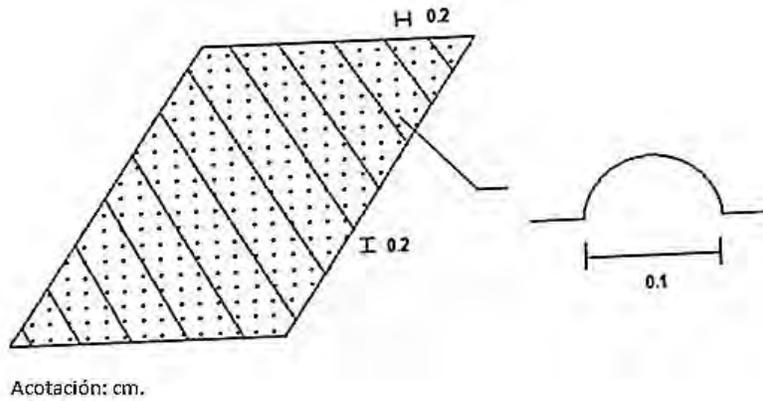


Figura 13. Texturizado de la lámina de acero inoxidable (Pérez Rivera, 2014).

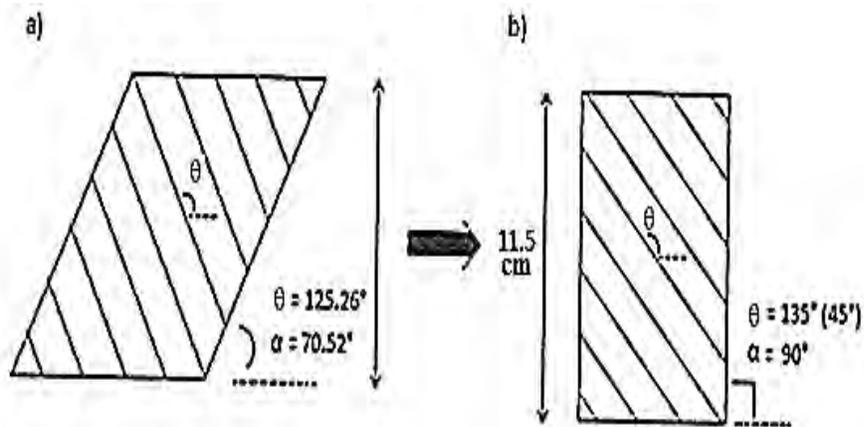


Figura 14. Ángulos de la lámina: a) antes de corrugar; y b) después de corrugar.

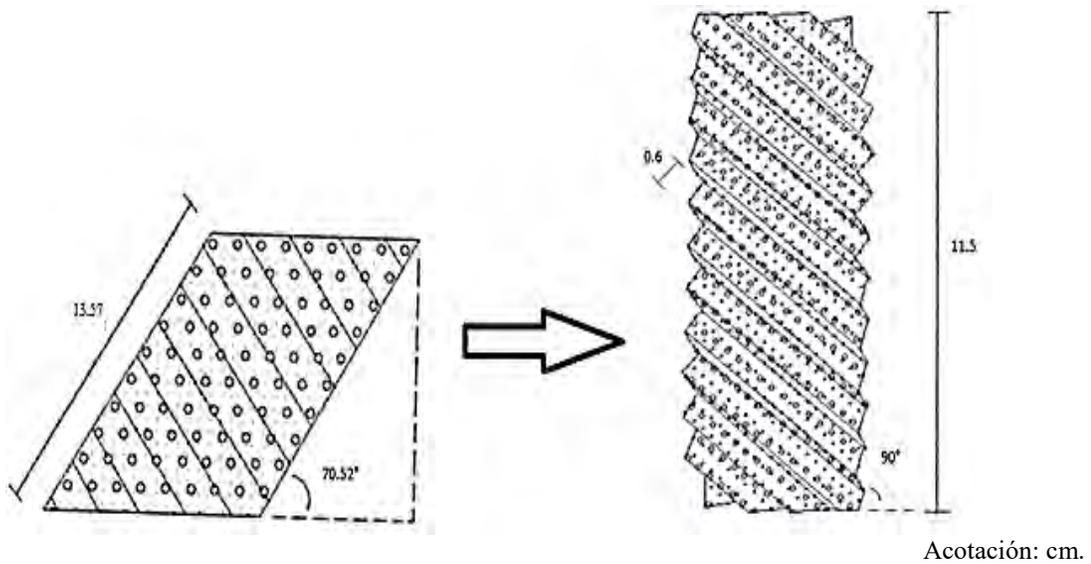


Figura 15. Lámina perforada, texturizada y corrugada del EEC Katapak[®]-SP 11.

3.1.2 Construcción de los sacos catalíticos.

En la Figura 16 se presenta una secuencia de bloques que describe las actividades que se realizaron para obtener un saco catalítico de malla de alambre.

Delimitar las líneas de corte sobre la malla de acero inoxidable. Para el saco de menor tamaño (saco tipo I) se traza un rectángulo de 4.8x12.8cm (parte C) y uno de 3.5x11.5cm (parte C'), mientras que para el saco de mayor tamaño (saco tipo II) se traza un rectángulo de 5.8x12.8cm (parte D) y otro de 4.5x11.5cm (parte D').

Recortar los moldes marcados.

Dar forma al saco catalítico con el molde de acero correspondiente al tipo de saco (ver Figura 17), centrándolo al respectivo rectángulo de malla. Ejercer la fuerza necesaria con el tornillo de banco únicamente para dar concavidad y volumen al saco, con el cuidado de no dañar sus alambres.

Armar el saco de malla uniéndolo las dos piezas que lo conforman C con C' (saco tipo I) y D con D' (saco tipo II) (ver Figura 18a). Doblar las pestañas de C ó D (según sea el caso) para abrazar y unir su correspondiente mitad C' ó D' utilizando las pinzas de electricista de 4".

Pesar 22g de perlas de vidrio de 1mm de diámetro y colocarlas dentro del saco tipo I. Pesar 35g de perlas de vidrio de 1mm de diámetro y colocarlas dentro del saco tipo II. Asegurarse de sellar el saco para evitar que se salga el relleno (ver Figura 18b).

Figura 16. Secuencia de actividades para obtener un saco catalítico de malla de alambre.

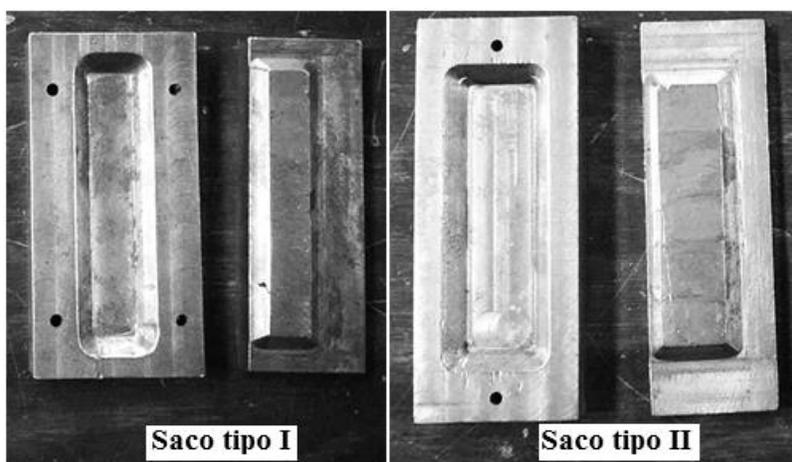


Figura 17. Moldes para formar los sacos catalíticos del EEC tipo Katapak®-SP 11.

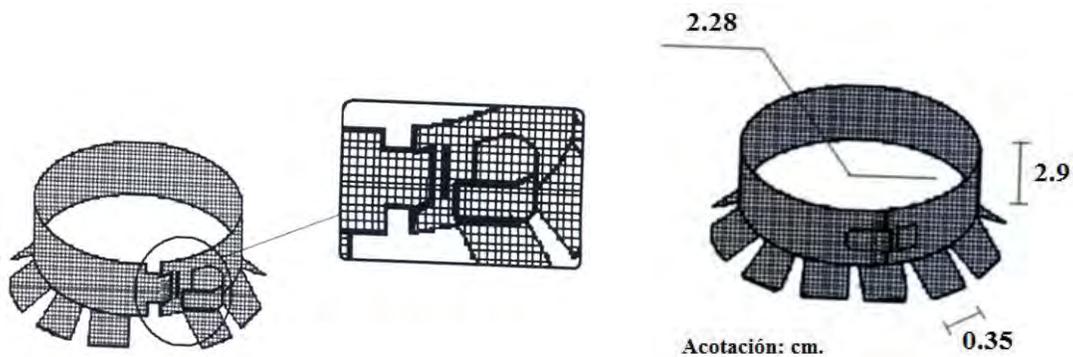


Figura 21. Cierre del cinturón soporte del empaque.

3.1.4 Ensamble del EEC tipo Katapak[®]-SP 11.

El EEC tipo Katapak[®]-SP se conforma de partes de separación (láminas corrugadas) y de reacción (sacos catalíticos), colocadas de forma intercalada (una lámina corrugada seguida de un saco catalítico y, así sucesivamente) para luego soportar la estructura con los cinturones de malla metálica, tal como se muestra la Figura 22.

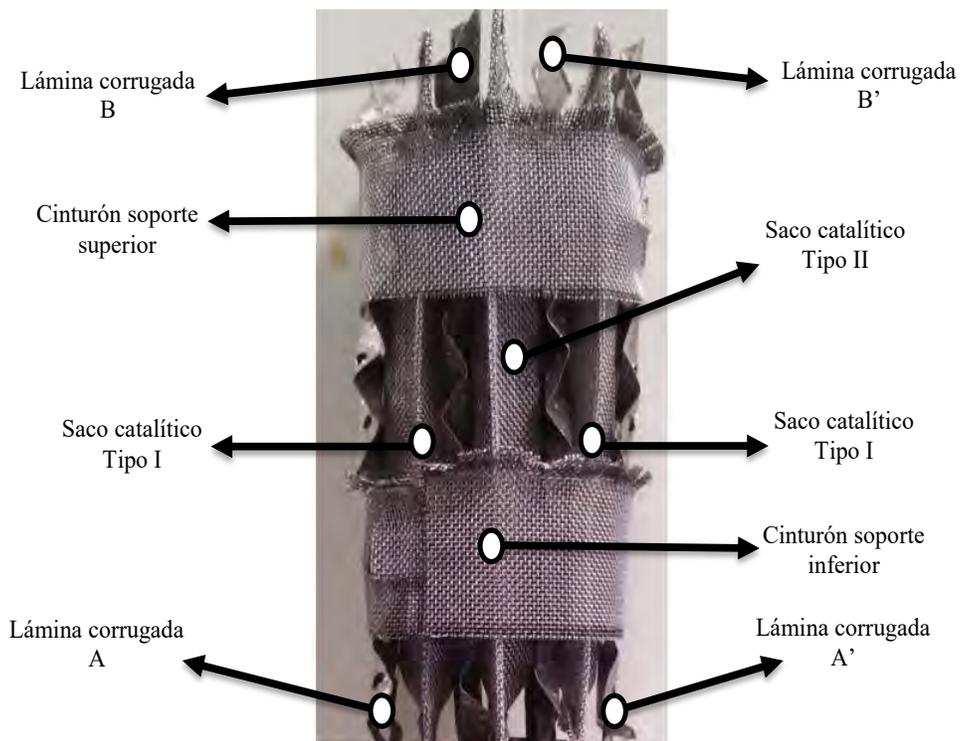


Figura 22. Ensamble de los elementos construidos para obtener el EEC tipo Katapak[®]-SP 11.

3.2 Características geométricas del EEC tipo Katapak®-SP 11.

3.2.1 Determinación de la fracción vacía del EEC.

La fracción de espacios vacíos (ϵ) por unidad de empaque se obtuvo a partir de la relación entre el volumen de espacios vacíos y el volumen total del cilindro que ocupa una unidad de empaque. El volumen total se determinó a partir de la ecuación dada para el volumen de un cilindro, considerando la altura y diámetro del empaque. El volumen de espacios vacíos se obtuvo por el método de desplazamiento de volumen, el cual consistió en introducir en un volumen de agua contenida en una probeta de 1 L, seis EEC tipo Katapak®-SP 11 y determinar el volumen de agua desplazado.

3.2.2 Determinación del área superficial específica y de la fracción volumétrica del catalizador del EEC.

El área superficial específica por unidad de volumen (a_{se}) y la fracción volumétrica del catalizador (ψ) se estimaron a partir de la caracterización geométrica del empaque, la cual se describe en el *APÉNDICE Parte I*.

3.3 Volumen de retención de líquido estático.

Para obtener el líquido estático retenido en los EEC se siguió la siguiente metodología. Se pesó un elemento de empaque totalmente seco, después se sumergió completamente en un vaso de precipitado de 1 L con agua y se sacudió durante unos segundos para remover las burbujas de aire atrapadas. Posteriormente, se retiró el empaque del vaso de precipitado y se sostuvo sobre él durante 30 segundos con el fin de drenar el agua libre del empaque. Posteriormente, el empaque se pesó a los 5min, 40min y 2h hasta obtener un peso constante. La diferencia absoluta entre el peso del empaque seco y después de transcurrido cierto tiempo de drenado proporciona la cantidad de agua retenida en el empaque. La experimentación se llevó a cabo para 6 elementos de EEC tipo Katapak®-SP 11 construidos. Posteriormente, se determinó el volumen de retención estático a través de la relación del volumen de agua retenida con respecto al volumen de un empaque cilíndrico.

Los procedimientos para determinar los volúmenes de retención de líquido dinámico y total se describirán en las siguientes secciones de este capítulo.

3.4 Montaje de los EEC tipo Katapak®-SP 11 en la CDR escala laboratorio.

Las características que tiene la CDR escala laboratorio instalada en la Nave 1000 de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán-Campo 1, la cual se utilizó para caracterizar el tipo de EEC en estudio, son las siguientes: diámetro nominal de 5cm y longitud efectiva de 1m; posee un hervidor de convección natural con capacidad de 2L y un condensador total de serpentín con chaqueta de enfriamiento. El sistema de adquisición de datos y control de variables para registrar en línea la temperatura y flujos másicos de reflujo, destilado, producto de fondo y alimentación, consiste de: (a) 6 termopares tipo J, (b) cinco bombas de diafragma (Prominent), (c) 4 balanzas tipo escalte (Radwag), (d) una tarjeta National Instruments (NI6343) y (e) el software LabView 11.0 versión académica.

Para insertar los 8 elementos de EEC al interior de la CDR se siguieron los siguientes pasos: 1) se desmontó tanto el condensador total como los módulos que conforman el cuerpo de la columna; 2) se colocaron 3 unidades de empaque en el módulo inferior de la columna, 1 unidad de empaque en cada uno de los módulos centrales, los cuales poseen recolectores de líquido, y 3 unidades de empaque en el módulo superior; 3) se unieron los módulos de la columna y el condensador total utilizando silicón rojo para alta temperatura; y 4) después de haber dejado secar el silicón, se corroboró que no hubiese fugas a lo largo de la columna.

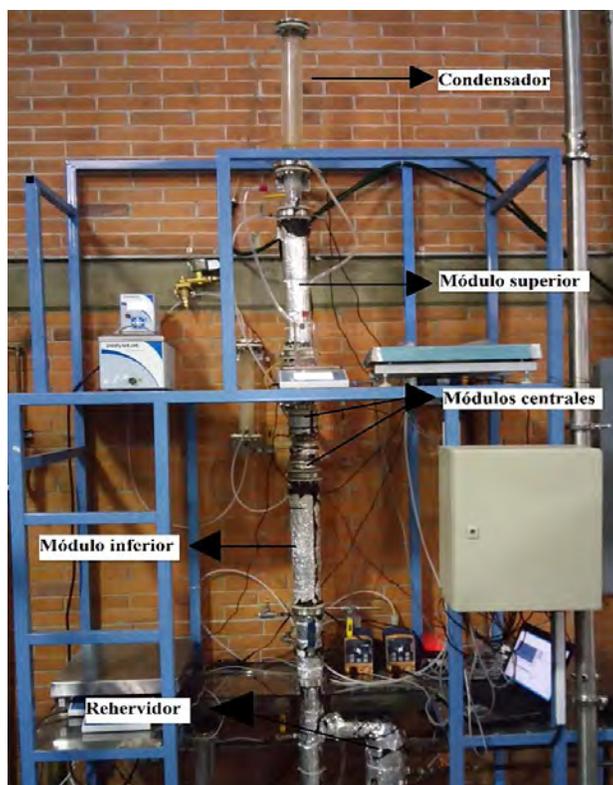


Figura 23. Columna de destilación reactiva empleada en los experimentos.

Los EEC se fijaron y rotaron en un ángulo de 90° respecto al elemento adyacente, tal como indica la Figura 24. Al acomodar de esta manera el empaque se favorece el cambio de dirección de los flujos, provocando un mayor mezclado de las fases fluidas.



Figura 24. Vista lateral del lecho empacado en el interior de la CDR.

3.5 Caídas de presión y volumen de retención de líquido dinámico.

3.5.1 Caídas de Presión.

Dos tipos de caída de presión se determinaron: a) empaque seco y b) empaque irrigado. La configuración de la columna se muestra en la Figura 25.

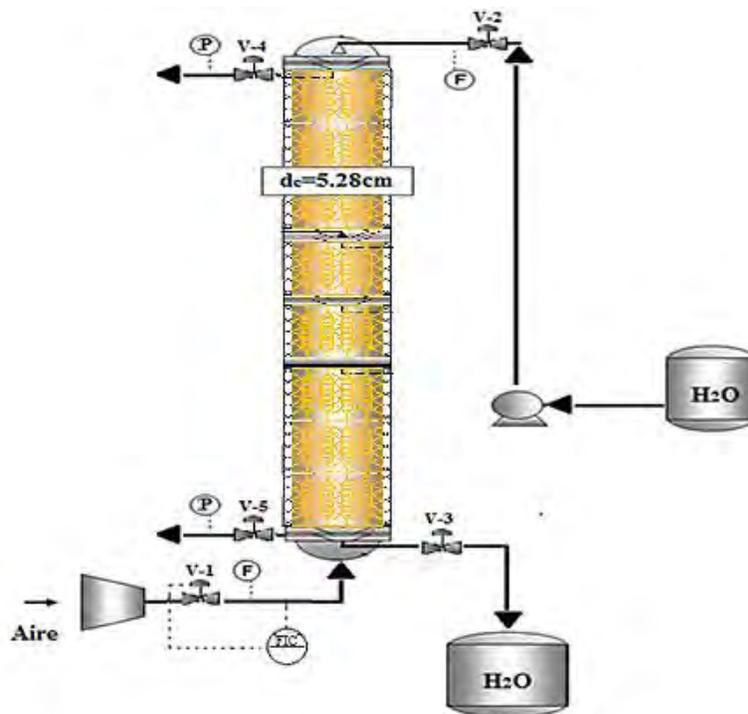


Figura 25. Diagrama de flujo de proceso de la CD para determinar la caída de presión.

La caída de presión del empaque seco se determinó a partir de la alimentación de aire, a condiciones atmosféricas, por la parte inferior de la columna de destilación. Se utilizaron diferentes flujos de aire (2.99, 4.00, 5.70, 7.00, 8.00, 8.90, 10.10 y 10.90 L/min). Para cada flujo de aire (una vez estabilizado después de 15 minutos de operación), se midió la presión interna de la columna en dos puntos: inferior (P_1) y superior (P_2) al lecho empacado. Las presiones se midieron con un manómetro diferencial tipo U lleno de agua.

La caída de presión del empaque irrigado se determinó a partir de un sistema aire-agua en contraflujo a condiciones atmosféricas. El aire comprimido se alimentó por la parte inferior de la columna y se monitoreo mediante un controlador de flujo de dispersión térmica, mientras que el agua se alimentó por la parte superior utilizando una bomba peristáltica y se distribuyó sobre el lecho empacado. Se establecieron diferentes flujos de agua a partir del porcentaje de capacidad de la bomba (20%, 40%, 60% y 80%), una vez que se estabilizó el flujo interno de la columna (después de 20 minutos), se determinó el flujo volumétrico del líquido a partir de la relación del volumen de agua recolectado en un tiempo definido de recolección; para cada flujo de líquido se determinó la caída de presión variando el flujo de aire (2.99, 4.00, 5.70, 7.00, 8.00, 8.90, 10.10 y 10.90 L/min), las presiones, P_1 y P_2 , se determinaron utilizando un manómetro diferencial tipo U lleno de agua.

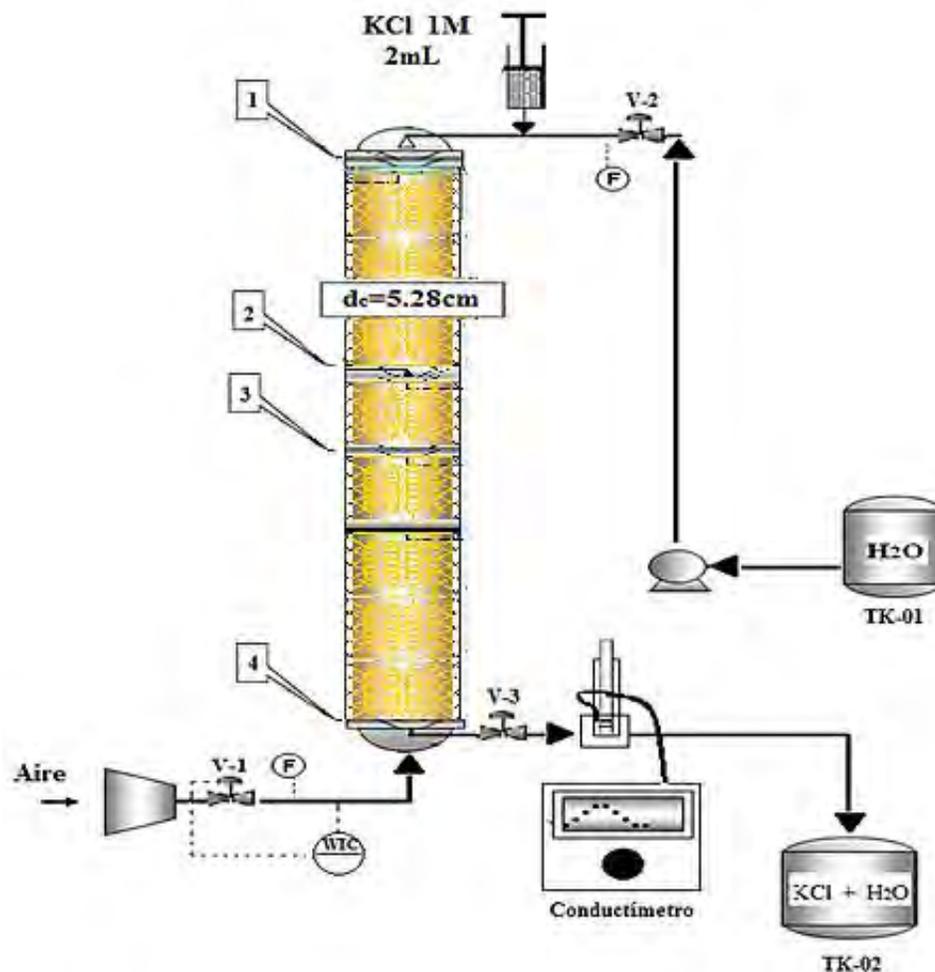
3.5.2 *Determinación del volumen de retención de líquido dinámico.*

Una vez que se determinaron las caídas de presión a empaque irrigado, se procedió a determinar el $h_{L,d}$. El volumen de retención de líquido dinámico, para cada flujo de aire establecido, se determinó a partir del método de drenado por 40min. El método de drenado consistió en: 1) cerrar las válvulas V-1, V-2 y V-3, simultáneamente (*ver Figura 25*); 2) drenar, durante 40 min, el agua que permaneció en el interior de la columna; y 3) medir el volumen de agua drenada en una probeta de 100mL.

3.6 Distribución de tiempos de residencia.

Los experimentos se llevaron a cabo utilizando un sistema Aire-Agua a presión atmosférica y a una temperatura de 25°C. El diagrama de proceso se presenta en la Figura 26. El gas se alimentó por la parte inferior de la CD, mientras que el líquido por la parte superior desde el tanque TK-01. Se utilizó una carga de gas de 9.7 L/min ($f_G = 0.70$). El distribuidor de líquido (1) aseguró la irrigación del mismo a lo largo de la sección transversal de la columna. Se emplearon las mismas cargas de líquido de la experimentación de caídas de presión (*ver capítulo 3.5.1*): 0.6960, 1.9072, 2.3840 y 3.9734 m^3/m^2h . Una vez que el flujo de líquido se estabilizó, el trazador, solución acuosa de

cloruro de potasio 1M, se inyectó utilizando una jeringa (2mL con un tiempo de inyección menor a 1 segundo) justo antes del distribuidor del líquido. Se instaló un conductímetro (previamente calibrado con una solución de calibración CE 1413 μ S/cm) en la corriente efluente del líquido de la CD. Se adaptó una videocámara que enfocó la pantalla del conductímetro con el fin de grabar los datos de la concentración del trazador. La grabación se comenzó 30s antes de la inyección del trazador. El recolector (4) permitió obtener la mezcla del líquido que fluyó a través de la CD, la cual fluyó hasta de celda de conductividad donde se colocó el electrodo, obteniendo así la lectura de la concentración promedio del trazador. El efluente de la CD se recolectó en el tanque TK-02. Se empleó el reproductor de video MPC-HC para registrar los datos de la conductividad del trazador cada 10s en una hoja de Excel[®]. Solo se consideraron los resultados cuya diferencia entre el momento cero calculado a partir de la curva de DTR, el cual representa la masa del trazador, concordó con la masa inyectada del trazador.



1-Distribuidor de líquido; 2, 3 y 4-Recolectores de líquido.

Figura 26. Diagrama de flujo de proceso de la CD para DTR.

3.7 Eficiencia de separación del EEC tipo Katapak®-SP-11.

Para determinar la eficiencia de separación del EEC tipo Katapak®-SP 11, se determinó la altura equivalente de plato teórico (HETP, por sus siglas en inglés) y el número de etapas teóricas por metro (NTSM, por sus siglas en inglés), a través de experimentos de destilación a reflujo total y presión atmosférica. Se utilizó el sistema etanol-agua (40-60% p/p) y la altura empacada (EEC tipo Katapak®-SP 11) de la CDR fue de 0.92m. En la Figura 27 se muestra el diagrama de flujo del proceso empleado.

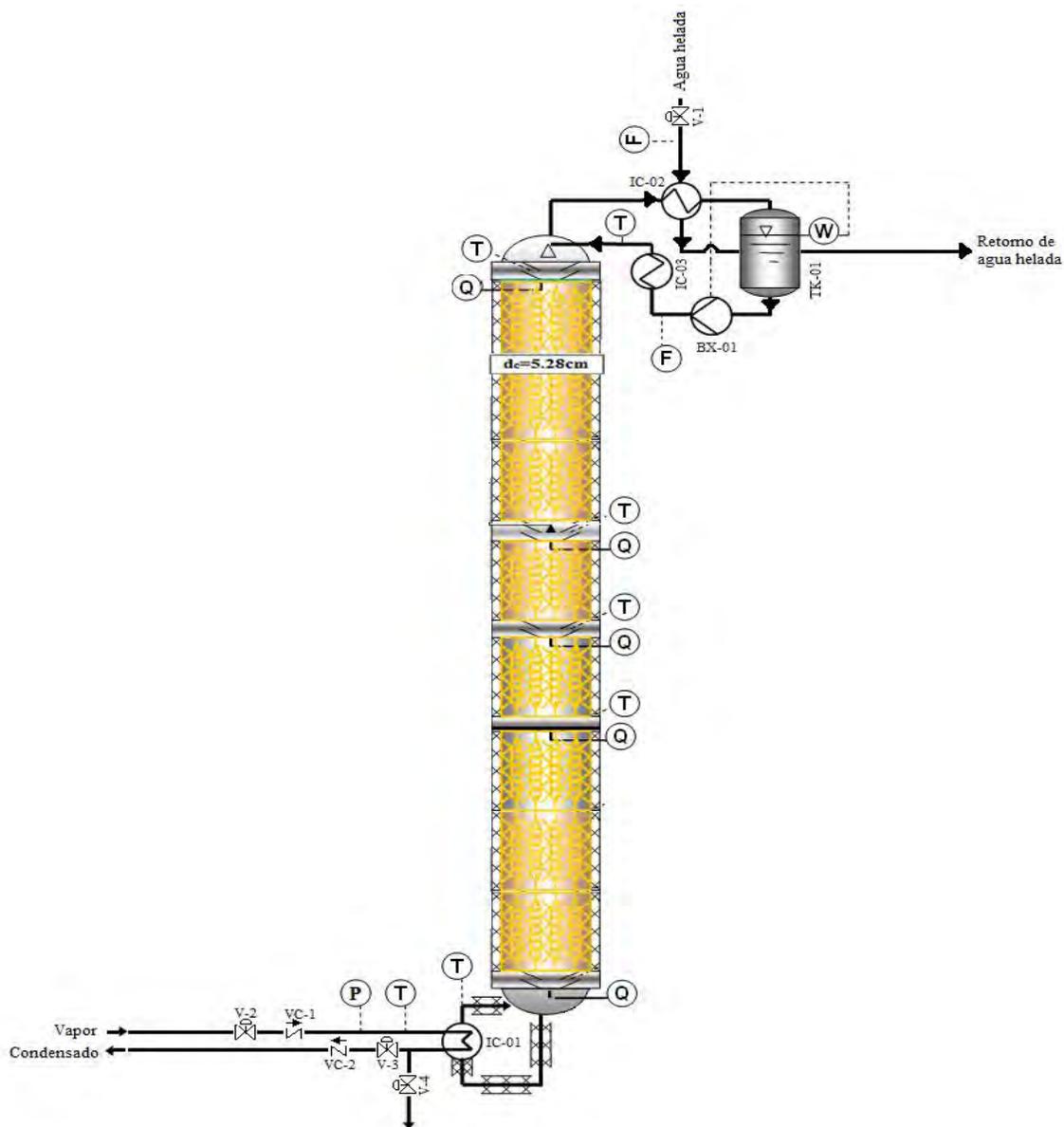


Figura 27. Diagrama de flujo del proceso de destilación a reflujo total. *Flujo volumétrico (F), composición (Q), presión (P), temperatura (T), peso (W), válvula de paso (V), válvula check (VC), intercambiador de calor (IC), bomba peristáltica (BX), tanque de balanceo (TK).*

La Figura 28 muestra el diagrama de bloques que indica la secuencia de pasos que se siguieron para alcanzar un el estado estable de la CDR a reflujo total, el cual se desarrolló como se explica más adelante.

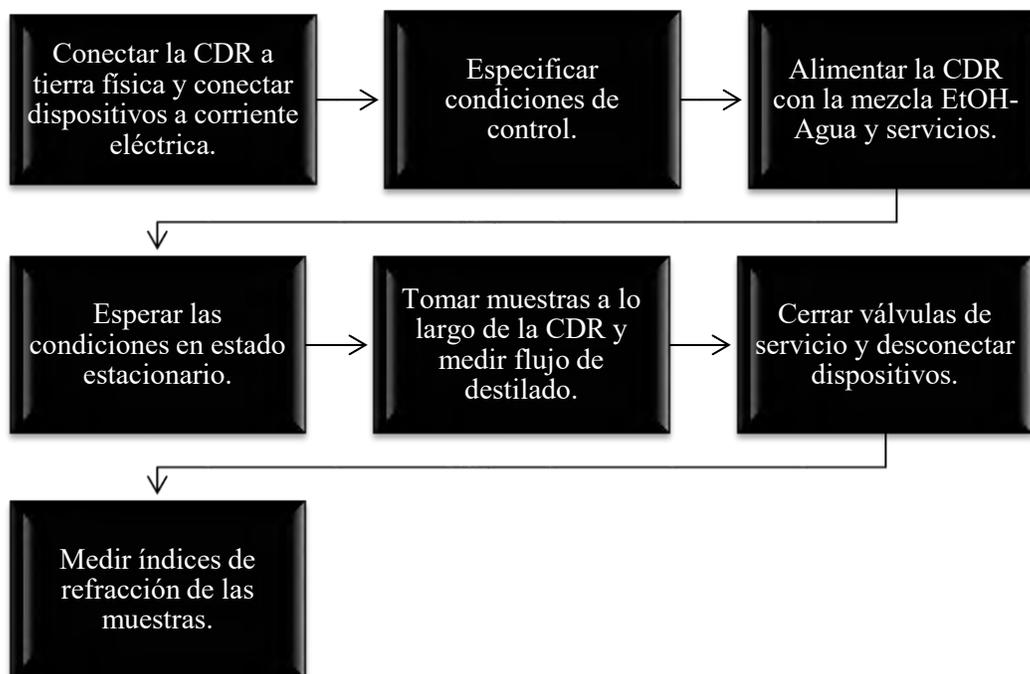


Figura 28. Procedimiento experimental llevado a cabo para la destilación de la mezcla etanol-agua.

Se conectó la CDR a tierra física y se hicieron las conexiones necesarias a corriente eléctrica: del termostato (IC-03), para evitar descompensación de temperatura de reflujo; de la bomba (BX-01), para permitir el transporte del destilado del tanque de balanceo (TK-01) al calentador de reflujo (IC-03); de la computadora, para visualizar y guardar el registro de resultados utilizando el software LabView 11.0 versión académica; del arduino, para hacer funcionar el sistema de control; y del compensador de temperatura, para que el termistor enviara la señal correcta al sistema de control. Posteriormente, se especificaron las condiciones de control deseadas al software LabView 11.0 versión académica, tales como la conexión de puertos, la cantidad de masa en el tanque de balanceo y el tipo de control (automático o manual). Seguido de ello, se realizó la carga de la mezcla etanol-agua (40% en peso de etanol) al rehervidor (IC-01) y se habilitaron los servicios necesarios al condensador (IC-02) y al rehervidor (agua helada y vapor, respectivamente). Después de haber purgado la línea de vapor, se mantuvo una carga de vapor constante durante la experimentación (0.19, 0.45, 0.64, 0.85 y 1.06 kg/cm²) y se esperó a que el sistema estuviese en estado estacionario (20-30min). Una vez alcanzada la estabilización de la CDR, se tomaron muestras de líquido y vapor a lo largo de la misma, además de las muestras de fondos y destilado. Se midió el flujo de destilado cambiando el tipo de control

de la bomba de forma automática a manual y vertiendo el destilado directamente a una probeta de 100mL durante un minuto. Transcurrido dicho tiempo, se conectó de nuevo la manguera del destilado al tanque TK-01 y se regresó a la condición de control automático. La pendiente que resulta al graficar los datos de la masa del TK-01 en función del tiempo corresponde al flujo de destilado. Para finalizar la experimentación, se cerró la válvula de servicio de vapor, se pausó el programa del software LabView 11.0 versión académica y se esperó a que la columna se enfriara para cerrar la válvula de servicio de agua helada y desconectar los equipos de la corriente eléctrica. Las muestras obtenidas de las experimentaciones se analizaron por medio de refractometría.

Una vez que se obtuvieron las composiciones de etanol y agua en la corriente del fondo, del domo y a largo de la columna, se procedió a calcular los valores de HETP y NTSM con el procedimiento establecido en el *APÉNDICE Parte VI*.

CAPITULO 4

RESULTADOS Y ANÁLISIS DE

RESULTADOS

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

El objetivo del presente capítulo es presentar al lector los resultados obtenidos después del debido tratamiento de los datos experimentales, con el fin de presentar las características y la interpretación del comportamiento hidráulico y de eficiencia del EEC tipo Katapak[®]-SP 11 en la CDR. Así mismo, se compararán los resultados obtenidos con datos reportados en la literatura para el EEC Katapak[®]-SP 11, con el fin de demostrar si el funcionamiento de los empaques construidos son equivalentes a los comercializados por SULZER[®].

4.1. Características geométricas del EEC tipo Katapak[®]-SP 11.

En la Tabla 8 se muestran los parámetros de caracterización geométrica del EEC tipo Katapak[®]-SP 11 obtenidos de acuerdo a las metodologías descritas en el Capítulo 3.2.

Tabla 8. Parámetros de caracterización geométrica del EEC tipo Katapak[®]-SP 11

Altura del empaque, h(m)	0.1150
Diámetro del empaque, d_c(m)	0.0528
Área superficial específica, a_{sc} (m²/m³)	211.6715
Fracción volumétrica del catalizador, ψ	0.1854
Fracción vacía, ε	0.8028
Ángulo de inclinación, Φ (°)	45
Longitud de corrugación, S (m)	0.0060
Fracción vacía de las láminas corrugadas, ε_{LC}	0.9600
Fracción vacía de los sacos catalíticos, ε_{SC}	0.3880
Volumen de retención de líquido estático, m³/m³	0.0629
Diámetro de partícula, d_p (mm)	1
N° Láminas (A)	2
N° Láminas (B)	2
N° Sacos catalíticos (Tipo I)	2
N° Sacos catalíticos (Tipo II)	1

De acuerdo a los estudios realizados por Brunazzi & Viva (2006), el EEC Katapak[®]-SP 11 con diámetro nominal de 50mm, altura de 100mm, 3 láminas corrugadas y 2 sacos catalíticos, tiene un área superficial específica de 199m²/m³ y una fracción de espacios vacíos de 0.81. Por otro lado, Viva y col. (2011) reportaron que para un empaque

Katapak[®]-SP 11 de 100mm de diámetro y 200mm de altura, la fracción volumétrica del catalizador es igual a 0.418 y la fracción vacía de los sacos catalíticos es igual a 0.399. En cuanto a la fracción vacía de las láminas corrugadas, se consideró un valor similar al reportado ($\varepsilon = 0.96$) para el empaque metálico Mellapak[®] 250Y (Stichlmair, Bravo, & Fair, 1989), ya que las láminas que forman parte del empaque construido con características similares al Katapak[®]-SP 11 son equivalentes a las del Mellapak[®] 250Y.

Comparando los datos reportados por Brunazzi & Viva (2006) con respecto a los resultados obtenidos del empaque construido en ésta tesis, se tiene una diferencia del 6.37% entre la áreas específicas superficiales y una diferencia del 0.89% entre las fracciones de espacios vacíos. Éstas diferencias muy probablemente se deben a los arreglos geométricos entre ambos empaques; el empaque aquí construido posee una lámina corrugada y un saco catalítico extra, además de que posee una altura ligeramente mayor con respecto al empaque comercializado por Sulzer[®], lo cual beneficia el aumento de la superficie efectiva y una ligera disminución de la fracción de espacios vacíos. Por otro lado, comparando los resultados obtenidos con respecto a los valores reportado por Viva y col., (2011), se encontró que la fracción vacía de los sacos catalíticos (ε_{SC}) presenta una diferencia de un 2.76% y un 55.65% con respecto a la fracción volumétrica del catalizador (ψ), esta diferencia marcada para el parámetro ψ , se debe a que la construcción del empaque en esta tesis introduce tres sacos catalíticos, mientras que el empaque comercial de SULZER[®] sólo utiliza dos sacos catalíticos permitiendo una mayor fracción de espacio con respecto al volumen de empaque. Por otro lado, la fracción vacía de los sacos catalíticos depende más bien del tamaño de partícula o catalizador que éstos contienen. En ambos casos se utilizaron partículas de 1mm de diámetro, por lo que el error obtenido resultó pequeño.

Como conclusión general, las características geométricas obtenidas para el EEC que se construyó en éste proyecto de tesis resultaron ser muy similares a las del empaque Katapak[®]-SP 11 comercializado por Sulzer[®], de manera que se espera que su caracterización hidráulica y su eficiencia de transferencia de masa pueda correlacionarse de forma eficiente con los modelos reportados para dicho empaque comercial.

4.2. Volumen de retención de líquido estático.

En la Tabla 9 se muestran los resultados obtenidos de las masas mojadas y masas secas de los EEC analizados para obtener la retención estática de líquido. Con base en las diferencias entre dichas masas se calculó la cantidad de líquido que permanece en el empaque. En la Figura 29 se muestra la retención estática de líquido promedio obtenida a partir de los 6 diferentes empaques tipo Katapak[®]-SP 11 en función del tiempo de drenado.

Tabla 9. Resultados de masas mojadas y masas secas de los EEC analizados para obtener la retención estática de líquido.

# EEC	Masa seca (kg)	Masa mojada (kg)		
		t (5min)	t(40min)	t(120min)
1	0.1545	0.1786	0.1774	0.175
2	0.1524	0.1735	0.1712	0.1691
3	0.146	0.1675	0.1661	0.164
4	0.1687	0.1848	0.1836	0.182
5	0.1665	0.1847	0.1829	0.1791
6	0.1748	0.1915	0.1902	0.1885

El valor experimental de la retención estática de líquido después de dos horas de escurrimiento fue de 6.04%, el cual es muy similar al valor determinado por Brunazzi & Viva (2007) de 6.29%, utilizando la ecuación propuesta por Behrens (2006). La mínima diferencia puede explicarse por la consideración de algunas incertidumbres inevitables de las características geométricas del empaque. Además, una pequeña contribución en el volumen de retención de líquido estático puede ser también dada por canales que forman gracias a la presencia de las láminas corrugadas en el EEC, las cuales no se consideran en el modelo de Behrens.

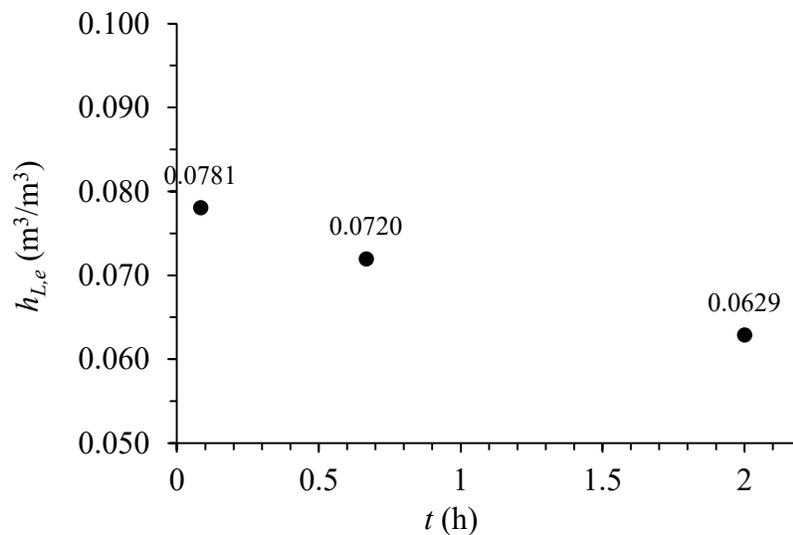


Figura 29. Volumen de retención estático de líquido en el EEC tipo Katapak®-SP 11 en función del tiempo.

4.3. Volumen de retención de líquido dinámico y total.

La retención de líquido dinámico, $h_{L,d}$, a partir del método de drenado, se determinó en un tiempo de escurrimiento de aproximadamente 40min (tres veces el tiempo de residencia), en la Figura 30 se muestran los resultados experimentales (puntos). Los datos experimentales se correlacionaron con el modelo semi-empírico propuesto por Brunazzi & Viva (2006), quienes demostraron que el valor del $h_{L,d}$ alcanza un valor constante después 1h de drenado.

Ecuación 1

$$h_{L,d} = 0.0194 N_{Re,L}^{0.2834}$$

En la Figura 30 se observa la predicción del modelo (línea recta). Debido a que el tiempo experimental de drenado fue menor a 1h, se obtienen errores del 4-5% de acuerdo al modelo, sin embargo se concluye que éste se ajustó correctamente a los datos experimentales.

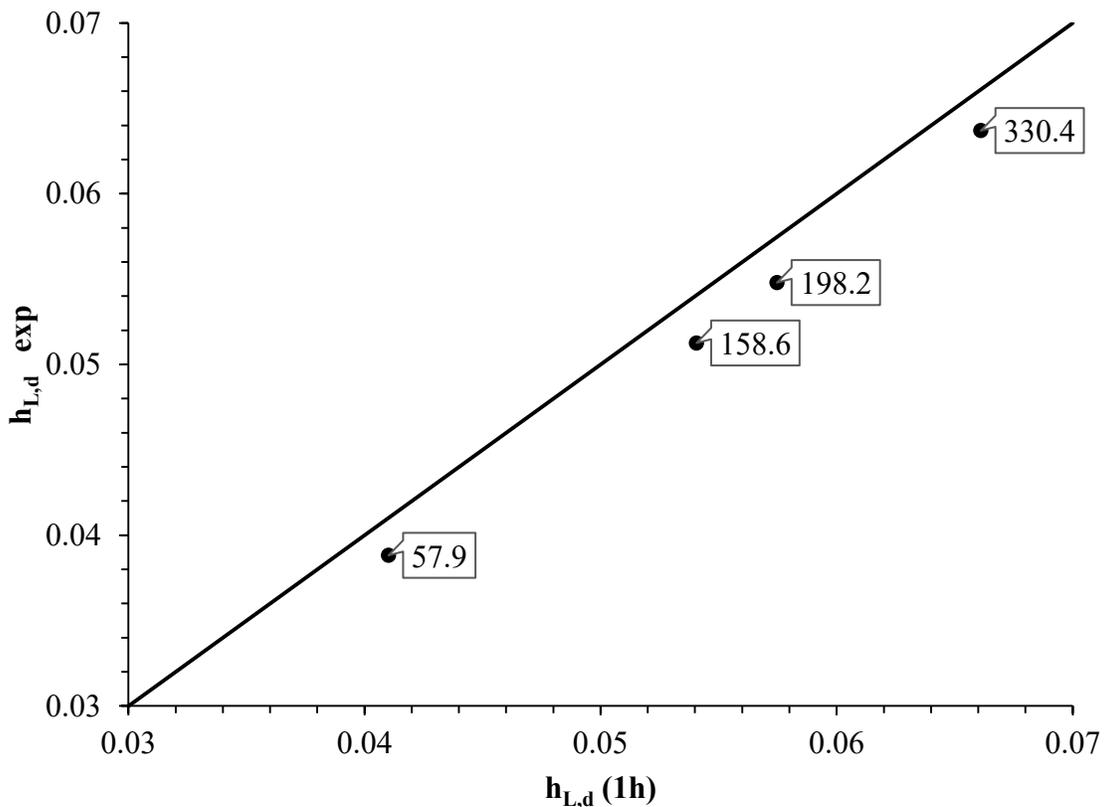


Figura 30. Volumen de retención dinámico de líquido experimental y teórico en función del N_{Re} (recuadros).

Los volúmenes de retención de líquido total, dinámico y estático experimentales se observan en la Figura 31 en función del número de Reynolds. El volumen de retención de líquido estático experimental tuvo un valor igual a 0.0629 (ver Tabla 8). El volumen de retención de líquido dinámico se percibe menor que el estático para flujos muy bajos de líquido, ya que la mayor parte del líquido que prevalece en el EEC se encuentra dentro de los sacos catalíticos.

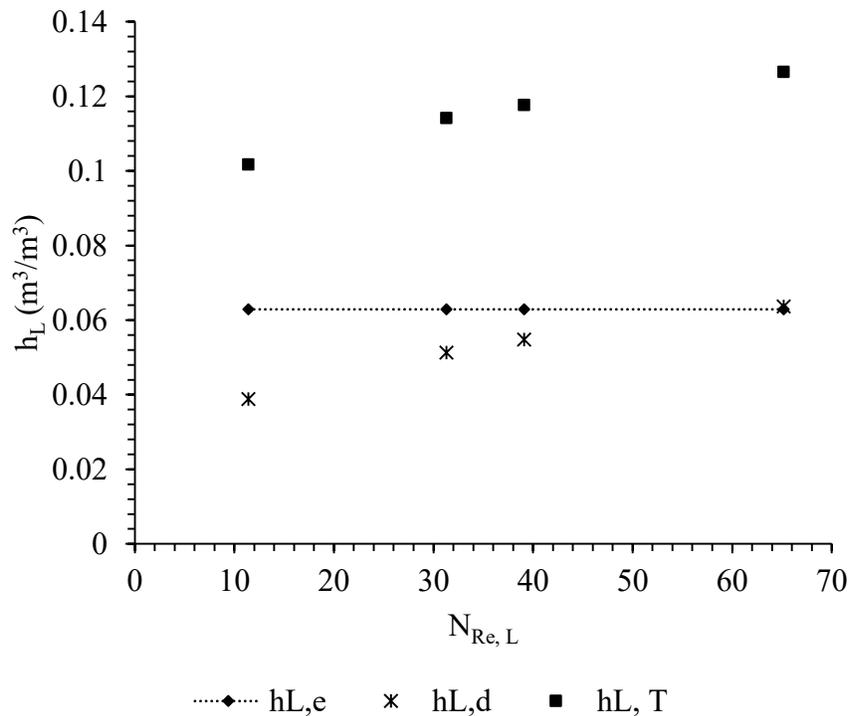


Figura 31. Retención de líquido experimental.

4.4. Caídas de presión.

En la Figura 32 se muestran los datos experimentales (puntos) de la caída de presión ($\Delta P/\Delta Z$) en pascales por metro de empaque (Pa/m) como función del factor de carga de gas (factor- f_G) para diferentes cargas de flujo de líquido, así como las predicciones de los modelos (líneas sólidas) propuestos por Hoffmann, Noeres, & Górak (2004) y Brunazzi & Viva (2006) utilizados para empaque seco (sólo flujo de gas) y empaque irrigado (flujos de gas y líquido), respectivamente (ver Ecuación 29 y Ecuación 34 del APÉNDICE Parte IV). Se puede notar que los modelos empleados para describir la ($\Delta P/\Delta Z$) del EEC tipo Katapak[®]-SP 11 se ajustaron adecuadamente a los datos experimentales.

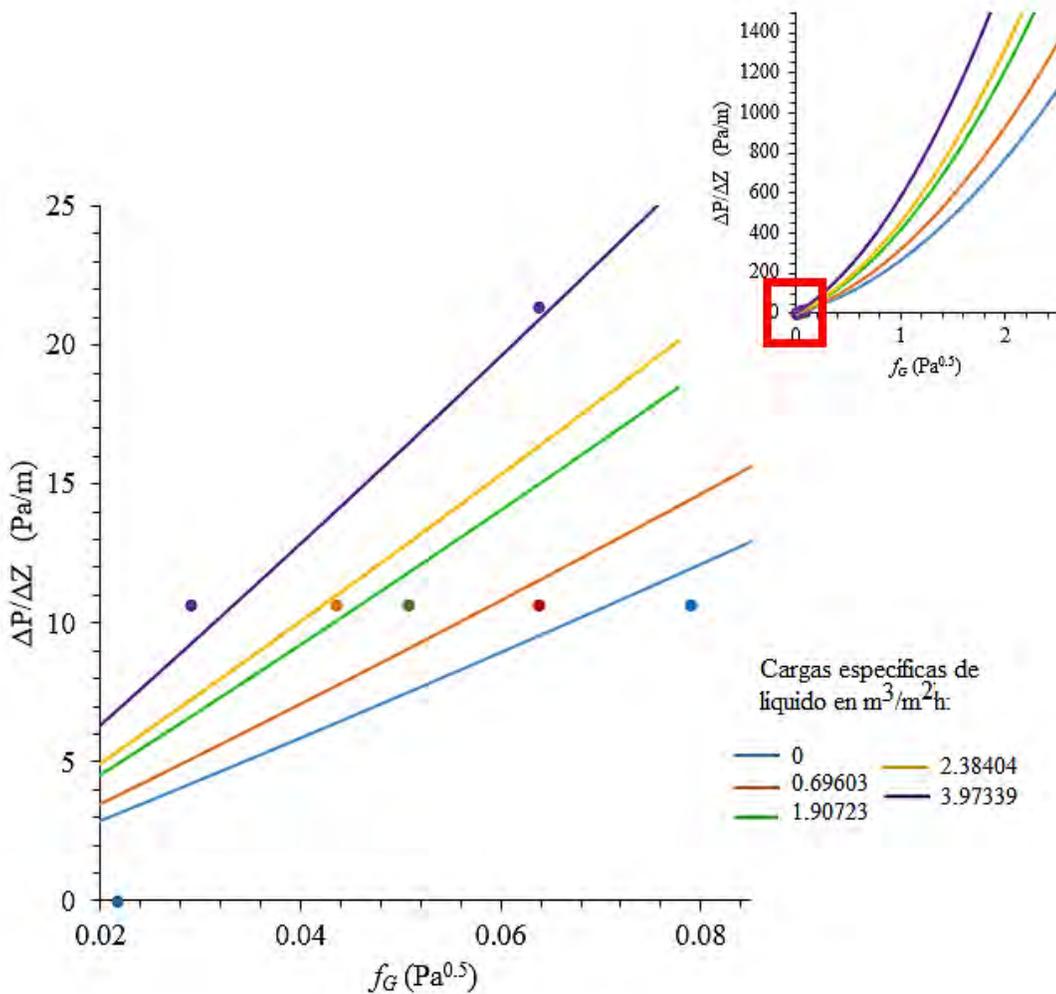


Figura 32. Caídas de presión del EEC tipo Katapak[®]-SP 11. Datos experimentales (puntos), resultados teóricos con base al modelo de Hoffmann, Noeres, & Górak (2004) y al modelo de Brunazzi & Viva (2006) (líneas continuas) a diferentes cargas específicas de líquido.

Durante la determinación de la $(\Delta P/\Delta Z)$ no fue posible observar más de uno o dos puntos experimentales para las cargas específicas de líquido empleadas, debido a que no se tuvo la facilidad de manejar un rango más amplio de cargas de gas, ya que el controlador de flujo másico disponible sólo maneja un rango de 0 a 10L/min; para futuras experimentaciones en la CDR empleada en ésta tesis, se sugiere contar con una controlador de flujo de aire con un intervalo de medición de 0 a 100L/min. Por otro lado, aumentar el flujo de líquido tampoco fue una opción debido a que las bombas peristálticas empleadas tienen una capacidad máxima de bombeo de 5 m³/m² h. Además de las dificultades antes mencionadas, el instrumento empleado para medir la presión en el punto inferior y superior del lecho empacado consistió en un manómetro diferencial de agua en forma de U, con el

cual es complicado leer presiones menores a 1 mmH₂O y conlleva a tener errores experimentales al manejar cargas pequeñas de líquido y gas. Es importante mencionar, que hasta donde la autora tiene conocimiento, no existen reportes de estudios hidráulicos en columnas escala laboratorio, por lo mencionado anteriormente se recurrió a modelos teóricos existentes en la literatura para comparar los valores experimentales, tal como se observó en la Figura 32 los modelos utilizados se ajustan adecuadamente a los datos experimentales, por consiguiente se puede establecer un punto de carga óptimo de operación de la columna.

4.5. Punto de carga óptimo.

Para determinar el punto de inundación del EEC se consideró que la velocidad superficial del líquido es la misma en los sacos catalíticos y en los canales abiertos de las láminas corrugadas ($U_{L,SC} = U_{L,CA}$), tal como se describió en la Figura 6 de la sección de antecedentes. Con base en esta suposición, el procedimiento que se utilizó para calcular las velocidades máximas de gas y la caída de presión en seco en el punto de carga óptimo, fue a través de la ecuación de Buchanan (1969) y Hoffmann, Noeres, & Górak (2004); respectivamente.

En la Figura 33 se observa que, en el punto de inundación, el valor de la caída de presión (eje izquierdo – color azul) es menor a cargas específicas de líquido altas (eje derecho – color rojo). La razón por la cual la caída de presión en condiciones de inundación es menor cuando existe un flujo mayor de líquido, se debe a que disminuyen considerablemente las zonas estancadas en los canales abiertos del EEC, lo cual permite que el flujo de gas ascienda más fácilmente. Por otro lado, ésta gráfica permite conocer el flujo máximo de gas y líquido al cual es posible operar la columna antes de llegar a la condición indeseable de su inundación.

Algunos autores propusieron (después de realizar algunos estudios) que en condiciones de inundación era apropiado definir una caída de presión de 1025 Pa/m. Éste valor ha sido considerado en muchos modelos teóricos para predecir las condiciones de operación de la CD en el punto de inundación y, con ello, poder estimar el punto de carga óptimo. Sin embargo, Brunazzi, Macías Salinas, & Viva (2008) notaron que era un error considerar éste valor al emplear altas cargas de líquido, de manera que se dieron a la tarea de proponer una metodología de corrección para estimar la verdadera caída de presión en la inundación. Dicha metodología se consideró en la presente tesis. En la Figura 33 se observan las líneas ajustadas (líneas continuas) a los datos experimentales (puntos) para la caída de presión y cargas específicas de líquido en condiciones de inundación. El ajuste de los datos experimentales se realizó a partir de una extrapolación hacia atrás de los mismos. Con base en las extrapolaciones, es posible observar que para cargas específicas de líquido mayores a 10.7 m³/m²h se tendrían caídas de presión menores a 1025 Pa/m. De ésta manera

se hace evidente la necesidad de emplear la corrección propuesta por Brunazzi, Macías Salinas, & Viva.

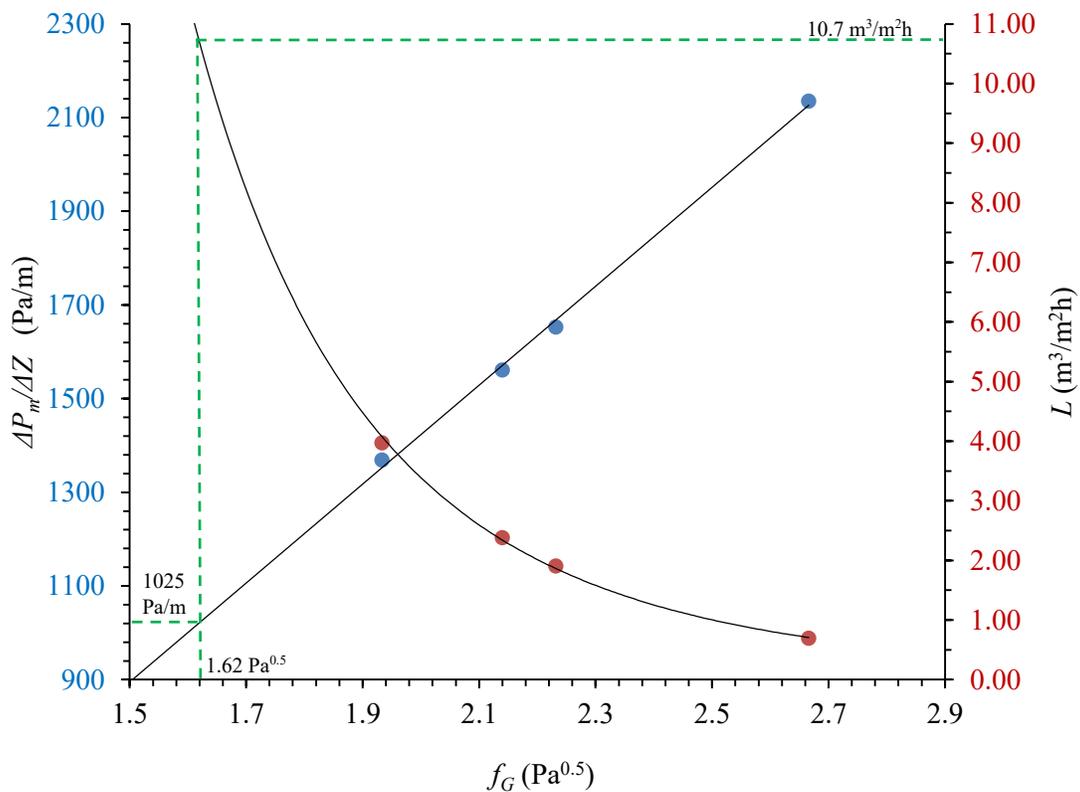


Figura 33. Caída de presión en el punto de inundación. Datos experimentales (puntos) y extrapolación de datos experimentales (líneas continuas).

El punto de inundación puede localizarse visualmente utilizando gráficas similares a la Figura 32, justo antes de un cambio de pendiente. Sin embargo, como es el caso que se presenta en ésta tesis, la solución gráfica puede resultar poco visible porque no es evidente el cambio de pendiente. Una forma de facilitar la visualización del punto de inundación es a partir de la construcción de una gráfica de $(\Delta P_m / \Delta Z)(1 - Fh_{L,CA})^5$ en función de la caída de presión del lecho mojado, ΔP_m .

En la Figura 34 se observa que los puntos de inundación para cada carga de líquido es cuando se alcanza el valor máximo de $(\Delta P_m / \Delta Z)(1 - Fh_{L,CA})^5$, además se observa que los valores del punto de inundación disminuyen al aumentar el flujo volumétrico de líquido y son más notables cuando la carga de líquido aumenta. Estos puntos máximos corresponden a la caída de presión real en el punto de inundación, de manera que la diferencia entre los resultados obtenidos de forma analítica (a partir del modelo de

Brunazzi, Macías Salinas, & Viva) y de forma gráfica (de la Figura 34) se presentan en la Tabla 10. Se observa que no existe un error mayor del 1.40%.

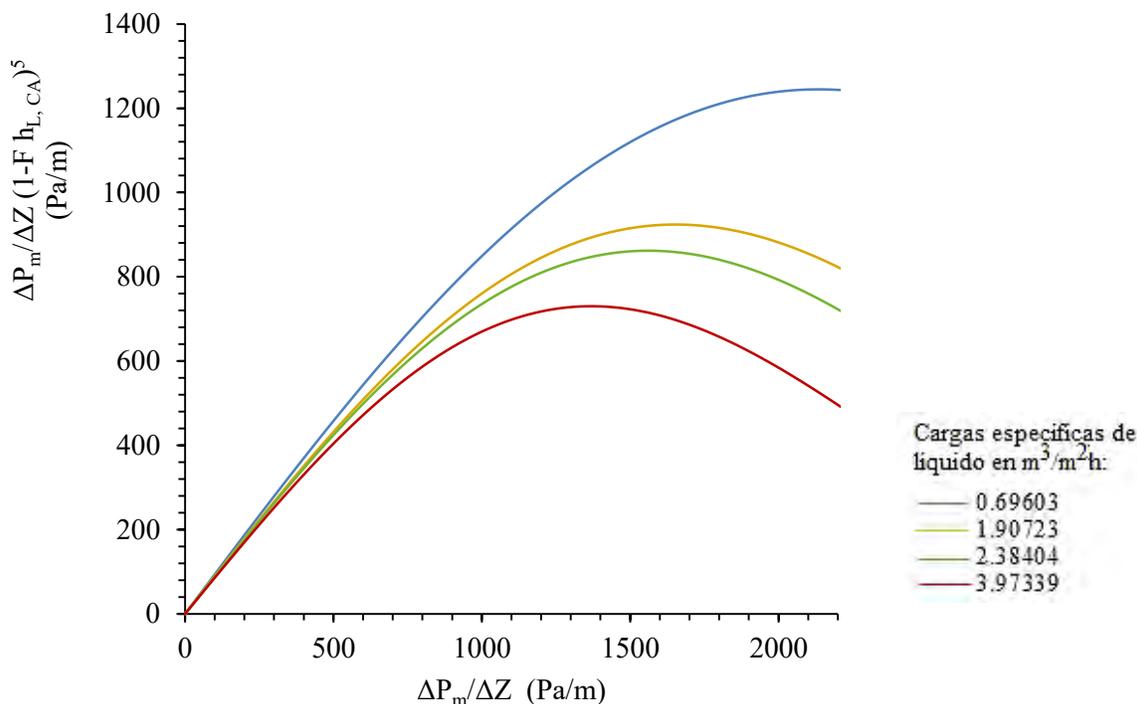


Figura 34. Variación de $(\Delta P_m/\Delta Z)(1 - F h_{L,CA})^5$ en función de ΔP_m .

Tabla 10. Diferencia entre los resultados analíticos y gráficos en el punto de inundación.

L (m ³ /m ² h)	$f_{G, pi}$	$(\Delta P_m/\Delta Z)_{pi}$ (Pa/m)	$(\Delta P_m/\Delta Z)_{pi R}$ (Pa/m)	Diferencia
0.696	2.67	2135.39	2129.14	0.29%
1.907	2.23	1652.78	1672.90	1.20%
2.384	2.14	1561.15	1560.97	0.01%
3.973	1.93	1369.22	1350.37	1.40%

Normalmente, la velocidad superficial del gas en el punto de carga es aproximadamente el 70% de la correspondiente al punto de inundación. De manera que se recomienda trabajar con un factor de gas con valor entre 1.35 y 1.8 (Pa^{0.5}).

Para analizar el comportamiento del flujo de líquido dentro de la columna y estimar si los elementos de fluido a lo largo de la columna mojan adecuadamente las diferentes partes del catalizador, se requiere estudiar la distribución de tiempos de residencia de la fase líquida, la cual se analizará a continuación.

4.6. Distribución de tiempos de residencia.

El estudio de la Distribución de Tiempos de Residencia (DTR) se analizó considerando la influencia de la carga del líquido teniendo fija una carga de gas (valor dentro del intervalo del punto de carga, $f_G=0.70$). Los resultados experimentales para cuatro cargas diferentes de líquido se presentan en la Figura 35. Se observa que al incrementar la carga del líquido se obtienen curvas más altas, angostas y simétricas (tendencia hacia flujo pistón), indicando una mejora en el patrón de flujo del líquido. En las cargas de líquido de 0.696 y $1.907 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ h}$, las curvas de DTR presentan un marcado fenómeno de coleo, indicando que los elementos de fluido no llenan completamente los sacos catalíticos y que se quedan estancados entre los intersticios del lecho reactivo. Por consiguiente, la columna se encuentra en una operación debajo del punto de carga. Por otro lado, para las cargas de líquido de 2.384 y $3.973 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ h}$, las curvas de DTR son simétricas, indicando que los elementos de fluido inundan adecuadamente los espacios vacíos de las bolsas catalíticas y, por ende, existe un completo mojado del catalizador. Así mismo, el líquido que corre por los canales de las hojas corrugadas mojan completamente los canales de separación. Por consiguiente, la columna se encuentra en una operación en el punto de carga. En la presente tesis no se observó el fenómeno de inundación (arriba del punto de carga) en el intervalo de cargas específicas de líquido utilizadas, pero muy probablemente la curva de DTR tendría una forma asimétrica, con un máximo valor ubicado antes del valor central correspondiente al punto de carga (Moritz y Hasse, 1999).

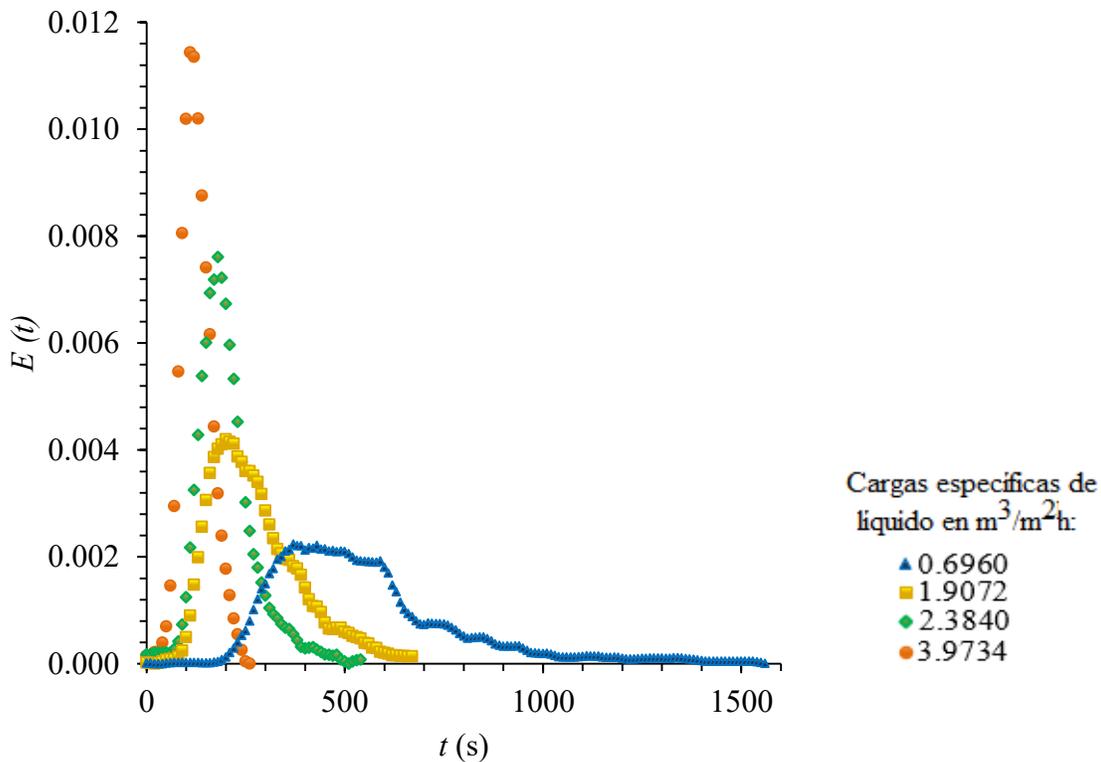
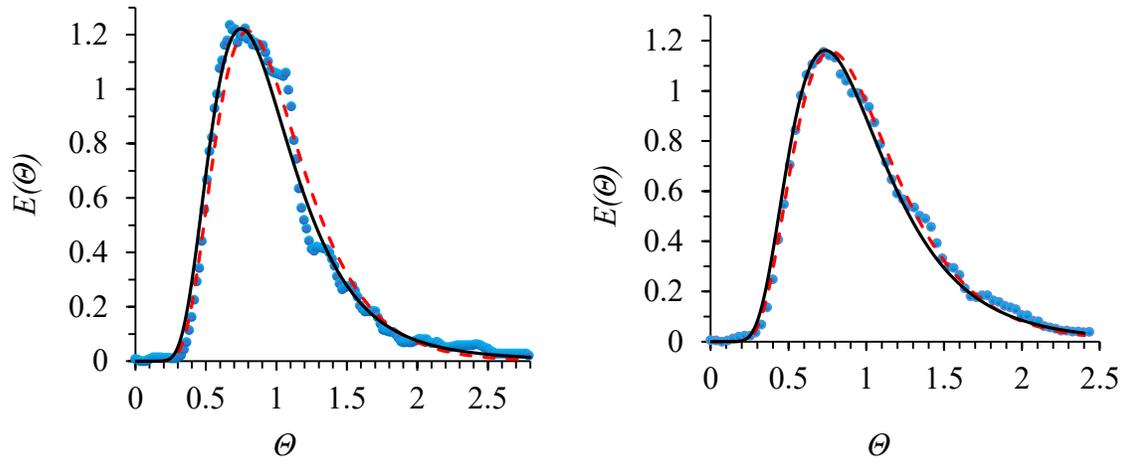


Figura 35. Curvas de distribución de tiempos de residencia, $E(t)$.

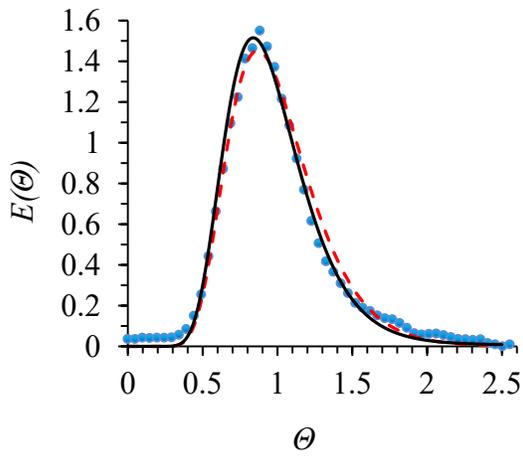
La forma adimensional de las curvas de DTR en función del tiempo adimensional permite evaluar, desde un punto de vista de ingeniería de reactores, si la columna se puede aproximar como un reactor de flujo pistón o cuantificar el grado de desviación de la idealidad. Los modelos matemáticos que se utilizaron para describir el patrón de flujo del líquido dentro de la columna fueron: a) modelo de dispersión axial (ADM, por sus siglas en inglés) y b) modelo de flujo pistón con dispersión e intercambio de masa (PDEM, por sus siglas en inglés). La Figura 36a-d muestra las curvas experimentales y las aproximaciones con los modelos ADM y PDEM. El ajuste del modelo PDEM se aproximó mejor a las DTR's normalizadas en todos los casos. Por otro lado, los modelos ADM y PDEM describen correctamente la DTR con un N_{Re} igual a 330 ($L=3.9734\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$, Figura 36d), donde las curvas de DTR son poco asimétricas, lo cual indica que la fase estancada y el fenómeno de transferencia de masa no contribuye a la desviación del trazador, de manera que es solo la dispersión axial la que se encuentra presente; bajo ésta condición el modelo PDEM es equivalente al modelo ADM. Sin embargo, para $N_{Re}<330$ ($L=0.6960$, 1.9072 y $2.3840\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$) el modelo PDEM se ajusta mejor que el ADM (Figura 36a-c), ya que las DTR's experimentales poseen un coleo significativo, lo cual representa el fenómeno de zonas estancadas y la baja transferencia de masa del trazador entre la zona estancada y la zona dinámica. En la Figura 36e se muestra el coeficiente de dispersión axial en función de N_{Re} . Se observa que al incrementar el N_{Re} se incrementa de forma proporcional el D_{ax} .

En la Tabla 11 se reporta un resumen de los valores de los parámetros obtenidos al ajustar la respuesta de los modelos a los datos experimentales. Los valores experimentales del número de Peclet, N_{Pe} , son muy similares a los estimados a partir de la ecuación propuesta por Levenspiel, *Ecuación 59 del APÉNDICE Parte V* (Rivera y col., 2010). Se observa que N_{Pe} aumenta conforme lo hace el N_{Re} , esto se debe a que el espesor del canal de flujo es más angosto conforme aumenta N_{Re} , lo cual favorece la turbulencia del flujo y evita cierto grado de dispersión, zonas estancadas y canalizaciones del líquido. Por otro lado, los valores de φ se acercan a la unidad al aumentar el flujo de líquido, indicando la eliminación de la zona estancada a través del lecho reactivo. Por lo tanto, la eficiencia del reactor es mayor mientras el valor de φ se acerque a la unidad. En cuanto al valor de N , se observa también un incremento al aumentar el flujo del líquido; valores bajos de N indican una transferencia de masa pobre del trazador, entre la zona estancada y la zona dinámica; mientras que valores de N igual a cero indican que las fases estancada y dinámica no se encuentran en íntimo contacto o que flujo de líquido se desplaza a través de una sola zona, siendo ésta, en la mayoría de los casos, la zona dinámica. De manera que a $N_{Re}=330$ ($L=3.9734\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$), las canalizaciones y zonas estancadas no muestran un efecto muy importante, solo se presenta la dispersión axial del fluido, lo cual indica que el modelo PDEM equivale al modelo ADM con $n=0$ y $\varphi=1$. Por lo tanto, se sugiere que el flujo de líquido óptimo para operar la CDR sea de 8.7L/h , lo cual equivale a una carga específica de líquido de $3.9734\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$.

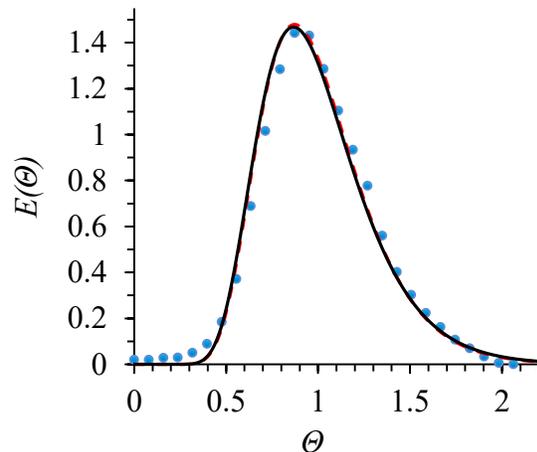


a)

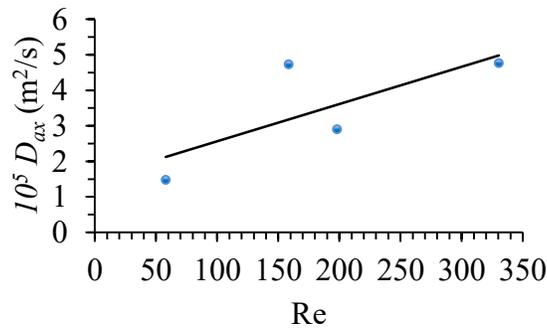
b)



c)



d)



e)

● Datos experimentales - - - Modelo ADM — Modelo PDEM

Figura 36. Respuestas de las curvas normalizadas de la DTR: experimental, modelo ADM y modelo PDEM. Carga específica de líquido: a) $0.6960 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$, b) $1.9072 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$, $2.3840 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ y $3.9734 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$.

Tabla 11. Resumen de los valores de los parámetros obtenidos a partir de los modelos ADM y PDEM en la CDR.

Q_L (L/h)	L (m ³ /m ² h)	N_{Re}	$N_{Pe, exp}$	$N_{Pe, ADM}$	$N_{Pe, PDEM}$	φ	N
1.524	0.6960	57.8755	9.8368	12.0	12.0	0.94	0.095
4.176	1.9072	158.5880	10.8182	10.5	10.3	0.952	0.087
5.220	2.3840	198.2350	14.5617	20.0	21.3	0.96	0.030
8.700	3.9734	330.3916	21.6673	21.0	21.0	0.99	0.010

4.6.1. Estimación del volumen de retención de líquido total.

Otra información importante que se puede obtener con el estudio de la DTR, es la estimación del volumen de retención de líquido total, $h_{L, T}$, a través del tiempo de residencia promedio (τ) multiplicado por el flujo volumétrico de líquido. En la Tabla 12 se hace la comparación de los valores determinados a partir de las DTR's y con el método de drenado.

Tabla 12. Retención total de líquido obtenida a partir de las curvas experimentales de DTR y retención total de líquido dada por la suma de la retención estática y la retención dinámica de líquido obtenidas con el método de drenado.

Q_L (L/h)	τ (s)	$h_{L, T DTR}$ (m ³ /m ³)	$h_{L, T} = h_{L, e} + h_{L, d}$ (m ³ /m ³)	Error
1.524	551.6645	0.1159	0.1017	12%
4.176	275.2268	0.1585	0.1141	28%
5.220	203.6616	0.1466	0.1177	20%
8.700	126.0379	0.1512	0.1266	16%

Górak, Jaroszyński, & Kołodziej (2006) estudiaron el comportamiento de la DTR para el empaque Multipak y demostraron que la retención de líquido total estimada a partir de las DTR's concuerda con el valor obtenido a través del método de drenado. Los valores obtenidos en el presente estudio para el EEC tipo Katapak[®]-SP 11 confirma esta conclusión. Se observó una concordancia aceptable (error < 28%) entre la retención de líquido derivada de las curvas de DTR y la retención total de líquido dada por la suma de la retención estática y retención dinámica experimental, tal como indica la Tabla 12.

4.7. Eficiencia de separación del EEC tipo Katapak® - SP-11.

El estudio para determinar la eficiencia de separación del EEC se realizó a través de experimentos de destilación intermitente a condiciones de reflujo total. Como mezcla de separación se utilizó etanol-agua (40% p/p), por lo tanto, todos los vapores desprendidos en la parte superior de la columna fueron condensados y recirculados como fase líquida a la misma ($R/D = \infty$), de modo que no se alimentó mezcla fresca o se retiró producto de destilado o fondos. Bajo esta condición, la composición del vapor que asciende de una etapa de separación es idéntica a la del líquido que desciende de la etapa inmediata superior, lo cual supone que el número de etapas para una separación dada se hace mínimo en estas condiciones.

En la Figura 37 se muestran los cambios de temperatura a lo largo de la columna como función del tiempo de experimentación. Estos cambios de temperatura se identificaron a través de colores y letras: rojo-vapor (V), anaranjado-rehervidor (R = 0 m), amarillo-termopar 1 (T1 = 0.345 m), verde-termopar 2 (T2 = 0.460 m), morado-termopar 3 (T3 = 0.575 m), azul rey-condensado (C = 0.920 m) y azul cielo-domo (D), ordenados de forma ascendente. Las cargas de suministro de vapor (kg_f/cm^2) en el serpentín del hervidor fueron: a) 0.1933, b) 0.4533, c) 0.6413, d) 0.8503 y e) 1.0549.

En los experimentos a), d) y e) es posible distinguir tres zonas: desde el principio hasta la línea punteada vertical (a), correspondiente al período de puesta en marcha; de la línea (a) a la línea (b) corresponde al período de transición hacia un estado estable de la columna; y el período de la línea (b) a la línea (c) correspondiente a la operación en estado estable de la columna. Finalmente, después de la línea (c) se representa el paro operacional de la CDR. En los experimentos b) y c) no se observa la etapa de arranque, sino una etapa de transición que va desde 0.0 a 2.3 y de 0.0 a 1.0 millares de segundos, respectivamente; posteriormente una etapa de estado estable. Esto se debió a que los experimentos b) y c) se realizaron de forma secuencial a partir del experimento a), es decir una vez que el experimento a) alcanzó el estado estable de operación, se tomaron muestras para determinar la composición, posteriormente se cambió el flujo de vapor a $0.4533 \text{ kg}/\text{cm}^2$ y así sucesivamente para el experimento c).

Al comparar los tiempos de operación se puede observar que los experimentos b) y c) alcanzaron más rápido el estado estacionario, Sin embargo, si se compara el experimento a) con los experimentos d) y e), se observa que el estado estacionario se alcanzó más rápido al manejar una carga mayor de vapor.

Respecto a las temperaturas del domo (D) y condensados (C), se observa que en todos los experimentos hay una mínima diferencia, indicando que no existió condensación del vapor al entrar en contacto con la corriente de reflujo, la cual se precalentó de uno a dos

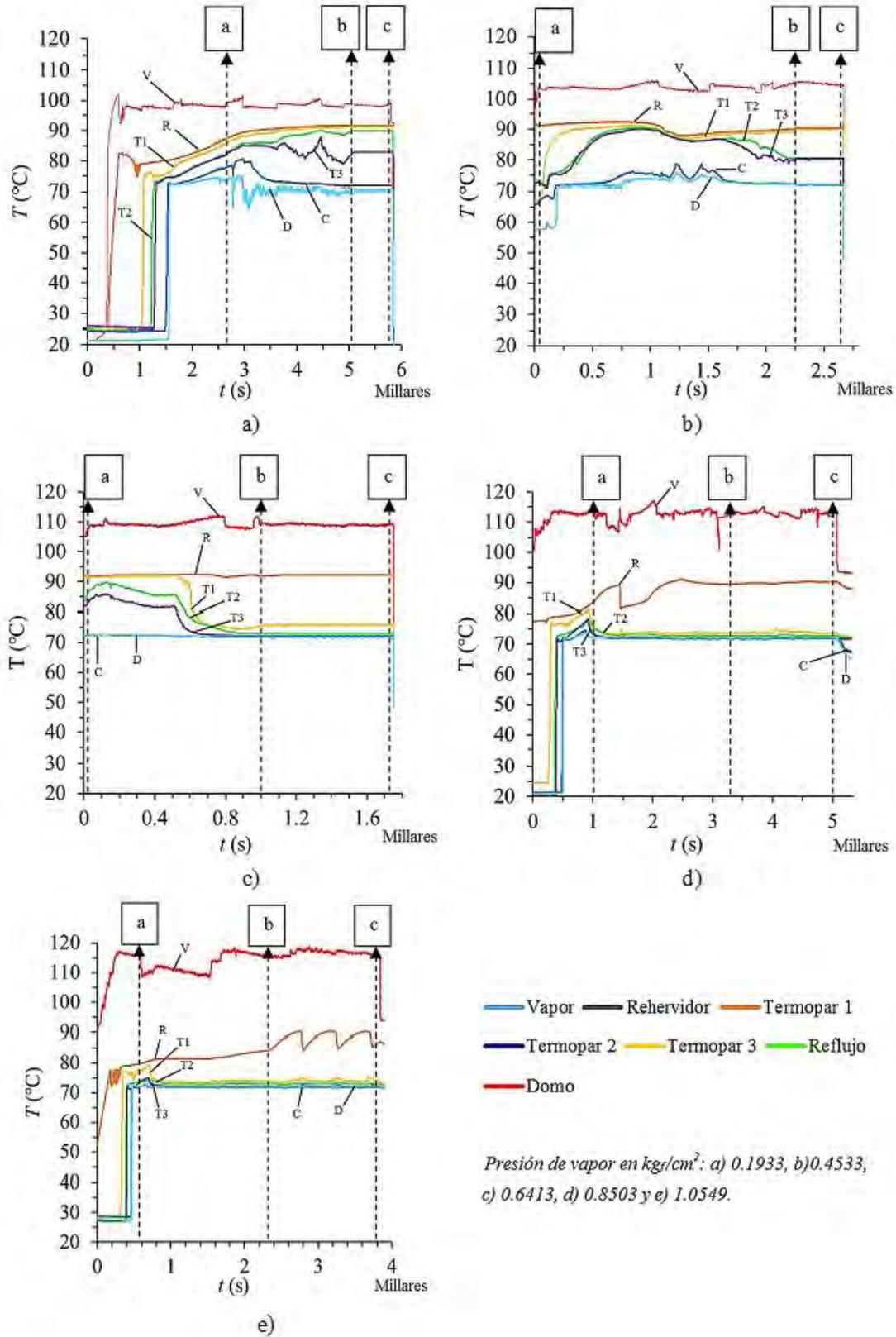


Figura 37. Cambios de temperatura a lo largo de la columna como función del tiempo.

grados por arriba de la temperatura del vapor; por consiguiente, los valores de temperatura y composición en ese punto representan condiciones muy cercanas al equilibrio vapor-líquido (EVL).

Por otro lado, en los experimentos a) y b) se observa que los valores de temperaturas en estado estable se encuentran en un intervalo de 68°C (C) a 93°C (R), y existió un aumento de las temperaturas de un termopar a otro conforme se incrementa la altura ($T_1 > T_2 > T_3 > D$), informando que la mezcla de destilación bajo estas condiciones se alcanza a separar hasta el domo de la columna; mientras que en los experimentos c), d) y e) los cambios de temperatura de un termopar a otro (T_1 , T_2 , T_3 y D) es mínima, indicando que en las primeras etapas de la columna se alcanzó la máxima separación.

Durante las experimentaciones b) y c) en el período de transición hacia un estado estable, se observa una caída en los valores de las temperaturas T_1 , T_2 y T_3 y ligeramente en R , esto se debió a que en el trascurso del experimento el vapor se enriquece del componente más volátil (etanol) disminuyendo su punto de ebullición.

En el experimento e), durante la operación en estado estable, la línea correspondiente al rehervidor (R, color anaranjado), presentó un comportamiento oscilatorio debido, posiblemente, al intenso burbujeo de la mezcla por la alta carga térmica suministrada, de manera que la separación del componente ligero se observa en las primeras etapas de la columna. Por último, en todos los experimentos la temperatura del vapor (V) que entra al serpentín del hervidor se mantiene con perturbaciones debido a que se dificultó controlar el flujo de vapor con la válvula disponible.

En la Figura 38 se presentan los flujos máxicos de condensado del domo de la columna para las diferentes cargas térmicas de vapor empleadas. Es posible observar que a medida que el suministro de calor se incrementa, la tasa máxica de condensado aumenta, lo que significa condensados más ricos del componente ligero. Se obtuvo entonces un aumento en la composición de etanol a medida que se aumentó la carga de vapor hasta que se alcanzó la condición estable azeotrópica (concentración molar de etanol de 0.83 y temperatura de 73°C).

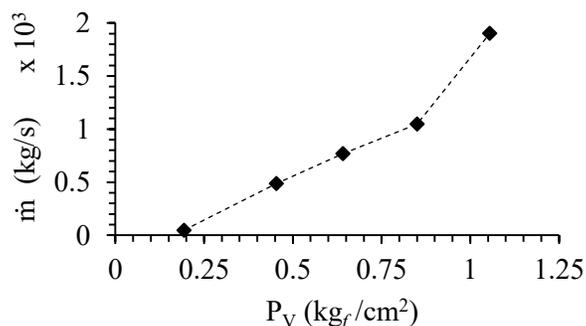


Figura 38. Flujo máxico de destilado para las diferentes cargas de vapor empleadas.

En la Figura 39 se reportan los perfiles de composición de la mezcla etanol-agua en estado estable de operación para las diferentes cargas de vapor. Cabe recalcar que las composiciones que se muestran corresponden a las obtenidas a partir del diagrama de equilibrio líquido-vapor de etanol (*ver ANEXO B*), de acuerdo a la temperatura en condición de estado estable en los diferentes puntos a lo largo de la columna. Lo anterior debido a que el refractómetro que se tiene disponible en el laboratorio no estaba calibrado y daba lecturas erróneas.

Se observa que a partir de una carga de vapor de $0.85 \text{ kg}_f/\text{cm}^2$ la composición de la mezcla alcanzó el valor azeótropico en el domo de la columna, es decir, se alcanzó la máxima separación de componentes, por consiguiente, si se aumenta la carga de vapor en el hervidor, solamente se obtendrá un flujo mayor de condensado pero su composición no cambiará. De esta forma se llega a la conclusión de que, bajo las condiciones dadas, es recomendable manejar una carga de vapor de $0.85 \text{ kg}_f/\text{cm}^2$ para el sistema etanol-agua empleado.

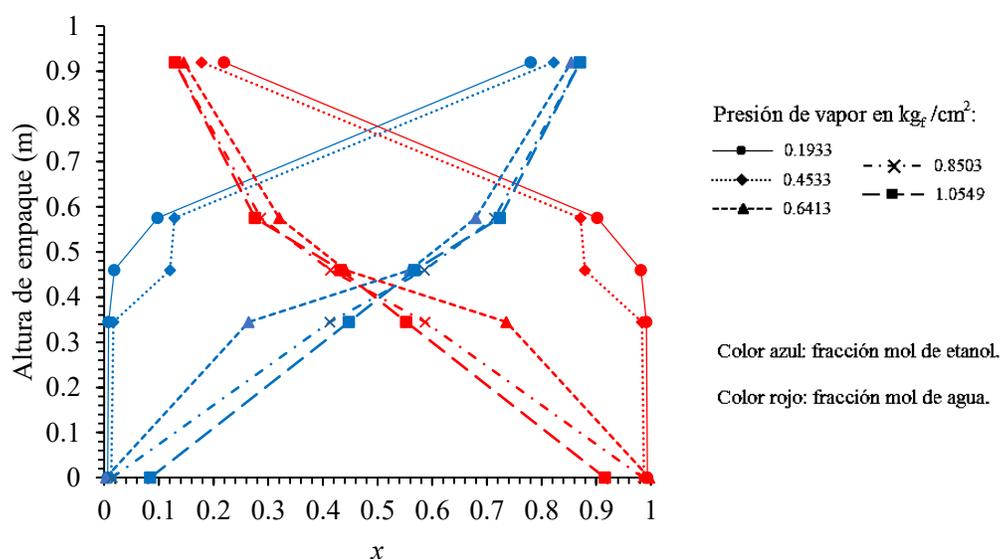


Figura 39. Perfiles de composición en fase líquida para los experimentos con diferentes cargas de vapor.

Debido a que la eficiencia de una columna de destilación es inversamente proporcional al valor numérico de HETP, una manera de evaluar esta eficiencia es mediante una gráfica HETP en función del factor del gas (factor- f_G). En la Figura 40 se puede observar la funcionalidad de la eficiencia a medida que la carga de gas aumenta. La línea continua indica los valores teóricos HETP obtenidos a partir del modelo semi-empírico propuesto por Hoffmann, Noeres, & Górak (2004), mientras que los puntos indican los valores HETP experimentales. Por otro lado, en la Figura 41 es posible observar la

eficiencia característica de la mayoría de los empaques estructurados, según reporta Brito Ponce (2004). En dicha figura es posible notar cuatro zonas: a la izquierda del punto “A” se encuentra la región de la *mala distribución del líquido*, ya que a bajas velocidades de la fase líquida, la irrigación del líquido sobre el lecho empacado es pobre, dando por consecuencia una mala eficiencia de la CDR; la región “A-B” se conoce como *Precarga* y es la ideal para el diseño y operación, donde el empaque se encuentra casi humedecido en su totalidad, se presenta un flujo turbulento en la película del líquido, se exhibe una buena transferencia de masa y, esencialmente, una eficiencia constante; cuando la velocidad del gas aumenta, se pasa del punto “B” a la región de *Carga* (“B-C”), región en la que inicialmente la eficiencia se incrementa debido a que el volumen de retención del líquido aumenta y se tiene presente mayor área efectiva, sin embargo, cuando el punto mínimo de HETP es alcanzado, la eficiencia exhibe un punto máximo, punto “E”, y después disminuye drásticamente (zona “E-C”) debido al arrastre e inundación de la columna; finalmente se encuentra la región de *Inundación*, caracterizada por la inestabilidad en la operación, el fenómeno de arrastre y una baja eficiencia de la columna.

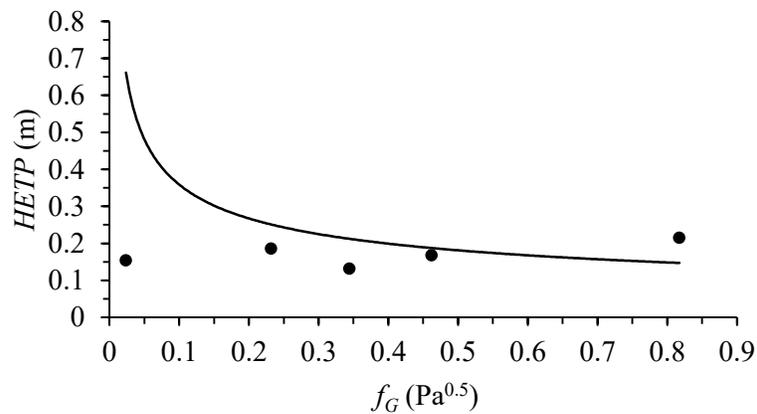


Figura 40. Valores HETP experimentales y calculados a partir del modelo semi-empírico de Hoffmann (2004) a reflujo total del sistema etanol-agua a 585mmHg.

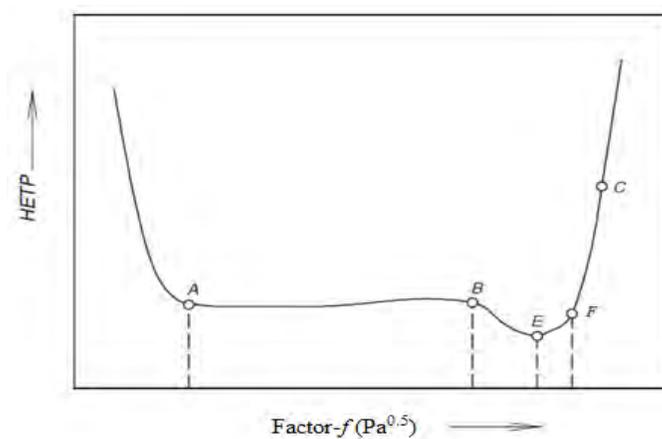


Figura 41. Eficiencia característica de a mayoría de los empaques estructurados.

Comparando los resultados teóricos de HETP de la Figura 40 con la tendencia que se muestra en la Figura 41, se observa que el régimen de flujo experimental, con el cual se trabajó, se encuentra en la región de mala distribución del líquido y en la región de precarga. Por lo tanto, no se alcanzó la condición de punto de carga. Recordando los resultados del obtenidos en el Capítulo 4.4, correspondiente a la experimentación de Caídas de Presión, los resultados obtenidos de HETP sí corresponden a la condición de precarga, ya que el factor de gas (factor- f_G) que se sugirió para el punto de carga de la CDR empelada oscila entre 1.35-1.8.

En cuanto al ajuste de los datos experimentales con el modelo semi-empírico, se observa en la Figura 42 un error máximo (76.86%) para la carga de vapor mínima empleada ($0.1933\text{kg}/\text{cm}^2$), lo cual pudo ser consecuencia de la mala distribución del líquido a lo largo de la sección empacada aunado a errores experimentales. En cuanto a los datos obtenidos para las otras cargas de vapor, se observó un ajuste aceptable con un error aproximado del $\pm 25\%$.

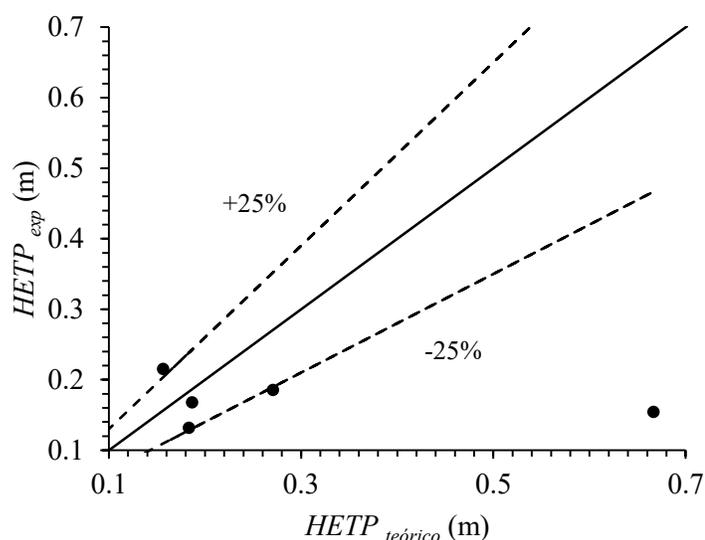


Figura 42. Comparación de los valores HETP experimentales y teóricos.

La carga de vapor que propició una mayor eficiencia de separación en la CD fue de $0.6413\text{kg}/\text{cm}^2$ con un valor HETP de 0.1315m y 7.60 etapas teóricas de separación, mientras que la carga de vapor menos eficiente fue de $1.0549\text{kg}/\text{cm}^2$ con un valor HETP de 0.2150m y 4.65 etapas teóricas de separación.

Con el fin de comparar los resultados experimentales con los reportados en la literatura, se tomó como referencia a Behrens (2006), quien realizó un estudio hidráulico y de eficiencia de separación para EE y EEC, entre los cuales se encontró el EEC Katapak®-SP 11. Behrens empleó un sistema agua-ácido acético en una CD con diámetro

igual a 98mm y obtuvo un valor HETP entre 0.22-0.50m para el EEC Katapak®-SP 11. La eficiencia más baja que obtuvo al manejar cargas pequeñas de vapor fue un valor HETP de 0.5m. Comparando éste valor con el que se obtuvo experimentalmente al aplicar una carga de vapor de 0.1933kg/cm², cuyo valor HETP resultó 0.1543m, se observa un error del 69.14%, lo cual revela que el valor HETP teórico calculado para dicha carga (HETP=0.6336m) se adecúa mejor al dato reportado con Behrens con un error del 26.72%. Es decir, el modelo semi-empírico de Hoffmann se adecua correctamente a los resultados experimentales.

Por otro lado, los valores experimentales de los coeficientes de transferencia de masa de la fase vapor se correlacionaron a partir de los bien conocidos grupos adimensionales de Reynolds, Schmidt y Sherwood, como se muestra a continuación (*ver APÉNDICE Parte VI*):

Ecuación 2

$$N_{Sh,G} = 0.002832 N_{Re,G,ef}^{1.024845} N_{Sc,G}^{1/3}$$

La Ecuación 2 reprodujo todos los datos experimentales con una exactitud del +30%, como indica la Figura 43.

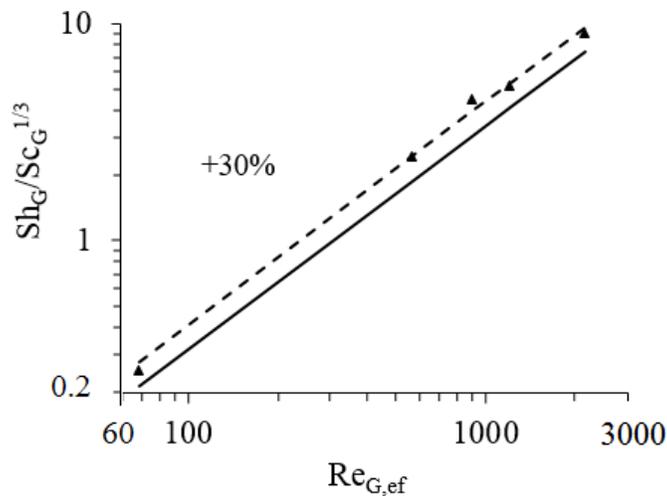


Figura 43. Coeficientes de transferencia de masa de la fase vapor.

Con base a la correlación obtenida es posible determinar la eficiencia de separación de la mezcla etanol-agua para cualquier flujo de vapor, ya que es en ésta fase donde se tiene la mayor resistencia a la transferencia de masa. El número adimensional de Sherwood correlaciona el coeficiente de transferencia de masa en la fase vapor, con el cual es posible aproximarse a la altura de una unidad de transferencia de la fase vapor y, con ello, se obtiene la eficiencia de separación de la mezcla.

CAPITULO 5
CONCLUSIONES

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

Se llevó a cabo la construcción y caracterización hidráulica del empaque estructurado catalítico tipo Katapak[®]-SP 11 en la columna de destilación reactiva escala laboratorio instalada en la Nave 1000 de Ingeniería Química de la FES Cuautitlán, Campo 1. Los datos experimentales obtenidos para el EEC tipo Katapak[®]-SP 11 se correlacionaron satisfactoriamente a partir de los modelos semi-empíricos reportados por Brunazzi y col. (2006, 2007 y 2008) para caracterización hidráulica, y por Gualito y col. (1997) y Hoffmann y col. (2004) para la eficiencia del empaque. Se observó que el funcionamiento de los empaques construidos son equivalentes a los comercializados por SULZER[®].

Con base al estudio experimental y correlación de los resultados experimentales con los modelos semi-empíricos, se seleccionaron los intervalos de operación: flujos de gas con un factor f_G entre 1.35 y 1.8 y un flujo de líquido entre 8.0 y 10.0 L/h.

En cuanto a la eficiencia de separación de la mezcla etanol-agua empleada, se obtuvo que el flujo de vapor más eficiente fue de 0.85 kg_f/cm². Se logró obtener una correlación eficiente para obtener coeficientes de transferencia de masa en la fase vapor, a partir de los cuales es posible obtener la eficiencia de separación para un flujo de vapor dado.

Si bien se cumplieron los objetivos empleados, queda pendiente extender el modelo hidráulico a flujos mayores de aire para encontrar la caída de presión en la inundación, y por ende, el punto de carga, con el fin de corroborar que el modelo predice correctamente los datos experimentales en dichas condiciones.

TRABAJOS FUTUROS

Se pretende desarrollar el proceso de destilación reactiva para la síntesis del lactato de etilo a partir de ácido láctico en la CDR instalada en la Nave 1000 de Ingeniería Química de la FES Cuautitlán, Campo 1. Para ello, los estudios sobre la hidráulica y eficiencia del EEC tipo Katapak[®]-SP 11 (el cual se desarrolló en el presente trabajo de tesis) y del EE tipo Mellapak 500Y (llevado a cabo de forma paralela por otro sustentante), se pretenden conjuntar con el fin de caracterizar la CDR que contendrá los dos tipos de empaque mencionados. La resina con la cual se acomete llevar a cabo la reacción de esterificación será DOWEX-20W50, la cual es fuertemente ácida.

APÉNDICE

APÉNDICE

Parte I. Determinación de las características geométricas ε , a_{se} , y ψ del EEC tipo Katapak®-SP 11.

La fracción de espacios vacíos (ε) por unidad de empaque se obtuvo a partir de la Ecuación 3, dependiente de la Ecuación 4 y Ecuación 5.

Ecuación 3

$$\varepsilon = \frac{V_{vacío}}{V_{empaque}}$$

Ecuación 4

$$V_{vacío} = V_{empaque} - V_{desplazado}$$

Ecuación 5

$$V_{empaque} = \frac{\pi}{4} (d_c)^2 * Z$$

Donde: d_c se refiere al diámetro interno de la columna; y Z a la altura total del lecho empacado obtenida a partir de la Ecuación 6.

Ecuación 6

$$Z = N^{\circ} \text{ empaques} * h$$

De manera que el $V_{empaque} = 2.518 \times 10^{-4} m^3$.

El volumen desplazado promedio de agua resultó ser igual a $4.96667 \times 10^{-5} m^3$. Por lo tanto:

$$\varepsilon = \frac{2.518 \times 10^{-4} m^3 - 4.96667 \times 10^{-5} m^3}{2.518 \times 10^{-4} m^3} = 0.80275$$

El área superficial específica por unidad de volumen (a_{se}) se determinó a partir de la caracterización geométrica del empaque y empleando la Ecuación 7.

Ecuación 7

$$a_{se} = \frac{a_{e,láminas} + a_{e,sacos\ catalíticos}}{V_{empaque}}$$

Donde: a_e corresponde al área efectiva.

Debido a la complejidad geométrica del tipo de empaque en estudio, fue necesario calcular de forma independiente el área efectiva que aporta cada uno de los elementos del empaque.

Cálculo del área efectiva que aportan las láminas corrugadas a una unidad de empaque.

Con el objetivo de obtener el factor correspondiente a la proporción del área efectiva por superficie total de una lámina, se dibujaron las perforaciones y puntos de texturizado (tal como se indica en el Capítulo 3.1.1) dentro del área de un cuadrado de 10x10cm. Se obtuvieron 64 perforaciones y 2401 puntos de texturizado en un área igual a 100cm². Sin embargo, fue necesario restar el área de los puntos de texturizado que se traslaparon con el área dibujada de las perforaciones. Se observó que había 4 puntos de texturizado por cada perforación dibujada, de manera que la cantidad real de puntos de texturizado que contribuyeron al área efectiva del cuadrado fue de 2145. Con base a la cantidad de perforaciones y puntos de texturizado reales presentes en 100cm², se procedió a determinar el área muerta y área efectiva de la lámina.

El área muerta (A_M) corresponde al área que disminuye en la superficie debido a las perforaciones, de ésta manera:

Ecuación 8

$$A_{M, 100cm^2} = \frac{\pi}{4} d_{perforación}^2 * N^{\circ} de perforaciones$$

En caso contrario al efecto de las perforaciones en la lámina, los puntos de texturizado tienden a incrementar el área efectiva en la superficie debido a que éstos tienen forma esférica.

Para determinar el área extra que aporta el texturizado de la lámina fue necesario calcular el área de las circunferencias de los puntos de texturizado y el área de las semiesferas formadas una vez que se lleva a cabo el texturizado.

Ecuación 9

$$A_{\text{circunferencias, } 100\text{cm}^2} = \frac{\pi}{4} d_{\text{punto de texturizado}}^2 * N^{\circ} \text{ de puntos de texturizado reales}$$

Ecuación 10

$$A_{\text{semiesferas, } 100\text{cm}^2} = \frac{4\pi \left(\frac{d_{\text{punto de texturizado}}}{2} \right)^2}{2} * N^{\circ} \text{ de puntos de texturizado reales}$$

El incremento del área debida a la contribución del texturizado corresponde a la diferencia entre el área de las semiesferas y el área de las circunferencias.

Ecuación 11

$$A_{\text{extra, } 100\text{cm}^2} = A_{\text{semiesferas, } 100\text{cm}^2} - A_{\text{circunferencias, } 100\text{cm}^2}$$

Por lo tanto, el área efectiva en 100cm² de lámina corresponde al área total del cuadrado (A_T) más el área con la que contribuye el texturizado de la lámina (A_{extra}) menos el área muerta (A_M) debido a las perforaciones. Sin embargo se consideran ambas caras del cuadrado porque será por ambas caras de la lámina por la que se lleve a cabo el contacto gas-líquido en el empaque, por lo que el área efectiva se multiplica por 2.

Ecuación 12

$$a_{e, 100\text{cm}^2} = 2(A_{T,100\text{cm}^2} - A_{M,100\text{cm}^2} + A_{\text{extra},100\text{cm}^2})$$

A partir del área total del cuadrado y del área efectiva que resultó considerando las perforaciones y el texturizado de las láminas, es posible calcular un factor (f_L) que permitirá determinar el área efectiva de una lámina con ciertas dimensiones.

Ecuación 13

$$f_L = \frac{a_{e, 100\text{cm}^2}}{A_{T, 100\text{cm}^2}} = 2.17609$$

Considerando las dimensiones de los romboides que corresponden a la lámina A (13.571x2.05cm) y a la lámina B (13.571x4.5cm), se procede a calcular el área total de cada una de las láminas y a multiplicar ésta por f_L para obtener su correspondiente área

efectiva. Posteriormente, se obtiene el área efectiva total que aporta cada tipo de lámina multiplicando cada una de las áreas efectivas por el número de láminas similares que conforman un empaque. El área efectiva total de las láminas corrugadas por unidad de empaque corresponde a la suma de las áreas efectivas totales de las láminas A y láminas B. De esta forma se obtuvo que dos láminas A y dos láminas B aportan un área efectiva total igual a 0.03869 m^2 .

Cálculo del área efectiva que aportan los sacos catalíticos a una unidad de empaque.

Caso similar a las láminas corrugadas del empaque, se determinó el factor correspondiente al área efectiva de la malla por superficie total para obtener el área efectiva de los sacos catalíticos con base al área total y a la superficie externa de los mismos.

Primeramente se determinó el área efectiva que posee un cuadrado de malla de 1 in de longitud, multiplicando el perímetro de la circunferencia de los alambres por su longitud y por el número de hilos, y restándole las áreas de contacto entre los alambres (Guadarrama & Chávez, 2006). Considerando únicamente una de las caras del cuadrado de malla con área igual a 1 in^2 , se obtiene un factor (f_S) correspondiente al área efectiva por superficie total igual a 0.45822 .

El área total de cada tipo de saco se calculó considerando que el contacto gas-líquido se lleva a cabo en la parte externa de éste, por lo que dicha área se obtuvo a partir de la sumatoria de las áreas totales de cada una de las caras externas. Al multiplicar el área total resultante por f_S se obtuvo el área efectiva de los sacos.

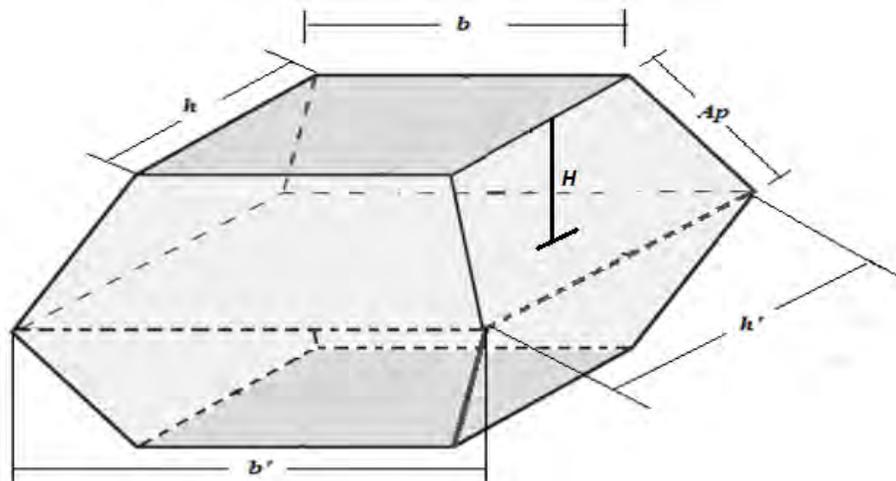


Figura 44. Geometría de un saco catalítico.

Tabla 13. Dimensiones de los sacos catalíticos del EEC tipo Katapak®-SP 11

Saco catalítico	Tipo I	Tipo II
b (m)	0.01400	0.02100
h (m)	0.08900	0.08900
b' (m)	0.02600	0.03300
h' (m)	0.09800	0.09800
Ap (m)	0.00700	0.00700

También es necesario tomar en cuenta la contribución que las cejas de los sacos catalíticos aportan al área efectiva de contacto gas-líquido. Considerando el ancho de la ceja igual a 0.5cm para el saco tipo I e igual a 0.6cm para el saco tipo II y el área total de sus superficies (debido a que se traslaparon las cejas de las dos piezas que conforman un saco catalítico para amarrarse entre sí, lo cual redujo casi a cero el espacio entre los alambres de la malla), el área efectiva que aportan las cejas de un saco catalítico tipo I y tipo II es igual a 0.00268m² y 0.00343m², respectivamente.

El área efectiva total por saco es entonces igual a la suma de las áreas efectivas del saco y de sus correspondientes pestañas. Si dos unidades de saco catalítico tipo I y una unidad de saco catalítico tipo II conforman un empaque, el área efectiva que aportan los sacos catalíticos por empaque es igual a 0.01461 m².

Por lo tanto,

$$a_{se} = \frac{0.03869 \text{ m}^2 + 0.01461 \text{ m}^2}{2.518 \times 10^{-4} \text{ m}^3} = 211.6715 \text{ m}^2/\text{m}^3$$

La fracción volumétrica del catalizador (ψ) se obtuvo a partir de la Ecuación 14.

Ecuación 14

$$\psi = \frac{V_{catalizador}}{V_{empaque}}$$

Donde

Ecuación 15

$$V_{catalizador} = N^{\circ}_{sacos \ tipo \ I/empaque} * V_{saco \ tipo \ I} + N^{\circ}_{sacos \ tipo \ II/empaque} * V_{saco \ tipo \ II}$$

Los volúmenes de los sacos I y II se calcularon utilizando la Ecuación 16 con base en las dimensiones correspondientes al tipo de saco, mostradas en la Tabla 13.

Ecuación 16

$$V_{saco} = 2 * \left(\frac{H}{3} \left(b'h' + bh + \sqrt{(b'h' * bh)} \right) \right)$$

Donde: H es la altura de una de las mitades del saco catalítico; b' es la base mayor; h' es la altura mayor; b es la base menor; y h es la altura menor. Tal como se indica en la Figura 44.

Resolviendo H con la Ecuación 17,

Ecuación 17

$$H = \sqrt{Ap^2 - \left(\frac{b'}{2} - \frac{b}{2} \right)^2}$$

Donde: Ap se refiere a la apotema que forma una mitad del saco catalítico.

Se obtiene: $V_{saco\ tipo\ I} = 1.39085 \times 10^{-5} m^3$ y $V_{saco\ tipo\ II} = 1.88618 \times 10^{-5} m^3$.

Por lo tanto,

$$V_{catalizador} = 2 * 1.39085 \times 10^{-5} m^3 + 1 * 1.88618 \times 10^{-5} m^3 = 4.66787 \times 10^{-5} m^3$$

$$\psi = \frac{4.66787 \times 10^{-5} m^3}{2.518 \times 10^{-4} m^3} = 0.18538$$

Parte II. Cálculo de las propiedades físicas.

La densidad del aire se obtuvo a partir de la ecuación de los gases ideales a una temperatura de 26°C y a 585mmHg (77993.58Pa), mientras que su viscosidad se obtuvo a partir de la Tabla A-9 de . engel, Cimballa, & Olguín (2006) a 25°C.

Las propiedades físicas para etanol, agua y mezcla etanol-agua, se obtuvieron a partir de los modelos reportados por Pérez Ones, Díaz Rodríguez, Zumalacárregui, & Gozá León (2010) a presión atmosférica. Cabe recalcar que las unidades empleadas fueron: temperatura en °C, presión en kPa y viscosidad dinámica del líquido en mPa·s. La viscosidad dinámica del gas se calculó en Pa·s.

En la Tabla 14 se muestra un resumen de las ecuaciones y modelos utilizados para calcular las propiedades del aire, del agua, del etanol y del sistema etanol-agua. Se consideró el valor promedio de la propiedad física calculada en varios puntos a lo largo de la CDR al trabajar el sistema etanol-agua.

La tensión superficial de mezcla (σ_m) se calculó a partir de la correlación de Macleod-Sugden (Poling, Prausnitz, & O'Connell, 2001) aplicable para mezcla de componentes en fase líquida y fase vapor:

Ecuación 18

$$\sigma_m = (P_{m,L} \rho_L - P_{m,V} \rho_V)^{3.6}$$

Donde: ρ_L y ρ_G corresponden a las densidades en la fase líquida y en la fase vapor, respectivamente; y $P_{m,L}$ y $P_{m,V}$ corresponden al valor del Paracoro⁶ de la mezcla líquida y vapor, respectivamente. Los valores Paracoro se tomaron de la Tabla 11-3 de Poling, Prausnitz, & O'Connell (2001).

El coeficiente de difusividad del líquido (D_L) se calculó a partir de dependencia aproximada sobre la temperatura, tal como indica la ecuación de Stokes-Einstein (Poling, Prausnitz, & O'Connell, 2001):

Ecuación 19

$$\frac{D_{L,T1}}{D_{L,T2}} = \frac{T_1 \eta_{L,T2}}{T_2 \eta_{L,T1}}$$

⁶ (Inglés: Parachor) Cantidad definida como $P = \bar{V} \sigma^{1/4}$ donde \bar{V} es el volumen molar y σ es la tensión superficial, ambos medidos a la misma temperatura.

Donde: T_1 y T_2 son las temperaturas absolutas correspondientes; y η_L la viscosidad dinámica del líquido.

Se tomó como referencia (T_l) el coeficiente de difusión para una mezcla etanol-agua a 29.998°C reportado por Kolodner, Williams, & Moe (1988):

$$D_{L, 29.998^\circ C} = 4.6 * 10^{-10} m^2/s; \eta_{L, 29.998^\circ C} = 1.809251 * 10^{-3} kg/ms.$$

El coeficiente de difusividad del gas (D_G) se obtuvo a partir de la ecuación propuesta por Fuller, et al. (Poling, Prausnitz, & O'Connell, 2001):

Ecuación 20

$$D_G = \frac{0.00143 T^{1.75}}{M_m^{1/2} \left[(\Sigma_v)_1^{1/3} + (\Sigma_v)_2^{1/3} \right]^2}$$

Donde: T es la temperatura absoluta; M_m es la masa molecular promedio calculada a partir de la; 1 y 2 corresponden a los componentes etanol y agua, respectivamente; y Σ_v se obtiene para cada componente a partir de la suma de los volúmenes de difusión atómica. Los volúmenes de difusión atómica se obtuvieron de la tabla 11-1 de Poling, Prausnitz, & O'Connell (2001).

Ecuación 21

$$M_m = 2 \left[\frac{1}{M_1} + \frac{1}{M_2} \right]^{-1}$$

Tabla 14. Ecuaciones y modelos empleados para calcular las propiedades físicas.

Compuesto	Aire	Etanol	Agua	Etanol/agua
$M_i \left(\frac{g}{mol} \right)$	28.940	46.069	18.015	$= \sum x_i * M_i$
$\rho_G \left(\frac{kg}{m^3} \right)$	$= \frac{P_{atm} * M_G}{1000 * R * T}$	$= \frac{P}{0.1804 T + 49.2702}$	$= \frac{P}{0.4615 T + 126.0676}$	$= \sum Y_i * \rho_{i,G}$
$\rho_L \left(\frac{kg}{m^3} \right)$	---	De 0 a 100°C: $= 805.951 - 0.7767 T - 0.0013 T^2$	De 0 a 100°C: $= 999.888 + 0.0375 T - 0.0065 T^2 + 2 * 10^{-5} T^3$	De 0 a 80°C: $= 1003.98 - 0.3524 T - 96.7916 X_1^2 - 100.0610 X_1 - 1.3996 T X_1 + 0.8585 X_1^2 T$ De 80 a 100°C: $\frac{M_1 x_1 + M_2 (1 - x_1)}{\frac{\rho_{1,L} x_1 + \rho_{2,L} (1 - x_1)}}{y_1 \eta_1}$
$\eta_G \left(\frac{kg}{m s} \right)$	Tabla A-9 de Çengel, Cimbala, & Olguín (2006) a 25°C.	De la Tabla 2-364 de Perry & Green (2010) a 76°C.	A 585mmHg (Sarco, s.f.).	$= \frac{y_1 \eta_1}{y_1 + (1 - y_1) \omega_{12} + \frac{(1 - y_1) \eta_2}{(1 - y_1) + y_1 \omega_{21}}}$ $\omega_{12} = \frac{\left[1 + \left(\frac{\eta_1}{\eta_2} \right)^{0.5} \left(\frac{M_2}{M_1} \right)^{1/4} \right]^2}{\left\{ 8 \left[1 + \left(\frac{M_1}{M_2} \right) \right] \right\}^{0.5}}$ $\omega_{21} = \omega_{12} \frac{\eta_2 M_1}{\eta_1 M_2}$
$\eta_L \left(\frac{kg}{m s} \right)$	---	De 0 a 30°C: $1.747 - 0.0256 T$ De 30 a 100°C: $= 1.5539 - 2.1517 * 10^{-2} T + 9.2143 * 10^{-5} T^2$	De 0 a 100°C: $= (0.6919 + 0.0153 T)^{\frac{-1}{0.6307}}$	De 25 a 70°C: $= 1.9405 - 0.0469 T + 6.1067 X_1 + 0.0004 T^2 - 5.9790 X_1^2 - 0.0729 T X_1 + 0.0725 T X_1^2$ De 70 a 100°C: $= \left[\frac{x_1 \eta_{1,L}^{1/3} + (1 - x_1) \eta_{2,L}^{1/3}}{(1 - x_1) \eta_{2,L}^{1/3}} \right]^3$

Parte III. Cálculo del volumen de retención de líquido estático, dinámico y total del EEC tipo Katapak®-SP 11.

El volumen de retención de líquido estático experimental ($h_{L,e}$) del EEC tipo Katapak®-SP 11 se obtuvo a partir de la relación del volumen promedio de agua retenida de los 6 empaques, después de transcurridas 2hr de drenado, y del volumen del empaque:

Ecuación 22

$$h_{L,e} = \frac{\bar{V}_{H_2O \text{ retenida}, t=2hr}}{V_{\text{empaque}}}$$

El volumen promedio de líquido retenido ($\bar{V}_{H_2O \text{ retenida}}$) se determinó a partir de la masa promedio de agua retenida de los empaques y de la densidad del agua. La masa promedio de agua retenida ($\bar{M}_{H_2O \text{ retenida}}$) resulta de la diferencia de las masas del empaque mojado, que se obtiene después de drenar durante un tiempo t , y la obtenida del empaque seco, mismas que se muestran en la Tabla 9.

Ecuación 23

$$\bar{V}_{H_2O \text{ retenida}} = \frac{\bar{M}_{H_2O \text{ retenida}}}{\rho_L}$$

Ecuación 24

$$\bar{M}_{H_2O \text{ retenida}} = \frac{\sum_{i=1}^n M_{\text{mojada}, t=t} - M_{\text{seco}}}{n}$$

Donde n se refiere al número de unidades de empaque e i es igual a 1, 2, 3...

Después de 2hr de drenado se obtiene una masa promedio de agua retenida igual a 0.0158kg. Sustituyendo la Ecuación 23 en la Ecuación 22, considerando que la densidad del agua es de 998kg/m³ y resolviendo el volumen del empaque con la Ecuación 5, se obtiene:

$$h_{L,e} = \frac{\frac{0.0158kg}{998 \frac{kg}{m^3}}}{2.518 \times 10^{-4} m^3} = 0.06287 m^3/m^3$$

El volumen de retención de líquido dinámico ($h_{L,d}$) se obtuvo a partir del modelo propuesto por Brunazzi (2006):

Ecuación 25

$$h_{L,d}(1h) = d L^e$$

Donde: $d = 0.0453$ y $e = 0.274$; y la carga específica de líquido (L) se obtuvo a partir de la Ecuación 35.

El volumen de retención de líquido total ($h_{L,T}$) se define como:

Ecuación 26

$$h_{L,T} = h_{L,e} + h_{L,d}$$

Los volúmenes de retención de líquido experimentales se graficaron en función del número de Reynolds (N_{Re}), el cual se calculó con la siguiente expresión:

Ecuación 27

$$N_{Re} = \frac{d_c \rho_L U_L}{(1 - \varepsilon) \eta_L}$$

Donde: d_c es el diámetro interno de la CDR; ε es la fracción de espacios vacíos del EEC; ρ_L es la densidad del líquido; η_L es la viscosidad dinámica del líquido; y U_L es la velocidad superficial del líquido, el cual se calculó a partir de la Ecuación 41. Las propiedades del líquido se obtuvieron según se indica el *APÉNDICE Parte II*.

La retención total de líquido obtenida a partir de las curvas de DTR ($h_{L,T DTR}$) se calculó con la siguiente ecuación:

Ecuación 28

$$h_{L,T DTR} = \frac{Q_L \tau}{A_c Z}$$

Donde: Q_L es el flujo volumétrico del líquido; τ es el tiempo medio de residencia; A_c es el área transversal de la CDR; y Z es la altura total del lecho empacado. La altura total del lecho empacado se calculó con la Ecuación 6, el flujo volumétrico del líquido se calculó con la Ecuación 42, el área transversal de la columna con la Ecuación 43 y el tiempo medio de residencia con la Ecuación 52.

Parte IV. Cálculo de la caída de presión en seco, en mojado y en el punto de inundación.

La caída de presión del gas que fluye a través del lecho empacado seco ($\Delta P_s/\Delta Z$) se calculó con base al modelo de canales propuesto por Hoffmann, Noeres & Górak (2004), representado por la Ecuación 29, el cual visualiza pequeños tubos inclinados con un ángulo ϕ con respecto a la horizontal.

Ecuación 29

$$\left(\frac{\Delta P_s}{\Delta Z}\right) = \frac{a_{se}}{\varepsilon^3} \left(\frac{U_G}{\text{sen } \phi}\right)^2 \frac{\rho_G}{f_s} \left(D + E \frac{\varepsilon \text{ sen } \phi \eta_G f_s}{U_G d_{eq} \rho_G}\right)$$

Donde: a_{se} es el área superficial específica del empaque; ε es la fracción de espacios vacíos del empaque; ϕ es el ángulo de inclinación del empaque con respecto a la horizontal; U_G es la velocidad superficial del gas; ρ_G es la densidad del gas; η_G es la viscosidad dinámica del gas; d_{eq} es el diámetro equivalente; f_s es el factor de pared; D y E son constantes específicas del empaque. Las constantes D y E se ajustaron de acuerdo a los datos experimentales obtenidos para la caída de presión en seco, f_s se obtuvo a partir de la Ecuación 30 y d_{eq} a partir de la Ecuación 31.

Ecuación 30

$$\frac{1}{f_s} = 1 + \frac{4}{a_{se} d_c}$$

Donde: d_c se refiere al diámetro de la columna.

Ecuación 31

$$d_{eq} = 4\varepsilon/a_{se}$$

Para resolver la Ecuación 29 fue necesario conocer la velocidad superficial del gas, la cual se obtuvo a partir de la Ecuación 32 y se resolvió para los datos experimentales y para los resultados teóricos en un rango de caudal de gas de 0-15 L/min.

Ecuación 32

$$U_G = \frac{Q_G \text{ (L/min)}}{60000 A_c}$$

Donde: la constante igual a 60000 es un factor de conversión de L/m²min a m³/m²s; Q_G es el flujo volumétrico del gas; y A_c es el área transversal de la columna.

La caída de presión se representó en función del factor de capacidad del gas (f_G), el cual se calculó con la Ecuación 33.

Ecuación 33

$$f_G = U_G \rho_G^{0.5}$$

Los valores iniciales de las constantes específicas del empaque D y E se consideraron iguales a 0.0112 y 14.864, respectivamente, según reportó Brunazzi, Salinas & Viva (2008). Posteriormente, éstos se ajustaron con base a los datos experimentales obtenidos para la caída de presión en seco, tal como indica la

Figura 45.

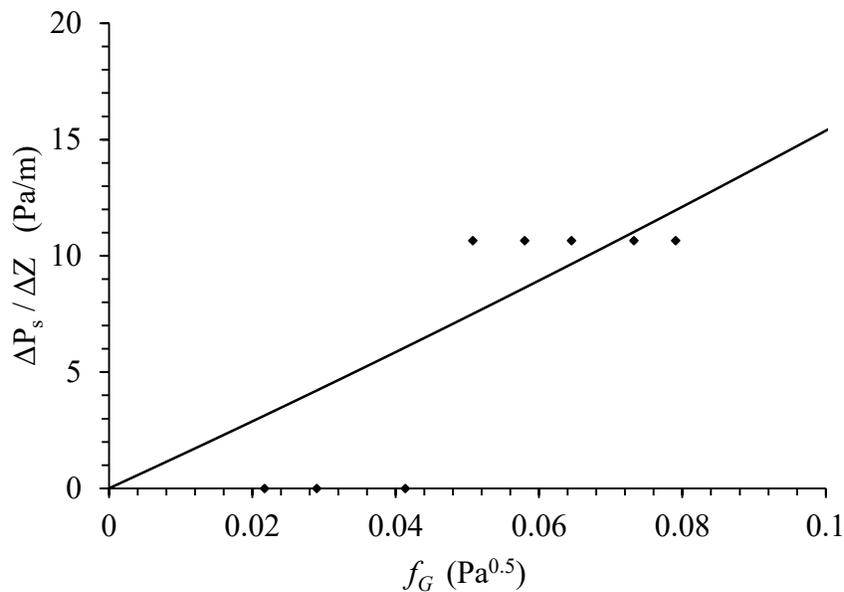


Figura 45. Ajuste de las constantes específicas en el modelo para caída de presión en seco.

Por otro lado, se consideró la correlación de Brunazzi & Viva (2006), en términos de la carga específica de líquido (L) y de la caída de presión del lecho seco ($\frac{\Delta P_s}{\Delta Z}$), para calcular la caída de presión del lecho mojado ($\frac{\Delta P_m}{\Delta Z}$). La Ecuación 34 se reportó válida para

un rango de cargas específicas de líquido de 0 a 52.9m³/m²h con una desviación absoluta promedio igual a 5.9%.

Ecuación 34

$$\frac{\Delta P_m}{\Delta Z} = \frac{\Delta P_s}{\Delta Z} (1 + 0.3L)$$

Donde L se calculó a partir de la Ecuación 35.

Ecuación 35

$$L = 3600U_L$$

Donde U_L se refiere a la velocidad superficial del líquido.

En cuanto al cálculo de las condiciones de operación en el punto de inundación, se siguió la metodología propuesta por Brunazzi, Salinas & Viva (2008), la cual involucra la ecuación de Buchanan (1969):

Ecuación 36

$$\left(\frac{\Delta P_m}{\Delta P_s}\right) = (1 - F * h_{L,T CA})^{-5}$$

Donde: $h_{L,T CA}$ es el volumen de retención de líquido total en los canales abiertos del EEC; y F es una constante específica del empaque.

El volumen de retención de líquido total en los canales abiertos se calculó de acuerdo al modelo propuesto por Stichlmair, Bravo, & Fair (1989):

Ecuación 37

$$h_{L,T CA} = h_{L,T CA 0} \left[1 + C \left(\frac{\Delta P_m}{\Delta Z \rho_L g} \right)^2 \right]$$

Donde: $h_{L,T CA 0}$ es el volumen de retención de líquido total antes del punto de carga; g es la constante gravitacional; y C es una constante específica del empaque.

Para calcular la retención total de líquido antes del punto de carga se utilizó la correlación de Mackowiak (1991):

Ecuación 38

$$h_{L,TCA0} = A \left(\frac{a_{se} U_{L,CA}^2}{g \operatorname{sen} \phi} \right)^B$$

Donde $U_{L,CA}$ se refiere a la velocidad superficial del líquido por los canales abiertos del empaque; A y B son constantes específicas del empaque.

Los valores de las constantes A, B, C y F se consideraron iguales a los que reportó Brunazzi (2008) para el EEC Katapak[®]-SP 11. Todos los parámetros necesarios para el modelo hidráulico del EEC tipo Katapak[®]-SP 11 se encuentran en la Tabla 15.

Tabla 15. Parámetros para el modelo hidráulico del EEC tipo Katapak[®]-SP 11.

Parámetro	A	B	C	D	E	F
EEC tipo Katapak[®]-SP 11	0.2	0.25	150	0.159	286.769	2

Suponiendo la división del flujo de líquido a través de los sacos catalíticos y de los canales abiertos, se tiene que:

Ecuación 39

$$U_L = U_{L,SC} \psi + U_{L,CA} \varepsilon$$

Donde: $U_{L,SC}$ es la velocidad superficial del líquido a través de los sacos catalíticos; $U_{L,CA}$ es la velocidad superficial del líquido a través de los canales abiertos; y ψ es la fracción volumétrica del catalizador.

Sin embargo $U_{L,SC} = U_{L,CA}$. Por lo tanto,

Ecuación 40

$$U_{L,CA} = \frac{U_L}{\psi + \varepsilon}$$

La velocidad superficial del líquido, U_L , se calculó a partir de la siguiente ecuación:

Ecuación 41

$$U_L = \frac{Q_L}{A_c}$$

El flujo volumétrico del líquido se obtuvo a partir de la relación entre el promedio de los volúmenes de líquido de descarga de la bomba (\bar{V}_L), que se dejaron fluir durante determinado tiempo en una probeta, y dicho intervalo de tiempo (t).

Ecuación 42

$$Q_L = \frac{\bar{V}_L}{t}$$

Mientras que el área transversal de la columna se calculó a partir de la Ecuación 43, correspondiente al área de una circunferencia de diámetro interno igual a 5.28cm.

Ecuación 43

$$A_c = \frac{\pi}{4} d_c^2$$

$$A_c = 0.002189564 \text{ m}^2$$

Combinando la Ecuación 29 con la Ecuación 36 y expresando el resultado de la ecuación en términos de la velocidad superficial del gas en el punto de inundación ($U_{G,pi}$) se obtiene la siguiente ecuación:

Ecuación 44

$$\frac{a_{se} \rho_G D}{(\text{sen } \phi)^2 \varepsilon^3 f_s} U_{G,pi}^2 + \frac{a_{se} \eta_G E}{\text{sen } \phi \varepsilon^2 d_{eq}} U_{G,pi} - \left(\frac{\Delta P_m}{\Delta Z} \right)_{pi} (1 - F h_{L,TC A 0})^5 = 0$$

En el punto de inundación se cumple que (Brunazzi, Macías Salinas, & Viva, 2008):

Ecuación 45

$$\zeta_{pi} = \sqrt{\frac{1 - F * h_{L,TC A 0}}{11 * F * C * h_{L,TC A 0}}}$$

Donde ζ_{pi} es la caída de presión adimensional en el punto de inundación de la columna:

Ecuación 46

$$\zeta_{pi} = \left(\frac{\Delta P_m}{\Delta Z \rho_L g} \right)_{pi}$$

Se puede notar que la evaluación de las condiciones en el punto de inundación sólo depende de los parámetros C y F y de la retención total de líquido antes del punto de carga. Por lo tanto, la velocidad superficial del gas en el punto de inundación se obtiene analíticamente resolviendo la Ecuación 45, Ecuación 46 y Ecuación 44 en este orden.

Parte V. Curvas de DTR.

a) Obtención de las curvas $C(t)$.

A partir de los datos de la Tabla 16 (OAKTON INSTRUMENTS, 2008, pág. 58) se obtuvo la función correspondiente a la concentración de KCl en el líquido a 25°C.

Tabla 16. Concentración de KCl en función de la conductividad del líquido a 25°C.

κ ($\mu\text{S/cm}$)	84	447	1413	1500	8974	12880	15000	80000
[KCl] (ppm)	40.38	225.6	744.7	757.1	5101	7447	8579	52168

Se ajustó el grado de la ecuación hasta que el coeficiente de correlación cuadrática fuera igual a 1, resultando la siguiente expresión:

Ecuación 47

$$[KCl]_{ppm} = (7.304988 * 10^{-12} * \kappa^3 + 4.536198 * 10^{-7} * \kappa^2 + 0.5696324 * \kappa - 45.95433)$$

Se calculó el factor de conversión de concentración en ppm a concentración molar del KCl, considerando que la masa molecular de la sal corresponde a 74.55g/mol y el ensayo del reactivo a 99.9.

$$[KCl]_M = \frac{1mg_{RP\ KCl}}{1L_{solución}} * \frac{100\ mg_{RA\ KCl}}{99.9\ mg_{RP\ KCl}} * \frac{1mmol_{KCl}}{74.55\ mg_{RA\ KCl}} * \frac{1mol_{KCl}}{1000mmol_{KCl}} = 1.34 * 10^{-5} \frac{mol_{KCl}}{L_{solución}}$$

Por lo tanto,

Ecuación 48

$$[KCl]_M = 1.34 * 10^{-5} * [KCl]_{ppm}$$

Las curvas $C(t)$ se obtuvieron al graficar $[KCl]_M$ en función del tiempo, tal como se muestra en la Figura 46.

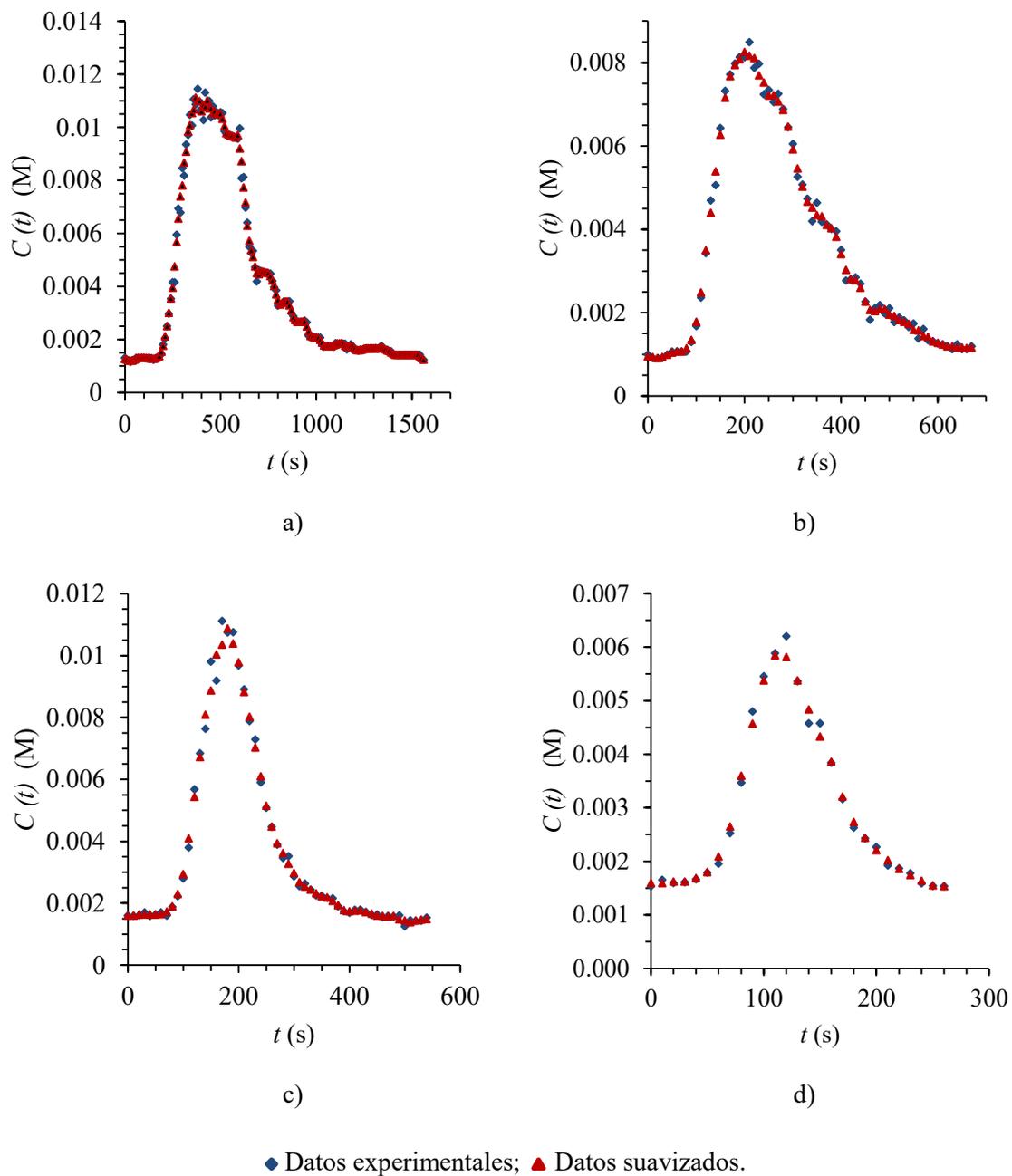


Figura 46. Curvas $C(t)$ experimentales y suavizadas mediante la técnica MM3. Carga específica de líquido: a) $0.6960\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$, b) $1.9072\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$, 2.3840 $\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$ y 3.9734 $\text{m}^3/\text{m}^2\text{h}$.

b) *Obtención de las curvas E(t).*

La curva $E(t)$ se obtuvo a partir de la curva $C(t)$ corregida de acuerdo a la siguiente expresión:

Ecuación 49

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t)dt}$$

Debido a que las curvas $C(t)$ presentaron un desfase con respecto a la horizontal, se procedió a corregir los datos para cada una de las corridas experimentales ($[KCl]M_{ajustada}$) mediante la siguiente ecuación:

Ecuación 50

$$[KCl]M_{ajustada} = [KCl]M_{t_n} - [KCl]M_{mínima}$$

Donde: $[KCl]M_{t_n}$ es la concentración molar de la sal en el tiempo n ; y $[KCl]M_{mínima}$ es la concentración mínima de la sal a lo largo de la DTR; n se refiere el tiempo 0, 1, 2, 3... n .

El siguiente paso fue calcular la integral $\int_0^{\infty} C(t)dt$ y resolver la Ecuación 49. Cabe mencionar el cálculo de las integrales necesarias en el presente trabajo de tesis se realizó aplicando la regla del trapecio (*ver ANEXO A*).

c) *Cálculo de los momentos de las DTR's.*

i. *Tiempo medio de residencia.*

El tiempo promedio en el que las moléculas del líquido pasan dentro del reactor se define a partir de la siguiente ecuación:

Ecuación 51

$$t_m = \frac{\int_0^{\infty} tE(t)dt}{\int_0^{\infty} E(t)dt} = \int_0^{\infty} tE(t)dt$$

Donde: t se refiere al tiempo.

Sin importar qué tipo de DTR tenga un reactor en especial, ideal o real, el tiempo medio de residencia (t_m) es igual al tiempo espacial nominal (τ).⁷ Por lo tanto,

Ecuación 52

$$t_m = \tau = \int_0^{\infty} tE(t)dt$$

ii. *Varianza*

Con el fin de indicar la dispersión de la distribución, se calculó la varianza como sigue:

Ecuación 53

$$\sigma^2 = \int_0^{\infty} (t - t_m)^2 E(t) dt$$

La varianza adimensional se calculó a partir de la siguiente expresión:

Ecuación 54

$$\sigma_{\Theta}^2 = \frac{\sigma^2}{t^2}$$

d) *Normalización de la función E(t).*

El tiempo adimensional (Θ) se calculó utilizando la siguiente expresión:

Ecuación 55

$$\Theta \equiv \frac{t}{\tau}$$

Una vez calculado el tiempo adimensional, se procedió a obtener la función adimensional $E(\Theta)$ para cada una de las DTR's experimentales a partir de la siguiente ecuación:

Ecuación 56

$$E(\Theta) \equiv \tau E(t)$$

⁷ Dicha demostración puede consultarse en (Fogler, H., 2008) pág. 880.

Donde τ se obtuvo a partir de la Ecuación 52.

Se procedió a graficar $E(\Theta)$ en función de Θ .

e) *Determinación del coeficiente de dispersión axial (D_{ax}) experimental.*

El coeficiente de dispersión axial experimental (D_{ax}) se obtuvo a partir de la expresión del número de Peclet (N_{Pe}).

Ecuación 57

$$N_{Pe} = \frac{\text{Velocidad de transporte por convección}}{\text{Velocidad de transporte por difusión o dispersión}} = \frac{U_L Z}{D_{ax}}$$

Donde: U_L es la velocidad superficial del líquido; y Z es la altura total del lecho empacado. La velocidad superficial del líquido se obtuvo a partir de la Ecuación 41.

Despejando D_{ax} de la Ecuación 57, resulta:

Ecuación 58

$$D_{ax} = \frac{U_L Z}{N_{Pe}}$$

El número de Peclet se obtuvo de manera iterativa utilizando la función Solver de Excel en la Ecuación 59:

Ecuación 59

$$\frac{\sigma^2}{t_m^2} = \frac{2}{N_{Pe}} - \frac{2}{N_{Pe}^2} (1 - e^{-N_{Pe}})$$

Donde: σ^2 es la varianza; y t_m es el tiempo medio de residencia.

f) *Curvas $E(\theta) = f(\theta)$ a partir del modelo ADM y el modelo PDEM.*

La solución numérica de los modelos matemáticos adimensionales ADM y PDEM se obtuvo a partir del software FlexPDE versión académica 6.40/W64 3D (Rivera, Cruz-Díaz, Rivero, & González, 2010). El software comercial se utilizó para resolver las ecuaciones diferenciales parciales mediante el método de elementos finitos. Los parámetros necesarios para obtener las soluciones numéricas fueron: N_{Pe} , φ y N . Además fue necesario especificar el valor máximo del eje x, es decir, del tiempo adimensional (definido como L en los programas).

La primera estimación del N_{Pe} se obtuvo a partir de la curva de DTR experimental mediante la Ecuación 59. Esta primera estimación se ingresó como variable al programa que se realizó para resolver la ecuación diferencial parcial del modelo ADM, el cual se observa en la Figura 47. La respuesta predicha del modelo se comparó con la curva normalizada experimental $E(\Theta)$ y el valor del N_{Pe} se fue variando hasta obtener un error mínimo. Una vez que se obtuvo el N_{Pe} , éste se utilizó como variable en el programa del modelo PDEM.

```

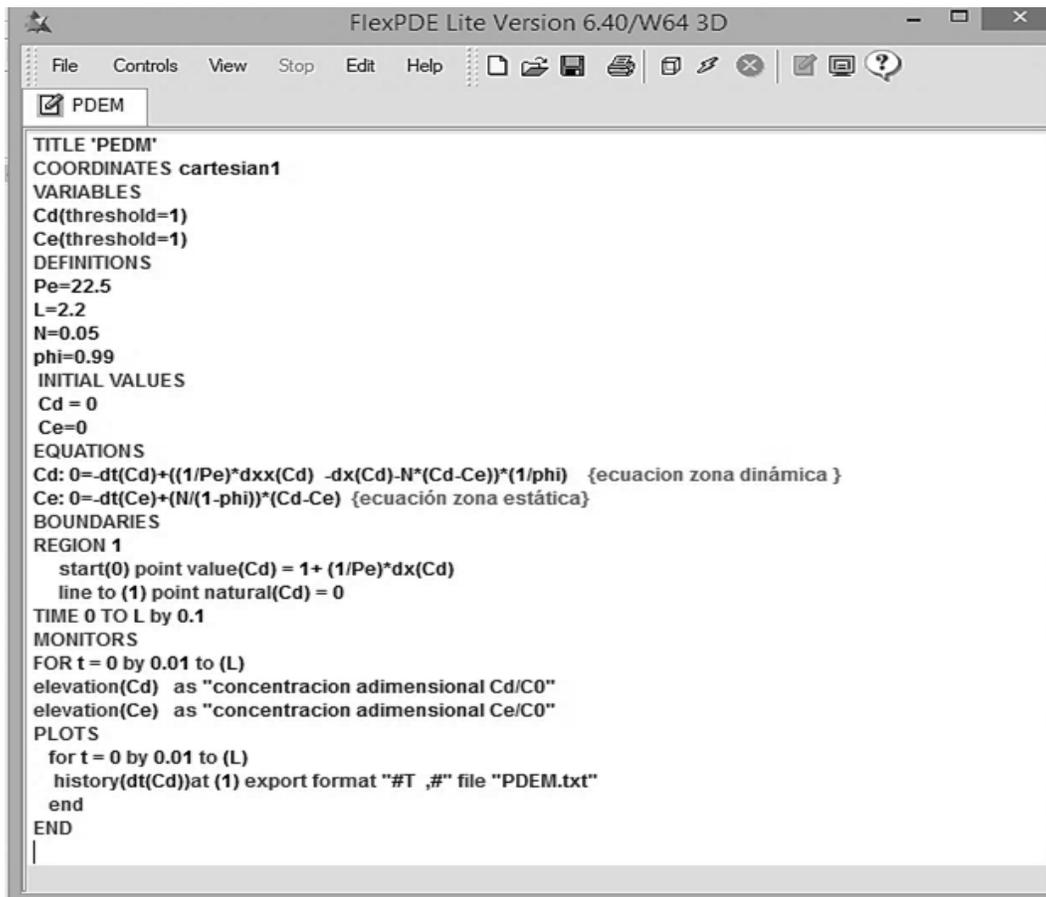
FlexPDE Lite Version 6.40/W64 3D
File Controls View Stop Edit Help
ADM
TITLE 'ADM'
COORDINATES cartesian1
VARIABLES
c(1)
DEFINITIONS
Pe=21.67
L=2.2
INITIAL VALUES
c=0
EQUATIONS
1/Pe*dx(c)-dx(c)=dt(c)
BOUNDARIES
REGION 1
START(0) POINT VALUE(c)= 1+ (1/Pe)*dx(c)
LINE TO (1) POINT NATURAL(c)=0
TIME 0 TO L BY 0.01
MONITORS
PLOTS
FOR t =0 BY 0.01 TO (L)
ELEVATION (c)
ELEVATION (dt(c))
HISTORIES
HISTORY (c) AT (1)
HISTORY (dt(c)) AT (1) EXPORT FORMAT "#t, #" FILE "ADM"
END
  
```

Figura 47. Programa para resolver el modelo ADM.

El valor inicial del segundo parámetro, φ , se obtuvo a partir de la Ecuación 60. Posteriormente se introdujo en el programa del modelo PDEM, que se muestra en la Figura 48 y se comparó la respuesta obtenida con la curva normalizada experimental $E(\Theta)$. En este caso, el parámetro N se ingresó con valor igual a cero. Se varió el valor de φ y N hasta obtener un error mínimo.

$$\varphi = \left(\frac{t_{m\acute{a}x}}{t_m} \right)$$

Donde: $t_{m\acute{a}x}$ se refiere al tiempo en el que se obtiene la concentraci3n m\acute{a}xima; y t_m al tiempo medio de residencia.



```

FlexPDE Lite Version 6.40/W64 3D
File Controls View Stop Edit Help
PDEM
TITLE 'PEDM'
COORDINATES cartesian1
VARIABLES
Cd(threshold=1)
Ce(threshold=1)
DEFINITIONS
Pe=22.5
L=2.2
N=0.05
phi=0.99
INITIAL VALUES
Cd = 0
Ce=0
EQUATIONS
Cd: 0=-dt(Cd)+((1/Pe)*dxx(Cd) -dx(Cd)-N*(Cd-Ce))*(1/phi) {ecuacion zona din\mamica }
Ce: 0=-dt(Ce)+N/(1-phi)*(Cd-Ce) {ecuaci3n zona est\matica}
BOUNDARIES
REGION 1
start(0) point value(Cd) = 1+ (1/Pe)*dx(Cd)
line to (1) point natural(Cd) = 0
TIME 0 TO L by 0.1
MONITORS
FOR t = 0 by 0.01 to (L)
elevation(Cd) as "concentracion adimensional Cd/C0"
elevation(Ce) as "concentracion adimensional Ce/C0"
PLOTS
for t = 0 by 0.01 to (L)
history(dt(Cd))at (1) export format "#T ,#" file "PDEM.txt"
end
END

```

Figura 48. Programa para resolver el modelo PDEM.

**Parte VI. Eficiencia del EEC tipo Katapak®-SP
11.**

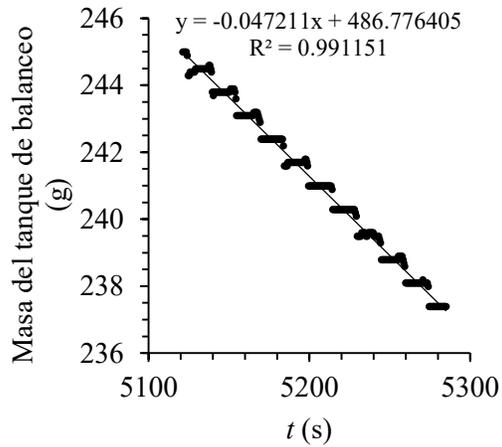
a) Flujo másico de destilado y composiciones.

El flujo másico de destilado se obtuvo a partir de la pendiente positiva de la recta que resulta de graficar la masa de la balanza del tanque de balanceo en función del tiempo. Dichos datos se obtuvieron, una vez finalizadas las experimentaciones, de la base de datos del programa de control realizado con el software LabView 11.0 versión académica. En la Figura 49 se muestran las líneas que describen los flujos másicos de destilado para las diferentes cargas de vapor empleadas.

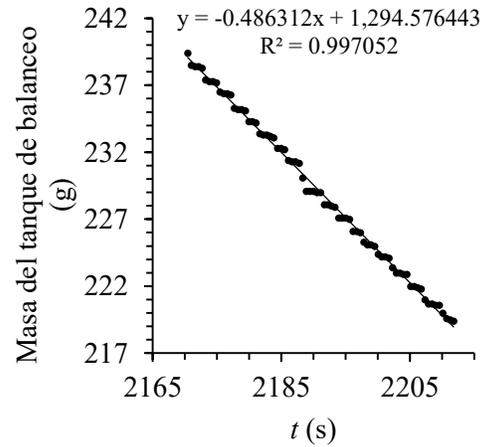
Las composiciones de agua y etanol se obtuvieron a partir de los diagramas de equilibrio líquido-vapor a una presión de 586mmHg reportados por Arreola Hernández (1993), los cuales se muestran en el ANEXO B de ésta tesis. En la Tabla 17 se muestran las composiciones de etanol en la fase líquida y en la fase vapor a lo largo de la columna para las diferentes cargas de vapor empleadas.

Tabla 17. Composiciones de etanol obtenidas a lo largo de la columna, en producto de destilado y en producto de fondo al operar la CDR en estado estacionario con diferentes cargas de vapor.

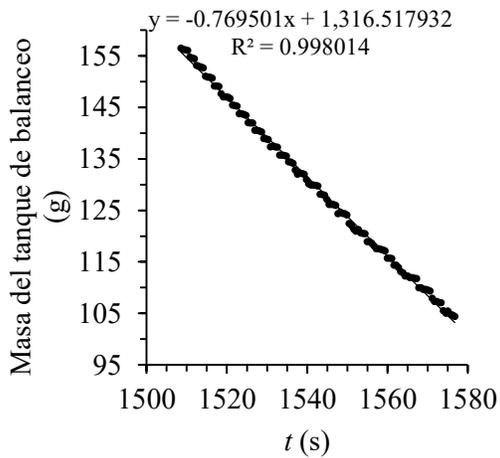
Presión de vapor (kgf/cm ²)	0.1933		0.4533		0.6413		0.8503		1.0549	
	x_1	y_1								
Fondos	0.006195	0.046076	0.012769	0.089698	0.003017	0.023448	0.014266	0.099058	0.084084	0.370742
Lecho 1	0.008157	0.059534	0.016459	0.112407	0.264479	0.572199	0.412824	0.647499	0.447652	0.660620
Lecho 2	0.018358	0.123626	0.120412	0.437773	0.558967	0.704776	0.585789	0.717275	0.567543	0.708677
Lecho 3	0.097771	0.399499	0.128520	0.449333	0.679572	0.766559	0.713910	0.785716	0.723991	0.791365
Destilado	0.822110	0.847844	0.780596	0.823311	0.854396	0.868772	0.870460	0.880154	0.870460	0.880154



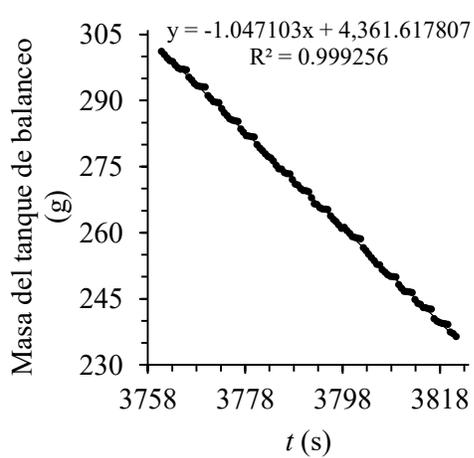
a)



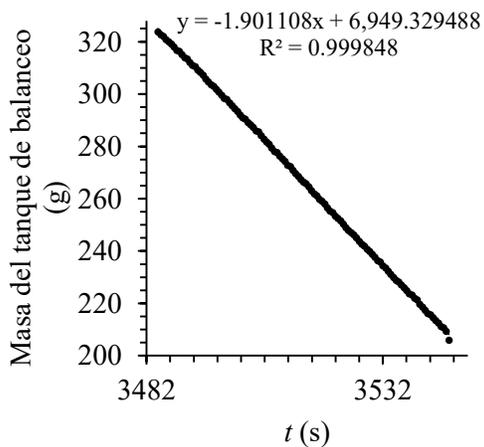
b)



b)



d)



c)

Presión de vapor en kg/cm²: a) 0.1933, b) 0.4533, c) 0.6413, d) 0.8503 y e) 1.0549.

Figura 49. Masa de destilado en función del tiempo para diferentes cargas de vapor.

b) *HETP experimental*

El cálculo del número de las etapas teóricas de separación (n_t) se obtuvo aplicando la ecuación de Fenske (Hoffmann, Noeres, & Górak, 2004) a partir de los datos experimentales:

Ecuación 61

$$n_t = \frac{1}{\ln a} \ln \left(\frac{x_{1,D} (1 - x_{1,B})}{x_{1,B} (1 - x_{1,D})} \right)$$

Donde: $x_{1,D}$ y $x_{1,B}$ corresponden a la fracción mol de la fase líquida de etanol en el destilado y fondos, respectivamente; y a a la volatilidad relativa.

La aplicación de la Ecuación 61 está limitada para sistemas binarios ideales y presiones de operación por encima de 40kPa. Sin embargo, para presiones de operación menores, la desviación de la volatilidad relativa promedio (\bar{a}) es menor al 0.2%. Por lo tanto, se calculó la volatilidad relativa promedio con la siguiente ecuación:

Ecuación 62

$$\bar{a} = \exp \int_{x_{1,B}}^{x_{1,D}} \ln a(x) dx$$

Sustituyendo la Ecuación 62 en la Ecuación 61, resulta:

Ecuación 63

$$n_t = \frac{1}{\ln \bar{a}} \ln \left(\frac{x_{1,D} (1 - x_{1,B})}{x_{1,B} (1 - x_{1,D})} \right)$$

El número de etapas teóricas de separación por metro empacado (NTSM, por sus siglas en inglés) se calculó como sigue:

Ecuación 64

$$NTSM = \frac{n_t}{Z}$$

Donde Z corresponde a la altura total empacada y se calculó con la Ecuación 6.

De manera que la altura equivalente por plato teórico experimental (HETP, por sus siglas en inglés), se obtuvo a partir del inverso de NTSM:

Ecuación 65

$$HETP_{exp} = \frac{1}{NTSM}$$

c) HETP teórico

El cálculo de la altura equivalente por plato teórico a partir de correlaciones reportadas en la literatura (Hoffmann, Noeres, & Górak, 2004) se hizo como se menciona a continuación:

Siguiendo el concepto de unidades de transferencia, un coeficiente global de transferencia de masa en la fase vapor (k_{OG}), se calculó como sigue:

Ecuación 66

$$k_{OG} = \frac{4\dot{L}}{\pi c_{t,G} d_c^2 a_{se} Z} \left[\frac{1}{\bar{a} - 1} \text{Ln} \left(\frac{x_{1,D}}{x_{1,B}} \frac{1 - x_{1,B}}{1 - x_{1,D}} \right) + \text{Ln} \left(\frac{1 - x_{1,B}}{1 - x_{1,D}} \right) \right]$$

Donde: \dot{L} se refiere al flujo molar del líquido; $c_{t,G}$ a la densidad molar total del gas; d_c al diámetro de la columna; a_{se} al área superficial específica del empaque; Z a la altura total del lecho empacado; $x_{1,D}$ y $x_{1,B}$ a la fracción mol de la fase líquida de etanol en el destilado y fondos, respectivamente; y \bar{a} a la volatilidad relativa promedio.

El flujo molar del líquido se calculó a partir de la siguiente expresión:

Ecuación 67

$$\dot{L} = \frac{\dot{m}}{1000 \bar{M}}$$

Donde: \dot{m} es el flujo másico de destilado; y \bar{M} la masa molecular promedio de mezcla (calculada como indica la Tabla 14 del *APÉNDICE Parte II*).

La densidad molar total del gas ($c_{t,G}$) se obtuvo a partir de la siguiente ecuación:

Ecuación 68

$$c_{t,G} = \frac{1000 \rho_G}{M_1 y_1 + M_2 (1 - y_1)}$$

Donde: ρ_G indica la densidad del gas; M la masa molecular del etanol (1) y del agua (2); y y_1 la fracción molar de etanol en la fase gaseosa.

De acuerdo a la teoría de la doble capa, la relación entre la altura global de una unidad de transferencia de la fase gaseosa, HTU_{OG} , y las alturas de las unidades de transferencia individuales HTU_G y HTU_L , está dada por:

Ecuación 69

$$HTU_{OG} = HTU_G + \lambda HTU_L = \frac{U_G}{k_G a_e} + \lambda \frac{U_L}{k_L a_e}$$

Donde: λ corresponde a la pendiente entre la línea de equilibrio y la línea de operación; U_G y U_L a las velocidades superficiales del gas y del líquido, respectivamente; k_G y k_L a los coeficientes individuales de transferencia de masa de la fase gaseosa y fase líquida, respectivamente; y a_e al área efectiva del EEC.

Ya que se trabajó a reflujo total, la línea de operación corresponde a la línea de 45° del diagrama de composiciones x-y del sistema etanol agua (ver ANEXO B), la cual tiene una pendiente igual a la unidad. En cuanto a la pendiente de la línea de equilibrio, se calculó su derivada en un intervalo de 0 a 1 de la composición x y se obtuvo el promedio. La ecuación de la derivada de la línea de equilibrio (dy/dx) resultó:

Ecuación 70

$$\frac{dy}{dx} = -1198.367038x^7 + 4638.544089x^6 - 7320.356937x^5 + 6072.684945x^4 - 2850.249884x^3 + 761.5037265x^2 - 110.435405x + 7.613718929$$

Por lo tanto,

Ecuación 71

$$\lambda = \frac{1.032194957}{1} = 1.032194957$$

El área efectiva del EEC tipo Katapak®-SP 11 se calculó a partir de la correlación propuesta por Bravo y Fair (1985) (Gualito, Cerino, Cardenas, & Rocha, 1997):

Ecuación 72

$$\frac{a_e}{a_{se}} = F_{SE} \frac{A_1 (N_{We,L} N_{Fr,L})^{0.15} S^{A_2}}{N_{Re,L}^{0.2} \varepsilon^{0.6} (1 - 0.93 \cos \gamma) (\sin \phi)^{0.3}} = F_{SE} F_t$$

Donde: F_{SE} es el factor de mejora de superficie; A_1 y A_2 son constantes (ver Tabla 18); $N_{We.L}$ es el número de Weber para el líquido; $N_{Fr.L}$ es el número de Froude para el líquido; $N_{Re.L}$ es el número de Reynolds para el líquido; S la longitud del lado de corrugación del empaque; ε es la fracción de espacios vacíos del empaque (ver Tabla 8); ϕ es el ángulo de inclinación del empaque; γ es el ángulo de contacto entre el líquido y el sólido; y F_t es un factor de corrección del volumen de retención de líquido total.

Los números de Weber, Froude y Reynolds para el líquido se definen en las ecuaciones 76, 77 y 78, respectivamente.

Ecuación 73

$$N_{We.L} = \frac{U_L^2 \rho_L S}{\sigma}$$

Donde: U_L corresponde a la velocidad superficial del líquido; ρ_L a la densidad del líquido; y σ a la tensión superficial (calculada como indica el APÉNDICE Parte II).

Ecuación 74

$$N_{Fr.L} = \frac{U_L^2}{S g}$$

Donde: g es la constante gravitacional.

Ecuación 75

$$N_{Re.L} = \frac{U_L S \rho_L}{\eta_L}$$

Donde: η_L se refiere a la viscosidad dinámica del líquido (calculada según se indica en la Tabla 14 del APÉNDICE Parte II).

Para empaques estructurados metálicos:

$$\cos \gamma = 0.90 \quad \text{para} \quad \sigma \leq 0.055 N/m$$

$$\cos \gamma = 5.211 \times 10^{-16.835 \sigma} \quad \text{para} \quad \sigma > 0.055 N/m$$

Los valores de las constantes A_1 y A_2 se tomaron de los datos reportados por Gualito y col. (1997) para empaques estructurados metálicos. Inicialmente, el factor de mejora de superficie se consideró igual al del EE Flexipac; posteriormente, se obtuvo un nuevo valor para el EEC tipo Katapak[®]-SP 11. Estos valores se muestran en la Tabla 18.

Tabla 18. Constantes del modelo de Bravo y Fair (1985) y factores de mejora de superficie para el EE Flexipac y para el EEC tipo Katapak[®]-SP 11.

A_1	A_2	F_{SE}
29.12	0.359	0.35 <i>EE Flexipac</i>
		0.820 <i>EEC Tipo Katapak[®]-SP 11</i>

El coeficiente individual de transferencia de masa para la fase líquida (k_L) se calculó como indica la siguiente ecuación:

Ecuación 76

$$k_L = 2 \sqrt{\frac{D_L U_{L,ef}}{\pi S}}$$

Donde: D_L es el coeficiente de difusividad del líquido; $U_{L,ef}$ la velocidad efectiva del líquido; y π el número Pi = 3.14159265359. El coeficiente de difusividad del líquido se calculó como se indica en el *APÉNDICE Parte II*.

La velocidad efectiva del líquido se calculó a partir de la siguiente ecuación:

Ecuación 77

$$U_{L,ef} = \frac{U_L}{\varepsilon h_{L,T CA} \text{Sen } \phi}$$

Donde: $h_{L,T CA}$ el volumen de retención de líquido total que pasa a través de los canales abiertos del empaque.

El volumen de retención de líquido se obtuvo al sustituir la Ecuación 36 en la Ecuación 37, obteniendo la siguiente expresión, la cual se resolvió de forma iterativa:

Ecuación 78

$$h_{L,T CA} = h_{L,T CA 0} \left\{ 1 + C \left[\frac{(1 - F * h_{L,T CA})^{-5} \Delta P_S}{\rho_L g \Delta Z} \right]^2 \right\}$$

Donde: $h_{L,T CA0}$ se refiere al volumen de retención de líquido total antes del punto de carga (Ecuación 38); C y F son constantes específicas del EEC (ver Tabla 15); y $\Delta P_s / \Delta Z$ corresponde a la caída de presión en seco calculada a partir de la Ecuación 29 para las velocidades superficiales de gas dadas.

El coeficiente individual de transferencia de masa para la fase gas (k_G) se calculó a partir de la siguiente ecuación:

Ecuación 79

$$k_G = \frac{k_{OG}}{1 - \lambda \left(\frac{k_{OG} U_L}{k_L U_G} \right)}$$

Donde: U_G es la velocidad superficial del gas.

La velocidad superficial del gas (U_G) se calculó considerando flujos molares constantes, de manera que el flujo de destilado en fase líquida corresponde al flujo de gas en la fase vapor, de manera que:

Ecuación 80

$$U_G = \frac{\dot{m}_G}{\rho_G A_c}$$

Donde: \dot{m}_G es el flujo másico del destilado en la fase gaseosa ($\dot{m}_G = \dot{m}_L$); ρ_G la densidad del gas calculada como indica el APÉNDICE Parte II; y A_c el área de la columna (Ecuación 43).

d) Correlación de coeficientes de transferencia de masa en la fase vapor.

Los valores experimentales obtenidos para los coeficientes de transferencia de masa en la fase vapor se correlacionaron a partir de los números adimensionales de Schmidt ($N_{Sc,G}$) y Sherwood ($N_{Sh,G}$), de la manera que sigue:

Ecuación 81

$$N_{Sh,G} = a N_{Re,G,ef}^b N_{Sc,G}^{1/3}$$

Donde: a y b son constantes; y $N_{Re,G,ef}$ es el número de Reynolds efectivo de la fase vapor.

Los grupos adimensionales se definen como:

Ecuación 82

$$N_{Sh,G} = \frac{\eta_G}{D_G \rho_G}$$

Donde: η_G es la viscosidad del gas, ρ_G es la densidad del gas; y D_G es el coeficiente de difusividad de la fase gas. Las propiedades físicas del gas se calcularon como se indica en el *APÉNDICE Parte II*.

Ecuación 83

$$N_{Sc,G} = \frac{k_G}{D_G a_{se}}$$

Donde: k_G es el coeficiente individual de transferencia de masa para la fase gas; y a_{se} es el área superficial específica del empaque.

Ecuación 84

$$N_{Re,G,ef} = \frac{(U_{G,ef} + U_{L,ef})d_{eq} \rho_G}{\eta_G}$$

Donde: $U_{G,ef}$ es la velocidad superficial efectiva de la fase gas; $U_{L,ef}$ es la velocidad superficial efectiva de la fase líquida; y d_{eq} es el diámetro equivalente de la CDR. Las velocidades superficiales efectivas del líquido y del gas se resolvieron con la Ecuación 77 y la Ecuación 85, respectivamente.

Ecuación 85

$$U_{G,ef} = \frac{U_G}{\varepsilon(1 - h_{L,T CA}) \text{Sen } \phi}$$

Donde: U_G es la velocidad superficial del gas calculada con la Ecuación 80; ε es la fracción de espacios vacíos del empaque; ϕ es el ángulo de inclinación del empaque con respecto a la horizontal; y $h_{L,T CA}$ el volumen de retención de líquido total que pasa a través de los canales abiertos del empaque calculada con la Ecuación 78.

Los valores de las constantes a y b se obtuvieron luego de graficar $\text{Log } N_{Sh}$ en función del $\text{Log } N_{Re,G,ef}$, tal como indica la Figura 50, de manera que el valor de la pendiente corresponde al valor del exponente b , mientras que el antilogaritmo de base 10 de la ordenada al origen corresponde al valor de la constante a . Por lo tanto, $a = 0.002832$ y $b = 1.024845$.

De manera que se obtiene la correlación descrita en la Ecuación 2.

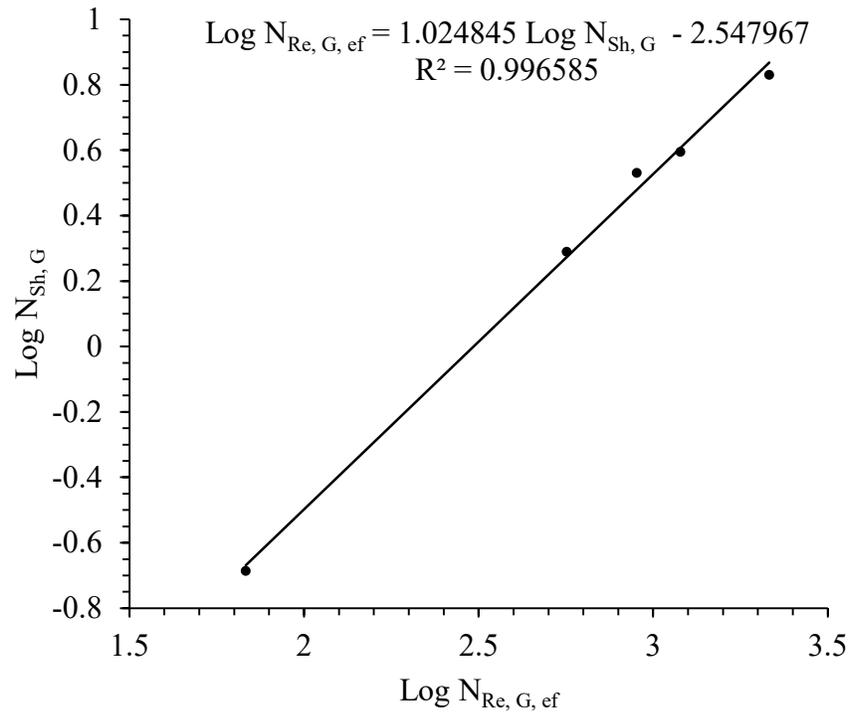


Figura 50. Ajuste lineal de los logaritmos base 10 de los números adimensionales de Reynolds y Sherwood.

ANEXOS

ANEXO A

Técnicas numéricas

a) Evaluación numérica de integrales: Regla del Trapecio.

La regla del trapecio pertenece a la familia de fórmulas Newton–Cotes para integración numérica. Éste método es uno de los más aproximados y simples, ya que utiliza el integrando evaluado en los límites de integración para evaluar la integral (Fogler, H., 2008).

$$\int_{x_0}^{x_1} f(x)dx = \frac{h}{2}[f(x_0) + f(x_1)]$$

Donde $h = x_1 - x_0$.

b) Técnica de suavización de datos: Método de las medias móviles (MM).

Uno de los métodos más usados para aislar la tendencia es el de las medias móviles, que consiste en suavizar las fluctuaciones de la serie sustituyendo cada observación por el promedio de dicha observación y las más cercanas (Rey Graña & Ramil Díaz, 2007). Cada punto de una media móvil de una serie temporal es la media aritmética de un número de puntos consecutivos de la serie, donde el número de puntos es elegido de tal manera que los efectos estacionales y / o irregulares sean eliminados.

Cuando para calcular la media se utilizan p términos, se dice que la media móvil es de orden p , en cuyo caso el promedio de p valores consecutivos de la serie corresponde a una observación de la variable.

En la Tabla 19 se presenta el procedimiento para obtener la tendencia mediante una media móvil de orden $p = 3$, en el caso de una serie temporal y compuesta por “n” observaciones.

Tabla 19. Serie de las medias móviles de orden $p = 3$.

Nº observación	y_t	Media móvil de orden 3 (MM3)
1	y_1	
2	y_2	$\bar{y}_2 = \frac{y_1 + y_2 + \dots + y_p}{p} = \frac{y_1 + y_2 + y_3}{3} = \bar{y}_2$
3	y_3	$\bar{y}_3 = \frac{y_2 + y_3 + \dots + y_{p+1}}{p} = \frac{y_2 + y_3 + y_4}{3} = \bar{y}_3$
4	y_4	$\bar{y}_4 = \frac{y_3 + y_4 + \dots + y_{p+2}}{p} = \frac{y_3 + y_4 + y_5}{3} = \bar{y}_4$
5	y_5	$\bar{y}_5 = \frac{y_4 + y_5 + \dots + y_{p+3}}{p} = \frac{y_4 + y_5 + y_6}{3} = \bar{y}_5$
6	y_6	$\bar{y}_6 = \frac{y_5 + y_6 + \dots + y_{p+4}}{p} = \frac{y_5 + y_6 + y_7}{3} = \bar{y}_6$
7	y_7	

En este caso, como puede observarse, no se dispone de información suficiente para el cálculo del primer y último valor de la serie de medias móviles, sin embargo es posible calcular una media móvil para dichas observaciones con $p = 2$, de manera que:

$$\bar{y}_1 = \frac{y_1 + y_2}{2} = \bar{y}_1$$

$$\bar{y}_7 = \frac{y_6 + y_7}{2} = \bar{y}_7$$

ANEXO B

Equilibrio líquido-vapor del sistema etanol-agua a 586 mmHg.

a) Datos y diagrama de equilibrio T - xy .

Tabla 20. Datos de temperatura-composición⁸.

T (°C)	x	y
92.8	0.00	0.000
85.6	0.05	0.275
81.7	0.10	0.400
79.3	0.15	0.475
77.7	0.20	0.525
76.5	0.25	0.565
75.7	0.30	0.595
75.0	0.35	0.620
74.4	0.40	0.640
73.9	0.45	0.660
73.5	0.50	0.680
73.2	0.55	0.705
72.8	0.60	0.725
72.5	0.65	0.750
72.2	0.70	0.775
72.0	0.75	0.805
71.9	0.80	0.835
71.8	0.85	0.870
71.7	0.90	0.900
71.8	0.95	0.950
71.9	1.00	1.000

En $T=71.7^{\circ}\text{C}$ se localiza el punto de azeotropía.

(x , y : fracciones mol del líquido y del vapor, respectivamente)

⁸ Datos tomados de (Arreola Hernández, 1993).

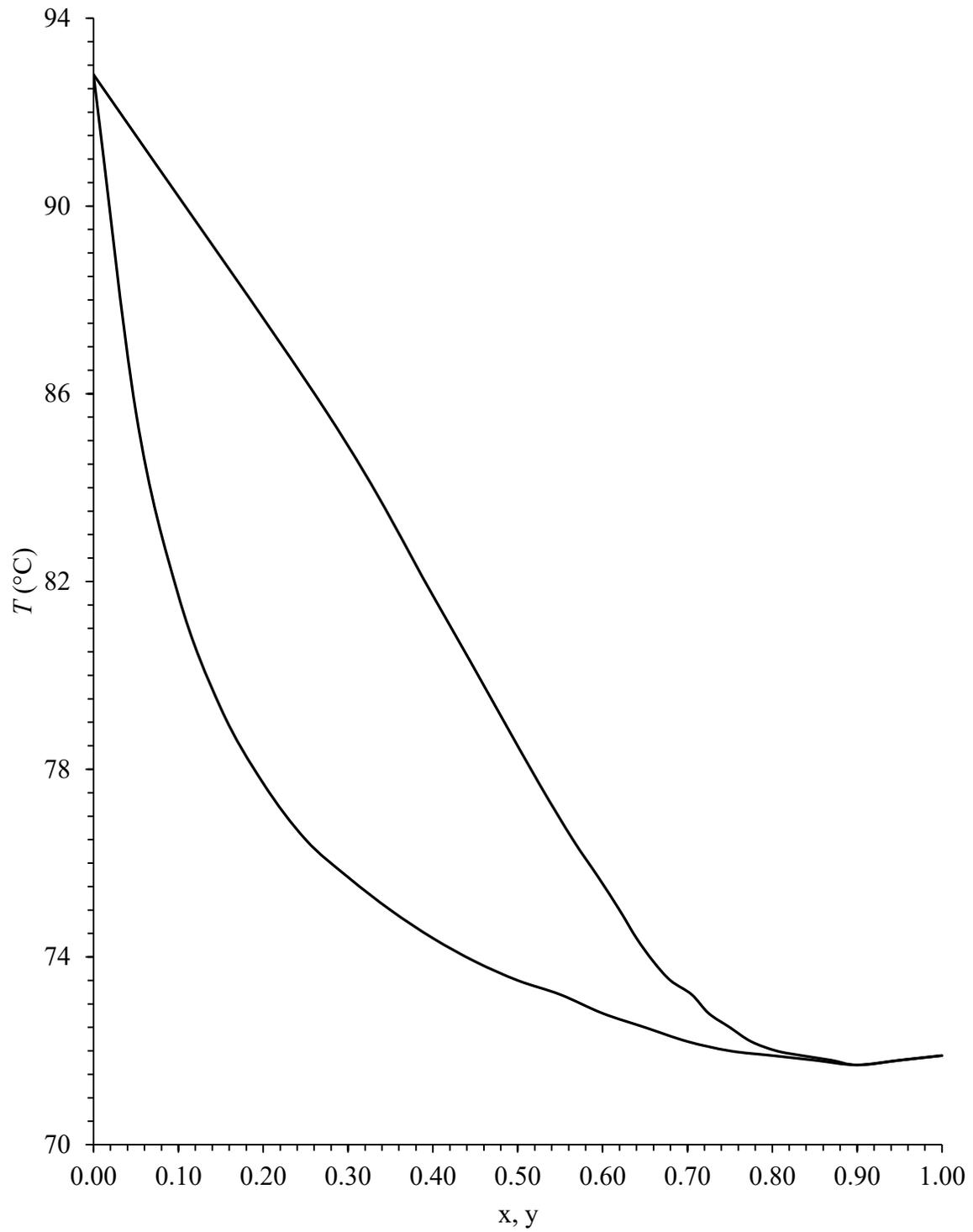


Figura 51. Diagrama T-xy para el sistema etanol-agua a 586mmHg.

b) Datos y diagramas de composiciones en equilibrio.

Tabla 21. Datos de composiciones en equilibrio⁹.

<i>X</i>	<i>Y</i>	<i>x</i>	<i>y</i>
0.0000	0.0000	0.00000	0.00000
0.0500	0.3325	0.02017	0.16307
0.1000	0.4575	0.04165	0.24804
0.1500	0.5400	0.06457	0.31468
0.2000	0.6050	0.08908	0.37465
0.2500	0.6550	0.11534	0.42615
0.3000	0.6925	0.14357	0.46833
0.3500	0.7225	0.17397	0.50455
0.4000	0.7475	0.20683	0.53660
0.4500	0.7700	0.24244	0.56700
0.5000	0.7875	0.28117	0.59176
0.5500	0.8025	0.32344	0.61380
0.6000	0.8175	0.36977	0.63664
0.6500	0.8250	0.42076	0.64838
0.7000	0.8375	0.47717	0.66842
0.7500	0.8500	0.53990	0.68910
0.8000	0.8675	0.61007	0.71917
0.8500	0.8875	0.680910	0.75524
0.9000	0.9150	0.77878	0.80808
0.9583	0.9583	0.90000	0.90000
1.0000	1.0000	1.00000	1.00000

Donde:

X: fracción masa de etanol en la fase líquida:

Y: fracción masa de etanol en la fase vapor.

x: fracción mol de etanol en la fase líquida.

y: fracción mol de etanol en la fase vapor.

⁹ Datos tomados de (Arreola Hernández, 1993).

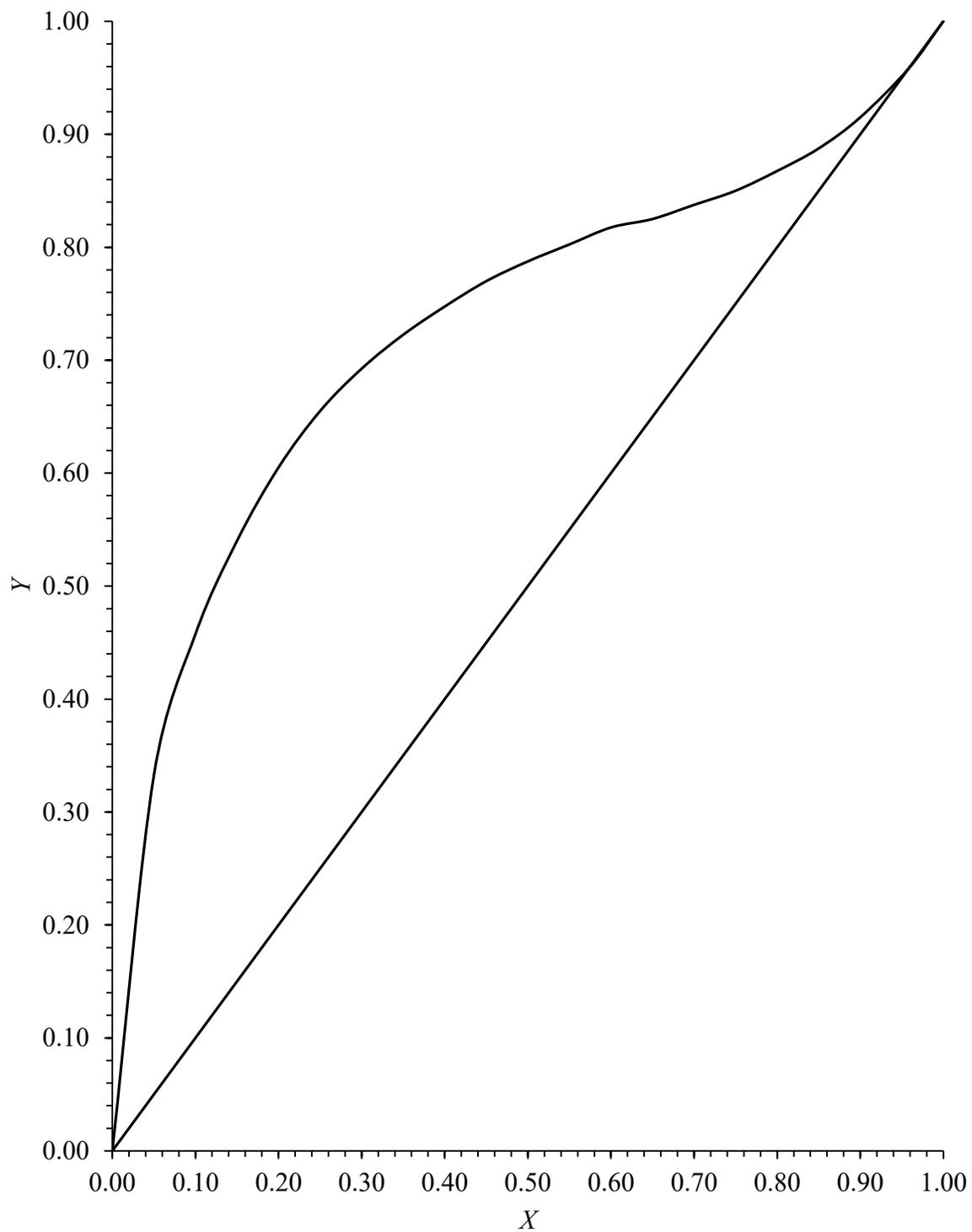


Figura 52. Diagrama de composiciones X-Y para el sistema etanol-agua a 586mmHg.

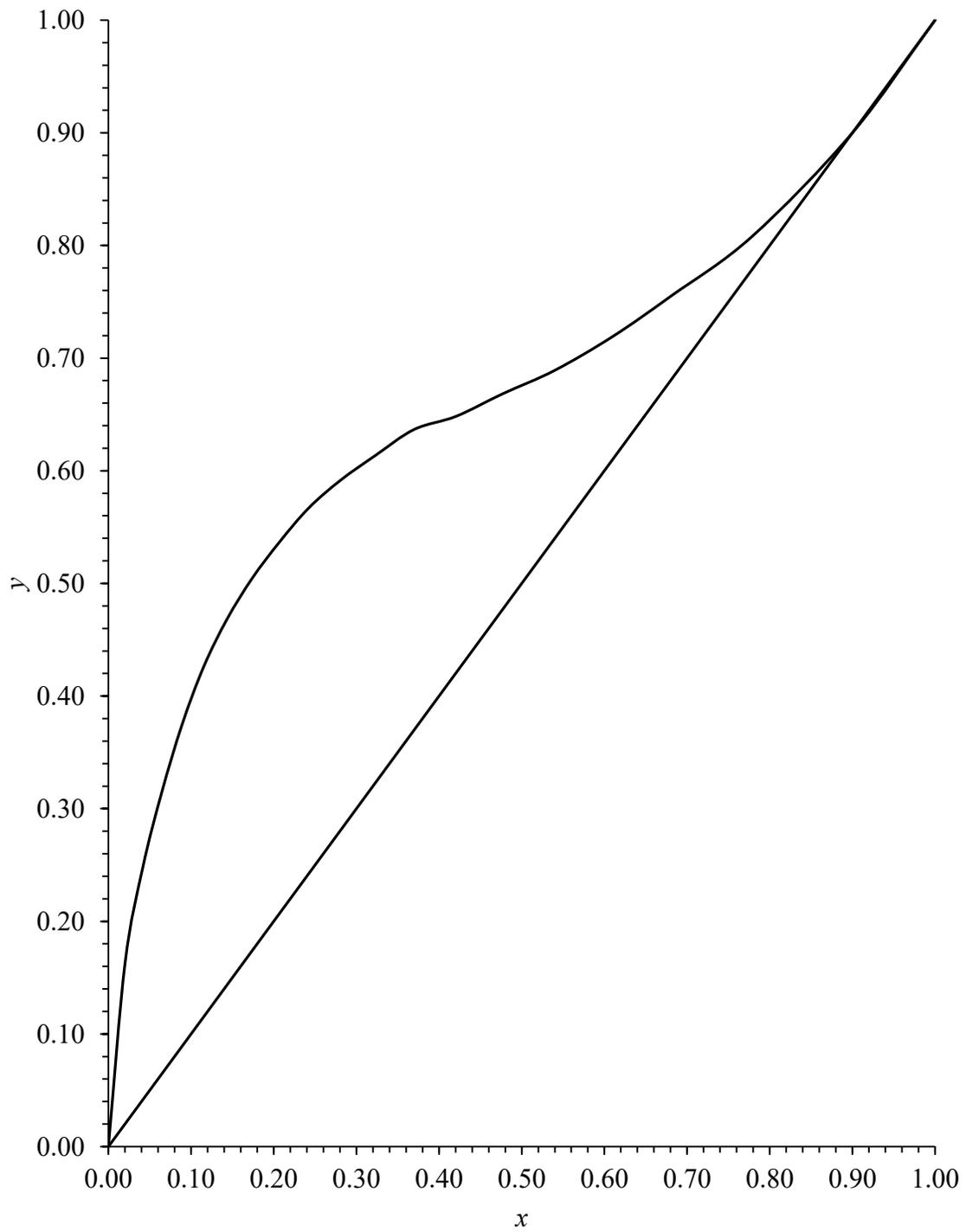


Figura 53. Diagrama de composiciones x - y para el sistema etanol-agua a 586mmHg.

**REFERENCIAS
BIBLIOGRÁFICAS**

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Kamath, R., Qi, Z., Sundmacher, K., Aghalayam, P., & Mahajani, S. (2006). Process Analysis for Dimerization of Isobutene by Reactive Distillation. *Industrial Engineering Chemical Research*, 45, 1575-1582.
- Agreda, V., & Partin, L. (1984). *Reactive distillation process for the production of methyl acetate (US4435595)*. Patente.
- Almeida Rivera, C. P. (2005). *Designing Reactive Distillation Processes with Improved Efficiency*. Países Bajos: PrintPartners Ipskamp.
- Arreola Hernández, J. A. (1993). *Estudio y análisis de columnas de destilación de platos con borboteaderos*. México: Tesis UNAM.
- Asthana, N., Kolah, A., Vu, D., Lira, C., & Miller, D. (2005). A Continuous Reactive Separation Process for Ethyl Lactate Formation. *Organic Process Research & Development*, 9, 599–607.
- Backhaus, A. A. (1921a). *Apparatus for the manufacture of esters (US1.400.849.20.12)*. Estados Unidos, Estados Unidos: Patente.
- Backhaus, A. A. (1921b). *Apparatus for the manufacture of esters (US1.400.850.20.12)*. Estados Unidos: Patente.
- Backhaus, A. A. (1921c). *Apparatus for the manufacture of esters (US1.400.851.20.12)*. Estados Unidos: Patente.
- Baten, J., Ellenberger, J., & Krishna, R. (2001). Radial and axial dispersion of the liquid phase within a KATAPAK-S® structure: Experiments vs. CFD simulations. *Chemical Engineering Science*, 56(3), 813-82.
- Behrens, M. (2006). *Hydrodynamics and Mass Transfer of Modular Catalytic Structured Packing*. Enschede: Technische Universiteit Delft.
- Brito Ponce, E. (2004). *Modelo Mecánico de Transferencia de Masa para Empaques Estructurados*. México: Tesis del Instituto Politécnico Nacional.
- Brunazzi, E., & Viva, A. (2006). Experimental Investigation os Reactive Distillation Packing Katapak-SP 11: Hidrodinamic Aspects and Size Effects. *Institution of Chemicals Engineers*, 554-562.
- Brunazzi, E., & Viva, A. (2007). Experimental analysis of the liquid hold-up contributions in catalytic packing Katapak-SP. *Proceedings of European Congress of Chemical Engineering (ECCE-6)*. Copenhagen.

- Brunazzi, E., Macías Salinas, R., & Viva, A. (2008). Calculation procedure for flooding in packed columns using a channel model. *Chemical Engineering Communications*, 196(3), 330-341.
- Buchanan, J. (1969). Pressure gradient and liquid holdup in irrigated packed towers. *Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals*, 8(3), 502–511.
- Çengel, Y. A., Cimbala, J. M., & Olguín, V. C. (2006). *Mecánica de fluidos: fundamentos y aplicaciones*. México: Mc Graw Hill.
- Cruz Díaz, M. (2012). *Síntesis de n-Propionato de propilo por destilación reactiva: estudio experimental y de simulación de tres configuraciones*. México: Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa .
- Cruz Díaz, M., Buchaly, C., Kreis, P., Pérez Cisneros, E., Lobo Oehmichen, R., & Górak, A. (2012). Synthesis of n-propyl propionate in a pilot-plant reactive distillation column: Experimental study and simulation. *Computers and Chemical Engineering*, 39, 118-128.
- Fair, J., & Bravo, J. (1990). Distillation Columns Containing Structured Packing. *Chemical Engineering Progress*, 86(1), 19-29.
- Fogler, H., S. (2008). *Elementos de ingeniería de las reacciones químicas*. México: PEARSON EDUCACIÓN.
- Foust, A. S. (2006). *Principios de Operaciones Unitarias* (2° ed.). México: CECSA.
- Górak, A., Jaroszyński, M., & Kołodziej, A. (2006). Residence time distribution study for the catalytic packing MULTIPAK®. *Chemical Papers*, 60(6), 404-409.
- Granados, S., & Díaz, A. (2012). Mapas de Curvas Residuales para Procesos de Destilación Reactiva Multicomponente. *Información tecnológica*, 23(3), 121-128. Recuperado el Noviembre de 2016, de <https://dx.doi.org/10.4067/S0718-07642012000300015>
- Guadarrama , J., & Chávez, R. H. (2006). Procedimiento para el Cálculo del Area Geométrica de Empaques Estructurados. *17(4)*, 77-80. Recuperado el Noviembre de 2016, de <https://dx.doi.org/10.4067/S0718-07642006000400014>
- Gualito, J., Cerino, F., Cardenas, J., & Rocha, J. (1997). Design Method for Distillation Columns Filled with Metallic, Ceramic, or Plastic Structured Packings. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 36(5), 1747-1757.
- Hoffmann, A., Noeres, C., & Górak, A. (2004). Scale-up of reactive distillation columns with catalytic packings. *Chemical Engineering and Processing*, 43, 383–395.
- Jie, H., Cui, X., Zhang, Y., Feng, T., Li, X., Lin, R., & Xu, L. (2016). Transesterification of Methyl Acetate with Isobutanol in a Reactive and Extractive Distillation Column with Ionic Liquid as Catalyst and Molecular Liquid as Entrainer. *Industrial Engineering Chemical Research*, 55, 404-419.

- Kolah, A., Asthana, N., Vu, D., Lira, C., & Miller, D. (2008). Triethyl Citrate Synthesis by Reactive Distillation. *Industrial Engineering Chemical Research*, 47(4), 1017–1025.
- Kolodner, P., Williams, H., & Moe, C. (1988). Optical measurement of the Soret coefficient of ethanol/water solutions. *The Journal of Chemical Physics*, 88(10), 6512-6524.
- Mackowiak, J. (1991). *Fluidodynamik von Kolonnen mit Modernen Füllkörpern und Packungen für Gas/Flüssigkeitssysteme*. Frankfurt, Germany.: Salle/Sauerländer.
- Malone, M. F., & Doherty, M. (2000). Reactive Distillation. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 39, 3953–3957.
- McCabe, W. L. (1991). *Operaciones Unitarias en Ingeniería Química* (4° ed.). España: McGraw-Hill.
- Miller, I. (2000). *Estadística matemática con aplicaciones* (6a Ed ed.). México: PEARSON EDUCACIÓN.
- Moritz, P., & Hasse, H. (1999). Fluid Dynamics in Reactive Distillation Packing Katapak®-S. *Chemical Engineering Science*, 54(10), 1367-1374.
- OAKTON INSTRUMENTS. (2008). *Instruction Manual PC 300. Waterproof Hand-held pH/Conductivity/TDS/Temperature Meter*. EUTECH INSTRUMENTS.
- Pérez Ones, O., Díaz Rodríguez, J., Zumalacárregui, L., & Gozá León, O. (2010). Evaluación de propiedades físicas de mezclas etanol-agua (II). *Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia*, 52, 62-74.
- Pérez Rivera, O. (2014). *Diseño de una columna de destilación reactiva a escala de laboratorio: construcción de empaques estructurados*. Ecatepec, Estado de México, México: Tecnológico de Estudios Superiores de Ecatepec.
- Perry, R. H., & Green, D. W. (2010). *Manual del Ingeniero Químico* (7a ed., Vol. I). Madrid, España: Mc Graw Hill.
- Poling, B., Prausnitz, J., & O'Connell, J. (2001). *The Properties of Gases and Liquids* (5° ed.). USA: McGraw-Hill.
- Rey Graña, C., & Ramil Díaz, M. (2007). *Introducción a la estadística descriptiva* (2a ed.). España: Gesbiblo .
- Rivera, F., Cruz-Díaz, M., Rivero, E., & González, I. (2010). Analysis and interpretation of residence time distribution experimental curves in FM01-LC reactor using axial dispersion and plug dispersion exchange models with closed–closed boundary conditions. *Electrochimica Acta*, 56, 361–371.
- Rocha, J., Bravo, J., & Fair, J. (1996). Distillation Columns Containig Structured Packings: A Comprehensive Model for Their Performance. 2. Mass-Transfer Model. *Industrial Engineering Chemical Research*, 35, 1660-1667.

- Sarco, S. (s.f.). *Engineering Support Centre*. Recuperado el Noviembre de 2016, de http://www2.spiraxsarco.com/esc/SS_Properties.aspx?country_id=ar&lang_id=arg
- Seader, J., Henley, E., & Roper, D. (2011). *Separation Process Principles: chemical and biochemical operations*. (3 ed.). United States of America: Wiley.
- Sneesby, M., Tade', M., Datta, R., & Smith, T. (1997). ETBE Synthesis via Reactive Distillation. 2. Dynamic Simulation and Control Aspects. *Industrial Engineering Chemical Research*, 36, 1870-1881.
- Stankiewicz, A. (2003). Reactive separations for process intensification: an industrial perspective. *Chemical Engineering and Processing*, 42, 137-144.
- Steinigeweg, S., & Gmehling, J. (2002). n-Butyl Acetate Synthesis via Reactive Distillation: Thermodynamic Aspects, Reaction Kinetics, Pilot-Plant Experiments, and Simulation Studies. *Industrial Engineering Chemical Research*, 41(22), 5483-5490.
- Stichlmair, J., Bravo, J. L., & Fair, J. R. (1989). General model for prediction of pressure drop and capacity of countercurrent gas/liquid packed columns. *Gas Separation & Purification*, 3(1), 19-28.
- Sundmacher, K., & Kienle, A. (2003). *Reactive distillation: status and future directions*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Tang, Y.-T., Chen, Y.-W., Huang, H.-P., Yu, C.-C., Hung, S.-B., & Lee, M.-J. (2005). Design of reactive distillations for acetic acid esterification. *AIChE Journal*, 51(6), 1683-1699.
- Viva, A., Aferka, S., Toye, D., Marchot, P., Crine, M., & Brunazzi, E. (2011). Determination of liquid hold-up and flow distribution inside modular catalytic structured packings. *Chemical Engineering Research and Design*, 89, 1414-1426.

“Por mi raza hablará el espíritu”

José Vasconcelos